



HAL
open science

Simulation numérique de l'indentation et de la rayure des verres organiques

Jean-Luc Bucaille

► **To cite this version:**

Jean-Luc Bucaille. Simulation numérique de l'indentation et de la rayure des verres organiques. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001. Français. NNT : . tel-00005646

HAL Id: tel-00005646

<https://pastel.hal.science/tel-00005646>

Submitted on 5 Apr 2004

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.

THESE

pour obtenir le grade de

Docteur de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris

spécialité Sciences et Génie des Matériaux

Jean-Luc BUCAILLE

Agrégé de mécanique

Ancien élève de l'Ecole Normale Supérieure de Cachan

**SIMULATION NUMERIQUE
DE L'INDENTATION ET DE LA RAYURE
DES VERRES ORGANIQUES**

directeur de thèse : Eric Felder

Soutenue le 9 novembre 2001

Devant le jury composé de :

Messieurs	J. FRENE	Président
	J.L. LOUBET	Rapporteur
	A. MAGNEE	Rapporteur
	J.P. CANO	Examineur
	E. FELDER	Examineur
	C. GAUTHIER	Examineur
	G. HOCHSTETTER	Examineur

Table des matières

1	Introduction	7
2	Modélisation de l'indentation et de la rayure	9
2.1	Bibliographie de l'essai de rayure sur polymères et métaux	10
2.1.1	Introduction	11
2.1.2	Présentation de l'essai de rayure	12
2.1.3	Modélisation numérique de l'essai de rayure	21
2.1.4	Les endommagements observés lors de l'essai de rayure	24
2.1.5	Matériaux à forte composante plastique	25
2.1.6	Matériaux élastoplastiques	31
2.1.7	Conclusions	37
2.2	Etude de la rhéologie des polymères	41
2.2.1	Présentation des matériaux	41
2.2.2	Propriétés des polymères	42
2.2.3	Les outils expérimentaux	45
2.3	Niveau de déformation en indentation et en rayure	47
2.3.1	Introduction	47
2.3.2	Modeling procedures	49
2.3.3	Results and discussion	54
2.3.4	Conclusion	56
2.4	Vitesse de déformation en indentation	58
2.4.1	Introduction	58
2.4.2	Simulation numérique de l'indentation	60
2.4.3	Résultats	60
2.4.4	Conclusions	67
2.5	Etude du contact matériau indenteur	69
2.5.1	Modélisation du frottement	69
2.5.2	Détermination du coefficient de frottement	69
2.5.3	Validation du modèle	70
2.5.4	Modèle avec une cission d'angle variable	71
2.5.5	Frottement avec des polymères	73
2.6	Conclusions	75
3	Identification de la rhéologie des polymères par indentation	77
3.1	Dépouillement des essais d'indentation	78
3.1.1	Influence de la forme des indenteurs	79
3.2	Identification des paramètres rhéologiques du polycarbonate	81
3.2.1	Introduction	81
3.2.2	Experimental and numerical method	83
3.2.3	The modeling of the polymer behavior	85

3.2.4	Numerical results	88
3.2.5	Discussions	96
3.2.6	Conclusions	99
3.3	Travaux complémentaires sur les substrats	102
3.3.1	Identification de la rhéologie du CR39®	102
3.3.2	Etude de la rhéologie du PMMA	106
3.3.3	Influence de la forme des indenteurs	110
3.4	Etude préliminaire sur les vernis	110
3.4.1	Identification préliminaire de la rhéologie de 3 vernis	110
3.4.2	Profondeur nécessaire pour identifier les paramètres	114
3.4.3	Influence du substrat	116
3.5	Conclusions	119
4	Simulation numérique de la rayure	121
4.1	Condition des simulations numériques avec Forge3®	122
4.1.1	Présentation générale du code de calcul	122
4.1.2	Maillage et taille du domaine	123
4.2	Rayure de matériaux élastiques parfaitement plastiques	130
4.2.1	Introduction	131
4.2.2	The finite element model	132
4.2.3	Results and discussion	134
4.2.4	Conclusions	147
4.3	Rayure des substrats	148
4.3.1	Résultats expérimentaux	148
4.3.2	Calculs numériques	149
4.3.3	Dépouillement des calculs	150
4.3.4	Pyramide Berkovich et cône équivalent	153
4.3.5	Rayure avec la pyramide Berkovich face en avant	160
4.3.6	Rayure avec le cône aigu	166
4.4	Rayure sur un vernis	178
4.4.1	Simulations numériques	178
4.4.2	Résultats et discussions	179
4.5	Comportement en simulation des trois matériaux	184
4.6	Dureté normale et dureté rayure	185
4.6.1	Déformation représentative	185
4.6.2	Vitesse de déformation	188
4.6.3	Dureté	188
4.7	Conclusions	190
5	Analyse des endommagements en rayure	197
5.1	Rayure du polycarbonate et du CR39®	198
5.1.1	Dureté rayure et pression de contact	198
5.1.2	Contraintes longitudinales et transversales	200
5.1.3	Pression hydrostatique	204
5.2	Influence du frottement	204
5.2.1	Rayure sur le polycarbonate	206
5.2.2	Rayure sur le vernis oa10	208
5.2.3	Synthèse	211
5.3	Rayure d'un métal pour différents angles de cône	211
5.3.1	Géométrie de la rayure	212

5.3.2	Frottement apparent et dureté rayure	212
5.3.3	Déformations et contraintes	213
5.4	Rayure du polycarbonate pour différents indenteurs	214
5.4.1	Etude du profil de rayure	216
5.4.2	Frottement apparent et dureté	217
5.4.3	Contraintes dans le matériau	218
5.4.4	Influence du rayon de pointe	221
5.4.5	Rayure pointe penchée	222
5.5	Conclusions	222
6	Conclusion générale	225
	Bibliographie	228
	Nomenclature	232
	Fichier de données	235

Chapitre 1

Introduction

Le verre ophtalmique est aujourd'hui un produit très élaboré et complexe puisqu'il résulte de l'imbrication de matériaux variés et de nombreux traitements de surface. Outre le substrat dont le rôle principal est de créer la fonction correctrice du verre, le verre est composé d'un empilement de plusieurs couches fines successives :

- Revêtement anti choc,
- Anti reflet,
- Revêtement hydrophobe,
- Couche durcissante.

La fonction principale de cette structure est de corriger la vue. Les matériaux avec un fort indice de réfraction permettent d'avoir une épaisseur faible du substrat. Les matériaux minéraux ont des indices élevés ; mais, leur densité augmente avec l'indice de réfraction, ce qui aboutit à des verres relativement lourds et inconfortables pour le porteur. Ces matériaux sont donc remplacés par des matières organiques dont les densités sont proches de un. L'indice de réfraction est par contre plus faible, ils ne peuvent donc être utilisés que pour corriger de faibles défauts optiques. L'autre inconvénient de taille est leur faible résistance à la rayure. Cette fonction que doit remplir le verre organique est très importante : l'accumulation de rayures à la surface du verre modifie les propriétés optiques et entraîne des problèmes de diffusion et de diffraction de la lumière, ce qui rend la vision moins nette. Les rayures détériorent également l'esthétique du verre correcteur. Cet aspect est important et préoccupe beaucoup les fabricants de verres ophtalmiques. La capacité à fabriquer des verres anti rayure est un argument commercial très fort.

Les matières organiques, grâce à leurs qualités de légèreté et de résistance aux chocs, se substituent donc progressivement aux matériaux minéraux. Des efforts de développement sont faits pour augmenter leur indice de réfraction et leur résistance à la rayure. Ce dernier aspect est le sujet d'étude qui nous concerne dans ce travail de thèse, financé par le Ministère de l'Éducation Nationale, de la Recherche et de la Technologie, et par Essilor International, premier groupe mondial de l'industrie ophtalmique. Les objectifs majeurs poursuivis par Essilor sont de comprendre la formation de rayures et de développer de nouveaux matériaux pour améliorer la résistance à la rayure des verres organiques.

Essilor développe sa recherche d'une part avec des machines d'essais de rayure à des échelles micro et nanométriques, et d'autre part avec des outils numériques permettant de simuler l'essai de rayure. Par ailleurs, le comportement des matériaux est exploré par nano-indentation, compte tenu de la faible épaisseur des revêtements. Les machines d'essais sont des machines commerciales et sont utilisées par l'équipe de recherche d'Essilor. Les codes de calcul sont des

codes éléments finis commerciaux utilisés au Centre de Mise en Forme des Matériaux à Sophia Antipolis. Le logiciel utilisé pour simuler la rayure est un code tridimensionnel monomatériau, nous nous contenterons donc de comprendre la rayure sur des matériaux massifs. Notre travail est majoritairement axé sur la compréhension de l'essai de rayure à partir des logiciels de simulation. Les essais d'indentation seront simulés avec un code bidimensionnel.

Au cours de cette thèse, nous avons rédigé trois articles et participé à deux conférences. Certaines de ces communications ont été publiées, d'autres sont en cours de lecture par des "reviewers". Nous avons inséré ces communications dans ce manuscrit dans l'état où elles étaient lors de leur rédaction. Certaines parties sont donc en langue anglaise. Nous nous sommes efforcés d'insérer harmonieusement ces communications dans le manuscrit.

Le substrat des verres organiques est soit le polycarbonate, polymère thermoplastique, soit le CR39[®], polymère thermodurcissable dont la marque est déposée par Essilor. Le vernis protecteur, de quelques micromètres d'épaisseur, est un polymère thermodurcissable renforcé de nano particules d'oxyde. Nous étudions trois nuances de vernis avec des taux de charge différents. Pour simuler la rayure de ces matériaux, considérés comme massifs, il est nécessaire de modéliser leur comportement par le choix d'une loi de comportement et la détermination ensuite, pour chaque matériau, des paramètres de cette loi. Les endommagements observés sur les verres dans les conditions d'usage, sont proches de ceux observés lors des essais de rayage avec un indenteur aigu. Nous nous intéresserons donc particulièrement aux simulations de la rayure avec ce type d'indenteur. L'intérêt de ce travail est de montrer que le logiciel utilisé est suffisamment performant pour modéliser la rayure, rendre compte puis prédire les endommagements observés lors des essais et sur les verres portés dans des conditions réelles d'usage.

Nous effectuons, en premier lieu, une analyse bibliographique de l'essai de rayure sur métaux et polymères. Nous mettons en évidence la complexité de l'interprétation de cet essai sur des polymères qui ont une forte composante visco-élastique. D'un point de vue académique, nous avons contribué à mieux définir le niveau de déformation et de vitesse de déformation en indentation et en rayure sur des rhéologies élastiques parfaitement plastiques et viscoplastiques. Ce chapitre est complété par la détermination du frottement entre le matériau et l'indenteur.

Nous avons mis en place, dans le deuxième chapitre, une méthode d'identification de la rhéologie des matériaux que l'on étudie. Cette démarche est une méthode par analyse inverse basée sur les essais de nano-indentation. Les matériaux étudiés sont le polycarbonate et le PMMA, polymères thermoplastiques, le CR39[®] et trois vernis protecteurs.

Après avoir étudié le comportement en rayure des matériaux élastiques parfaitement plastiques, nous comparons les résultats de simulation et les résultats expérimentaux avec plusieurs conditions de rayage pour le polycarbonate, le CR39[®] et un vernis. Nous en profitons pour comparer le comportement des polymères en indentation et en rayure.

Dans une dernière partie, nous étudions les endommagements qui apparaissent lors de la rayure à partir des cartes de contrainte issues de la simulation. Nous analysons en particulier l'influence du frottement et du niveau de déformation sur les endommagements.

Chapitre 2

Modélisation de l'indentation et de la rayure

Table des matières du chapitre

2.1	Bibliographie de l'essai de rayure sur polymères et métaux	10
2.1.1	Introduction	11
2.1.2	Présentation de l'essai de rayure	12
2.1.3	Modélisation numérique de l'essai de rayure	21
2.1.4	Les endommagements observés lors de l'essai de rayure	24
2.1.5	Matériaux à forte composante plastique	25
2.1.6	Matériaux élastoplastiques	31
2.1.7	Conclusions	37
2.2	Etude de la rhéologie des polymères	41
2.2.1	Présentation des matériaux	41
2.2.2	Propriétés des polymères	42
2.2.3	Les outils expérimentaux	45
2.3	Niveau de déformation en indentation et en rayure	47
2.3.1	Introduction	47
2.3.2	Modeling procedures	49
2.3.3	Results and discussion	54
2.3.4	Conclusion	56
2.4	Vitesse de déformation en indentation	58
2.4.1	Introduction	58
2.4.2	Simulation numérique de l'indentation	60
2.4.3	Résultats	60
2.4.4	Conclusions	67
2.5	Etude du contact matériau indenteur	69
2.5.1	Modélisation du frottement	69
2.5.2	Détermination du coefficient de frottement	69
2.5.3	Validation du modèle	70
2.5.4	Modèle avec une cission d'angle variable	71
2.5.5	Frottement avec des polymères	73
2.6	Conclusions	75

L'essai de rayure est un essai dont l'interprétation mécanique est complexe. Au travers d'un article publié dans la revue *Matériaux et Techniques* (Bucaille et Felder [21]). Nous présentons, tout d'abord, une analyse bibliographique de l'essai de rayure sur polymères et métaux où l'on tente de comprendre l'essai de rayure à partir d'essais expérimentaux et de modèles analytiques et numériques.

Nous mettons en évidence ensuite que les polymères ont des caractéristiques rhéologiques très différentes de celles des métaux. Deux de ces caractéristiques sont, tout d'abord, la part importante de l'élasticité dans la déformation totale et ensuite, la sensibilité à la vitesse de déformation. Ces deux points sont traités dans les sections 3 et 4 dans deux articles que nous avons présentés à des colloques : Cambridge, juillet 2001 (Bucaille et Felder [20]) et Obernai, mai 2001 (Bucaille et Felder [22]).

Enfin, les essais de rayure et d'indentation sont des essais fortement influencés par les conditions de frottement au contact entre l'indenteur et la matière. Nous proposons dans une dernière partie, des modèles et des méthodes pour déterminer la valeur de ce frottement.

2.1 Bibliographie de l'essai de rayure sur polymères et métaux

Matériaux et Techniques, numéro 3-4 2001
soumis en juillet 1999, accepté en février 2001

Mécanique de l'essai de rayure sur polymères et métaux

Modélisations et approches expérimentales

Mechanics of the scratch test on polymers and metals

Modeling and experimental approaches

J.L. Bucaille^a, E. Felder^{a,*}

^a Centre de Mise en Forme des Matériaux, Ecole des Mines de Paris, 06904 Sophia Antipolis, France

* Correspondance : felder@cemef.cma.fr, 04 93 95 74 28

Résumé

Nous avons effectué, dans cet article, une étude bibliographique de l'essai de rayure sur matériaux massifs, métalliques ou polymériques. Nous avons précisé les différents paramètres que l'on contrôle lors de l'essai : niveau de déformation, vitesse de rayage, température et lubrification. Les principales grandeurs calculées sont le rapport de la force tangentielle sur la force normale et la dureté rayure. On associe également à ces valeurs une observation par microscopie optique ou électronique qui permet de préciser le type d'endommagement induit dans les conditions de l'essai. Nous avons pu vérifier, grâce aux modèles numériques

présentés dans cet article et aux nombreux essais issus de la littérature, que ces paramètres sont déterminants sur les résultats mesurés.

Abstract

In this paper, we have performed a review of the litterature on the scratch test on homogeneous materials, metals and polymers. We have specified the different parameters controled during the test : effective strain, scratch speed, temperature and lubrication. The main calculated quantities are the ratio of tangential to normal forces and the scratch hardness. Optical or electronic observations are also performed in order to state more precisely the kind of damage generated during the test. We have checked, thanks to numerical models described in this paper and to many tests from litterature, that these parameters are determinant on measured results.

mots clés : rayure, endommagement, frottement, dureté, modélisation

2.1.1 Introduction

De plus en plus de matériaux sont revêtus de films minces qui permettent, entre autres raisons, d'améliorer les propriétés mécaniques de surface. La mesure de ces propriétés mécaniques est généralement difficile, et l'un des essais utilisé à cet effet est l'essai de rayure. Dans le but d'analyser mécaniquement ce type d'essai, il est important de simplifier le problème en essayant de comprendre, tout d'abord, le comportement du matériau massif face à la rayure. Nous allons donc nous intéresser à la mécanique de l'essai de rayure d'un matériau nu, métallique ou polymérique. L'essai est simple, commode à réaliser, notamment sur polymères, mais son interprétation mécanique est difficile.

Dans une première partie, nous allons passer en revue les divers paramètres que l'on impose au cours de l'essai, ainsi que les grandeurs mesurées. Nous verrons qu'il existe plusieurs formules pour évaluer le niveau de déformation. La vitesse, la lubrification ou les effets thermiques ont également une influence très importante sur les faciès de rayure observés. Le traitement des résultats est aussi sujet à des approches différentes. La mesure du rapport entre la force tangentielle et la force normale, que nous appellerons frottement apparent, se fait directement pendant la rayure. Par contre, le calcul de la dureté est effectué après l'essai grâce à la mesure de la largeur du sillon résiduel. Il n'y a pas de consensus sur le fait que cette mesure corresponde à la valeur sous charge, les propriétés d'élasticité importantes de certains matériaux introduisant une forte incertitude sur ce point, remarque qui s'applique également pour le test d'indentation.

Nous présenterons ensuite, deux méthodes numériques qui permettent de modéliser l'essai de rayure : la méthode du champ des lignes de glissement et une méthode dérivée du théorème de la borne supérieure. La simulation numérique par la méthode des éléments finis n'est actuellement pas utilisée pour modéliser la rayure.

Enfin, après une revue des différents types d'endommagements observés lors des essais de rayure, nous analyserons le test de rayure sur matériaux à forte composante plastique. Pour des métaux, le frottement apparent calculé par des modèles numériques est comparé aux résultats expérimentaux. Pour des matériaux élastoplastiques, l'analyse des essais de rayage devient plus délicate, en raison du retour élastique en arrière de l'indenteur. Nous verrons enfin, des cartes de déformation sur polymères qui permettent de décrire le mode d'endommagement en fonction de plusieurs paramètres : force normale, géométrie de l'indenteur,...

2.1.2 Présentation de l'essai de rayure

Description de l'essai de rayure

Un indenteur (pyramide, cône, sphère) généralement en diamant est déplacé, selon une direction parallèle à la surface de l'échantillon, sur un matériau à une vitesse constante. On impose une force normale constante ou croissante au cours de l'essai (figure 2.1). Suivant les appareils utilisés, les grandeurs mesurées sont principalement la force tangentielle, l'émission acoustique et la profondeur de pénétration. Des observations sur microscope optique ou par l'intermédiaire de profilomètres permettent d'observer la géométrie du sillon résiduel et la nature des endommagements causés par l'indenteur.

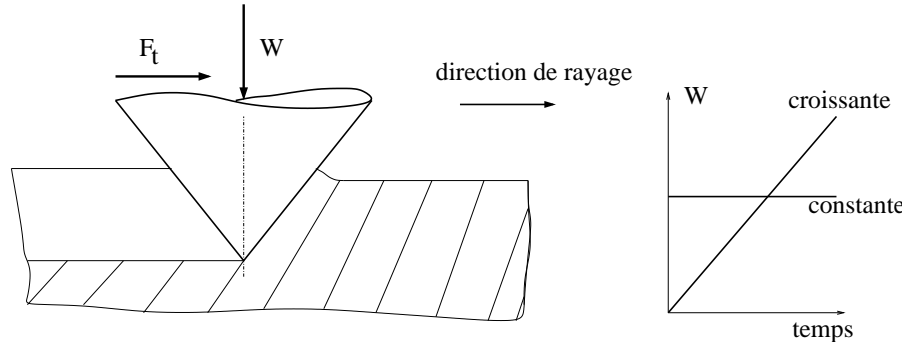


FIG. 2.1 – Essai de rayure à force normale croissante ou constante. Scratch test using an increasing or a constant normal load.

Les paramètres thermomécaniques imposés

Déformation

Le niveau de déformation au cours de l'essai de rayure est imposé par l'intermédiaire de la géométrie de l'indenteur (figure 2.2). Lors de l'indentation normale d'une pièce par un indenteur axisymétrique, la déformation moyenne imposée par l'indenteur est de l'ordre de :

$$\bar{\varepsilon}_i \sim K \frac{h}{a} \quad (2.1)$$

où K est un paramètre, h la pénétration de l'indenteur et a le rayon de contact (figure 2.2).

Dans le cas de l'indentation de métaux avec des indenteurs sphériques et pour des rayons de contact faibles devant le rayon de la sphère, Tabor [69] estime que :

$$\bar{\varepsilon}_i = 0,2 \frac{a}{R} \quad (2.2)$$

Par analogie avec les travaux de Tabor [69], Johnson [45] propose, en indentation normale, une valeur de la déformation moyenne pour des indenteurs coniques (cônes de révolution ou pyramides) et pour des angles θ importants (figure 2.2) :

$$\bar{\varepsilon}_i = 0,2 \tan \beta \text{ soit } K = 0,2 \quad (2.3)$$

Atkins et Tabor [3] proposent une méthode pour déterminer le niveau de déformation moyen imposé lors de l'essai d'indentation sur des métaux. Plusieurs échantillons d'un même matériau ayant subi divers degrés d'écroutissage préalable sont indentés avec des cônes de révolution

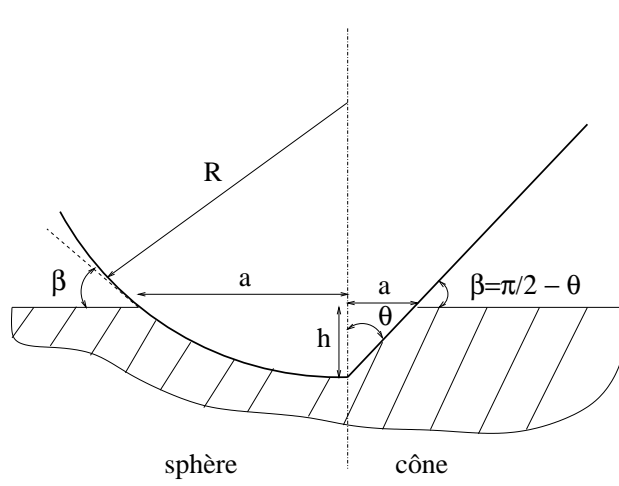


FIG. 2.2 – Paramètres géométriques pour un indenteur sphérique ou conique. Geometrical parameters for a spherical or conical indenter.

d'angles θ compris entre 30° et 85° . La dureté normale mesurée est interprétée par la schématisation suivante :

$$H_n = C_\theta \cdot \sigma_0 (\bar{\varepsilon}_c + \bar{\varepsilon}_i), \quad (2.4)$$

où $\bar{\varepsilon}_c$ est l'écroutissement que l'on impose au préalable au matériau et $\bar{\varepsilon}_i$ l'écroutissement induit par l'indenteur. Pour les échantillons les plus écrouis initialement, les auteurs considèrent que $\sigma_0(\bar{\varepsilon}_c + \bar{\varepsilon}_i) = \sigma_0(\bar{\varepsilon}_c)$: l'indentation ne modifie pas la contrainte d'écoulement. Le paramètre C_θ est déterminé à partir de ces essais. $\bar{\varepsilon}_i$ est ensuite déduit, pour chaque valeur d'angle, à partir de la courbe d'écroutissement du matériau. A partir de ces travaux, Felder [32] propose un coefficient K de 0,3.

Pour ces auteurs, le niveau de déformation en indentation dépend donc de la géométrie de l'indenteur. Plus l'indenteur est aigu (dans le cas d'un cône), plus le niveau de déformation que l'on impose est important. Dans le cas d'un cône de révolution ou d'une pyramide, le niveau de déformation est indépendant de la pénétration, alors que pour une sphère celui-ci augmente avec la pénétration de l'indenteur.

Briscoe *et al.* [16] étendent la définition de l'équation 2.3 à l'essai de rayure, pour des cônes. Ils émettent toutefois une réserve sur la valeur du coefficient K. Pour ces auteurs, ce coefficient dépendrait également du type de matériau que l'on raye ou que l'on indente, mais il resterait indépendant du type d'essai (indentation ou rayure). A partir de la démarche proposée par Atkins et Tabor [3] et des travaux de rayage sur des métaux de Brookes *et al.* [18], Felder [32] estime que le niveau de déformation en rayure, pour des métaux, est cinq fois plus important que celui en indentation. Ce qui implique que :

$$\bar{\varepsilon}_s = 1,5 \tan \beta \text{ soit } K = 1,5. \quad (2.5)$$

Brookes *et al.* [18] observent que dès $\theta=52,5^\circ$, la déformation induite en rayure sur des métaux devient comparable à celle induite dans une opération de coupe ; les bourrelets que l'on observe en indentation dégénèrent en copeau lors de la rayure. D'après nous, ce changement dans le mode de déformation traduit une augmentation du niveau de déformation lors du passage de l'indentation à la rayure.

Vitesse de déformation

Briscoe *et al.* [16] estiment que la vitesse de déformation est égale au rapport de la vitesse de rayage (v) et de la largeur de rayure (b).

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{v}{b} \quad (2.6)$$

La vitesse de déformation dépend donc de la vitesse de l'indenteur, mais également de la largeur de rayure, ce qui sous-entend que lorsque l'on augmente la force normale sur un indenteur, pour une même vitesse de rayage, la vitesse de déformation diminue. La vitesse de déformation moyenne est, pour des indenteurs coniques, fonction de la force que l'on applique sur l'indenteur, et pour des indenteurs sphériques, fonction également du rayon de courbure. Les essais de rayage à force normale croissante ne sont donc pas effectués à vitesse de déformation constante.

Lors d'essais de rayure sur une gomme silicone, Lamy [49] a observé l'apparition de fractures sur les bords du sillon lorsque les vitesses augmentent d'un facteur 100.

Lubrification - Température

Ni et Le Faou [57] ont effectué des essais de rayure à sec et lubrifiés avec des sphères sur des polymères. Sur les photos de la figure 2.3, on observe nettement l'influence d'un lubrifiant sur les endommagements lors de la rayure d'un polyéthylène téréphtalate (PET) : le lubrifiant a pour effet de supprimer complètement les fissures frontales induites par la contrainte de compression qui se développe en avant de l'indenteur. L'influence du frottement entre l'indenteur et le matériau a été mise en évidence par des modélisations numériques (Kailas et Biswas [46] et Kirkpatrick *et al.* [47]). La modélisation de l'essai de rayure et l'influence théorique du lubrifiant seront détaillées dans la section 2.1.5.

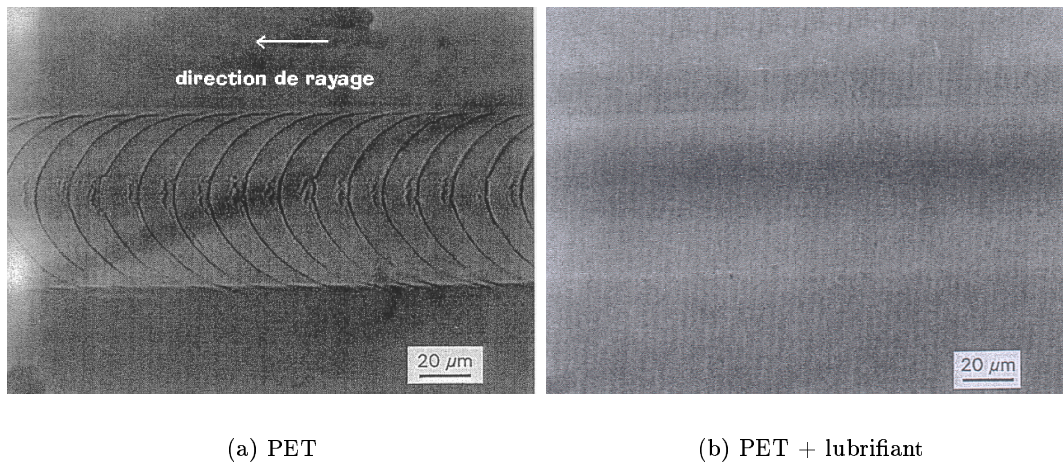


FIG. 2.3 – Rayure sur un PET avec et sans lubrifiant. Sphère de rayon $75 \mu\text{m}$, force normale $1,2 \text{ N}$, vitesse de rayage $2,7 \text{ cm s}^{-1}$, d'après Ni et Le Faou [57]. Scratching on a PET with and without lubricant. $75 \mu\text{m}$ radius spherical indenter, $1,2 \text{ N}$ normal load, scratch speed $2,7 \text{ cm s}^{-1}$.

La température, ayant une influence sur la rhéologie du matériau, notamment polymérique, modifiera le faciès des rayures ainsi que la dureté ou le frottement apparent.

Il est également évident que tout paramètre extérieur susceptible de modifier le matériau rayé engendrera un comportement différent face à la rayure. Ainsi, Briscoe *et al.* [15] ont observé des évolutions de la dureté rayure d'un polyméthyl méthacrylate (PMMA) après différentes durées d'exposition dans une atmosphère de méthanol.

Grandeurs mesurées

Dureté rayure

On définit la dureté rayure (H_s) comme le rapport de la force normale et de la surface de contact matériau-indenteur au cours de l'essai (figure 2.4, pour un indenteur conique) :

$$H_s = \frac{8W}{\pi b^2} \quad (2.7)$$

Cette dureté représente une estimation de la valeur moyenne de la pression de contact entre le matériau et l'indenteur au cours de l'essai, dans le cas où le frottement à l'interface est très faible devant les pressions de contact, ou lorsque la cission de contact est parallèle à la surface de l'échantillon.

L'expression 2.7 repose sur plusieurs hypothèses :

1. le contact matériau-indenteur n'a lieu que sur la partie avant de l'indenteur ;
2. la largeur de rayure est la même après le passage de l'indenteur que sous charge ($b \sim b_c$) ;
3. la hauteur du bourrelet est uniforme sur tout le pourtour du contact.

Les deux premières hypothèses sont sujettes à caution lorsque le retour élastique du matériau est important.

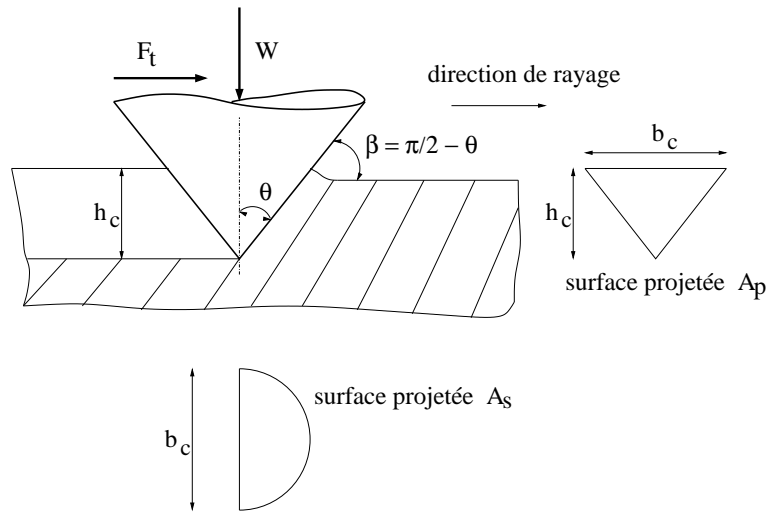


FIG. 2.4 – Représentation schématique de la déformation d'un matériau parfaitement plastique lors de la rayure avec un cône. b_c : largeur de rayure sous charge, h_c : hauteur entre la pointe de l'indenteur et le sommet du bourrelet latéral sous charge. Schematic representation of the deformation of a perfectly plastic material during scratching with a cone. b_c : scratch width under load, h_c : height between the tip of the indenter and the top of the lateral ridge under load.

En se référant aux travaux en indentation de plusieurs auteurs (Johnson [45], Laval [50], Ramond-Angélélis [61] et Bhattacharya *et al.* [6]), la part de l'élasticité lors de l'indentation peut être précisée grâce à l'index d'indentation X . Ce nombre adimensionnel est le rapport de la déformation imposée par l'indenteur et de la partie élastique de la déformation dans le matériau, pour un cône on a :

$$X = \frac{E}{\sigma_0} \cot \theta = \frac{E}{\sigma_0} \tan \beta \quad (2.8)$$

Si X est proche de l'unité, le retour élastique après indentation est très marqué. Si X est supérieur à 100, la déformation est essentiellement plastique. Pour des métaux et/ou pour des angles de cône petits, l'indentation sera plastique. Par contre, pour des polymères et/ou pour des angles très grands, le retour élastique sera important (tableaux 2.1 et 2.2).

	Métaux		Polymères	
	Aluminium	Acier	Polycarbonate	Polyéthylène haute densité
σ_0	100 MPa	430 MPa	70 MPa	30 MPa
E	70 GPa	210 GPa	2,4 GPa	1 GPa
$\frac{E}{\sigma_0}$	700	490	34	33

TAB. 2.1 – Rapport du module d'Young sur la contrainte d'écoulement pour quelques métaux et polymères. Ratio between Young's modulus and flow stress for some metals and polymers.

θ	15 °	30 °	68 °	70,3 °	75 °
$\cot \theta (\sim \bar{\varepsilon}_s)$	3,7	1,73	0,4	0,36	0,27

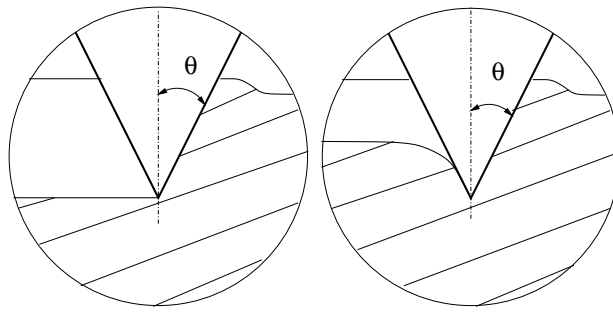
TAB. 2.2 – Cotangente du demi angle de plusieurs cônes. Le cône de 70,3 ° est le cône équivalent, au sens du volume déplacé, aux pyramides Vickers et Berkovich. Cotangential of half angle of several cones. The 70,3 ° cone is the axisymmetric equivalent cone, in terms of the displaced volume, with respect to Vickers and Berkovich pyramids.

Brookes *et al.* [18] ont effectué des essais sur du plomb, du cuivre et de l'acier avec des cônes dont les angles varient de 30 ° à 75 °. Ils ont choisi la formule 2.7. Dans le cas de la rayure de matériaux viscoélastiques comme les polymères, Briscoe *et al.* [16, 13, 14] suggèrent l'utilisation de la formule suivante :

$$H_s = \frac{W}{A} = q \frac{4W}{\pi b^2} \text{ avec } 1 \leq q \leq 2 \quad (2.9)$$

A est l'aire projetée qui supporte la force normale, q est un paramètre qui prend en compte le type de réponse du matériau à la rayure (voir figure 2.5). Pour des matériaux rigides plastiques $q = 2$, on retrouve la définition utilisée par Brookes *et al.* [18] pour des métaux (équation 2.7). Pour des polymères, Briscoe *et al.* [16, 13, 14] estiment qu'il y a un retour élastique sur la partie arrière de l'indenteur, l'aire de contact est donc plus importante ($1 \leq q < 2$). Pour le calcul des duretés, ils ont choisi systématiquement de prendre $q = 1$ et ceci quel que soit l'angle de l'indenteur.

La seconde hypothèse de l'équation 2.7 concerne l'évolution de la largeur du sillon lors de la rayure (b_c) et après le passage de l'indenteur (b). Plusieurs travaux ont été effectués en indentation à ce sujet. Stilwell et Tabor [66] ont montré, que pour des métaux ($\frac{E}{\sigma_0} \geq 100$), le retour élastique en indentation apparaît principalement dans le fond de l'empreinte (partie gauche de la figure 2.6); les diamètres d'empreinte (d) sont les mêmes sous charge et après décharge. Ramond-Angélélis [61] (partie droite de la figure 2.6) a effectué des simulations numériques d'indentation de cônes à partir d'un code éléments finis en faisant varier l'index



(a) Rayure sur un matériau rigide parfaitement plastique $q=2$. Scratching on a rigid-plastic material.

(b) Rayure sur un matériau élastoplastique $1 \leq q < 2$. Scratching on an elastic-plastic material.

FIG. 2.5 – Géométrie de la rayure en fonction du type de matériau. Scratch geometry dependence with respect to the material.

d'indentation (X) via la rhéologie ($\frac{E}{\sigma_0}$). Pour les faibles index d'indentation (X faible) une dépression se forme sous l'indenteur (en charge). Dès que l'on retire l'indenteur, le retour élastique est tel qu'un léger bourrelet apparaît. Les simulations numériques montrent que le diamètre de contact sous charge est proche du diamètre de l'empreinte résiduelle (dès que $X > 5$). Cette analyse directe montre également que la mesure que l'on effectue après décharge serait donc une mesure correcte. Briscoe *et al.* [13] considèrent que le phénomène décrit par Stilwell et Tabor [66] en indentation apparaît également lors de la rayure des polymères. La largeur de rayure que l'on mesure après le passage de l'indenteur (b) serait donc identique à la largeur sous l'indenteur (b_c).

Jardret *et al.* [44] estiment que le retour élastique du matériau après le passage de l'indenteur se décompose en deux parties (figure 2.7) : une déformation élastique à l'intérieur du sillon, h_i , et une déformation élastique responsable du déplacement virtuel vertical de l'indenteur, h_s . Si on calcule la dureté rayure à partir de la mesure de la largeur de rayure, on surestimerait alors la dureté (la largeur mesurée est plus faible que la largeur sous charge). Les auteurs proposent donc un mode de calcul de la profondeur réelle en fonction du rapport $\frac{E}{H}$, où H est la dureté normale du matériau.

Dans l'équation 2.5, Felder estime qu'en rayure le niveau de déformation moyen est cinq fois plus important qu'en indentation. La déformation plastique en rayure serait donc accentuée et le retour élastique atténué. De plus, les simulations numériques d'Angélélis [61] et les essais de Stilwell et Tabor [66] en indentation nous indiquent que la mesure du diamètre de l'empreinte donne une mesure correcte du diamètre sous charge. Il nous semble donc que pour l'essai de rayure, ce phénomène soit encore plus marqué.

Lors de la rayure de métaux et de polymères par une pyramide Berkovich, Jardret *et al.* [44] ont mesuré la hauteur des bourrelets résiduels latéraux (h_b) et frontaux (h_{bf}). Il s'avère que le rapport de ces deux valeurs ($\frac{h_b}{h_{bf}}$) varie de 2,8 pour un acier à 0,28 pour un élastomère. La troisième hypothèse concernant le calcul de la dureté rayure devra donc être vérifiée pour

chaque matériau rayé.

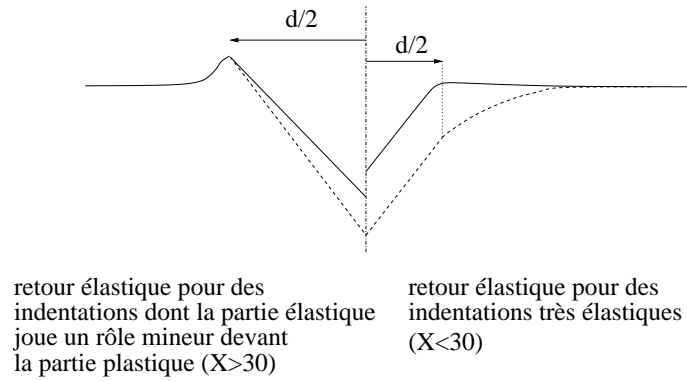


FIG. 2.6 – Schématisation du retour élastique lors de l'indentation de matériaux élastoplastiques. Les pointillés représentent l'état de la matière sous charge. Visualisation of elastic springback during indentation on elastic-plastic materials. Dashed lines represent the state of the material under load.

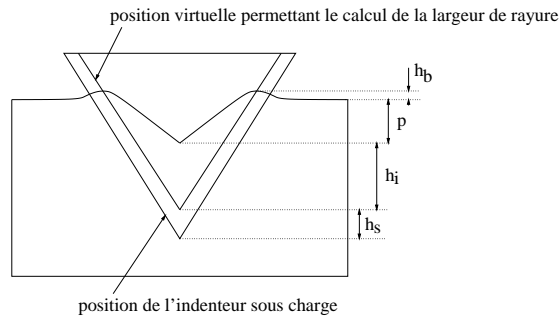


FIG. 2.7 – Retour élastique lors de la rayure des polymères selon Jardret *et al.* [44]. Elastic springback during scratch test on polymers according to Jardret *et al.* [44].

Calcul du frottement apparent - modèles analytiques

Le frottement apparent, μ_0 , lors de l'essai de rayure est défini comme le rapport de la force tangentielle, F_t , sur la force normale, W . La force tangentielle est, elle, décomposée classiquement en une force adhésive, induite par le frottement local et une force de labourage, induite par la déformation du matériau.

$$F_t = F_a + F_p$$

$$\mu_0 = \frac{F_t}{W} = \frac{F_a}{W} + \frac{F_p}{W}$$

Contact matériau-indenteur lubrifié

Dans le cas où le contact est lubrifié, la composante adhésive est négligeable devant la composante de labourage. On peut exprimer les forces en fonction des pressions de contact (voir figure 2.4) :

$$F_p = H_p \cdot A_p$$

$$W = H_s \cdot A_s$$

Donc

$$\mu_0 = \frac{A_p H_p}{A_s H_s} \quad (2.10)$$

Si on considère que $H_p = H_s$ (contrainte normale de contact supposée uniforme), on obtient :

$$\mu_0 = \frac{2}{\pi} \cot \theta \quad : \text{cône de révolution, Bowden et Tabor [10]} \quad (2.11)$$

$$\mu_0 = \tan \beta \quad : \text{pyramide arête en avant ou dièdre, Williams [76]} \quad (2.12)$$

Ces résultats ne tiennent pas compte de la nature des matériaux en contact. Brookes *et al.* [18] ont utilisé l'équation 2.10 proposée par Goddard et Wilman [37] pour calculer le rapport $\frac{H_p}{H_s}$ à partir des mesures des forces pour des essais de rayure sur des métaux avec différents cônes. Ce rapport est proche de l'unité pour des angles de cône faibles et augmente à partir d'un angle de 75 °, pour atteindre un maximum de 2.

Prise en compte de la composante adhésive

Goddard et Wilman [37] proposent un modèle qui fait intervenir la composante d'adhésion. L'hypothèse principale est que la cission de frottement au contact matière-indenteur est parallèle à la surface initiale de l'échantillon. Les calculs ont été faits pour des indenteurs sphériques, pyramidaux et coniques de révolution. Laval [50] a simplifié ce modèle en supposant que les contraintes de contact sont uniformes sur toute la surface. Il a effectué le calcul du frottement apparent pour un cône de révolution avec une pointe sphérique. Ce modèle permet, à partir des mesures des forces tangentielles et normales au cours de l'essai de rayure, d'estimer le coefficient de frottement local de Coulomb, μ , entre l'indenteur et le matériau.

Briscoe *et al.* [12] ont développé un calcul qui suppose que la surface de contact se décompose en une partie collante (frottement de Tresca) et une partie glissante (frottement de Coulomb), la cission de contact n'a pas de direction privilégiée. La formule fait intervenir deux paramètres géométriques. D'autres auteurs, grâce à des méthodes numériques que nous allons décrire à la section 2.1.3, ont calculé le frottement apparent en fonction de l'angle d'attaque β et du frottement de Tresca \bar{m} entre l'indenteur et le matériau.

Les modèles décrits précédemment ont été développés dans le cas du labourage. Lorsqu'il y a usinage, la matière se divise en deux flux. Une partie plonge sous l'indenteur et/ou le contourne, comme dans le cas du labourage, l'autre partie est évacuée vers le haut de l'indenteur sous forme de copeau. Le sens des cissions à l'interface va donc dépendre du mode d'écoulement que subit le matériau. Nous allons comparer les évolutions avec le frottement local du frottement apparent, en fonction du mode d'écoulement, en supposant les contraintes constantes sur la surface de contact. Pour le labourage, la cission τ exercée par le matériau sur l'indenteur en un point M est dirigée vers le bas (figure 2.8 a). Pour l'usinage, nous avons volontairement fait l'hypothèse que toute la matière est évacuée par le copeau ; la cission exercée sur l'indenteur est donc vers le haut (figure 2.8 b). Les expressions du frottement apparent sont indiquées dans les équations 2.13 et 2.14. On remarque que lorsque l'on lubrifie le contact (τ diminue), le frottement apparent diminue dans le cas du labourage et augmente dans le cas de l'usinage. Ce changement d'évolution est simplement dû au sens de la cission de frottement qui s'inverse lorsque l'on passe du mode de labourage à

l'usinage. Dans le cas du labourage (respectivement usinage), une modélisation sans frottement ($\bar{m} = 0$) donnera une borne inférieure (respectivement supérieure) du frottement apparent. Ce modèle simplifié nous permettra de mieux comprendre les résultats expérimentaux et numériques de la section 2.1.5. La matière peut également remonter le long de l'indenteur uniquement pour former les bourrelets frontal et latéraux, sans former de copeau.

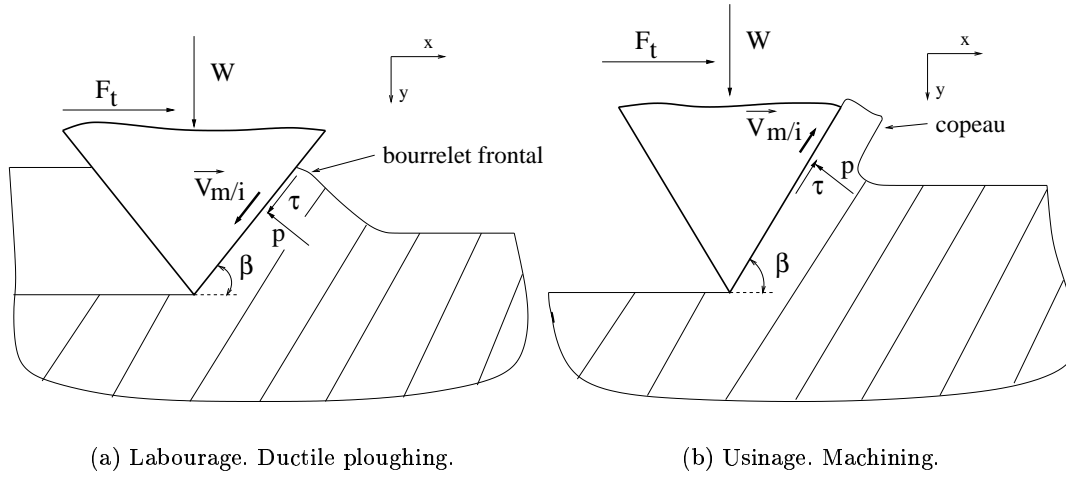


FIG. 2.8 – Représentation des contraintes de contact lors de la rayure. Visualisation of contact stresses during a scratch test.

Labourage :

$$\mu_0 = \frac{2}{\pi} \frac{1 + \frac{\tau}{p} \tan \theta}{\tan \theta - \frac{\tau}{p}} \quad (2.13)$$

Usinage :

$$\mu_0 = \frac{2}{\pi} \frac{1 - \frac{\tau}{p} \tan \theta}{\tan \theta + \frac{\tau}{p}} \quad (2.14)$$

Bilan de matière

Comme nous le verrons à la section 2.1.4, des copeaux de matière se forment dans certaines conditions. Cela est particulièrement fréquent lorsque l'angle d'attaque est important. Une coupe du sillon permet d'évaluer la proportion de matière évacuée par usinage. Hokkirigawa *et al.* [43] définissent le taux d'usure ou de perte de matière Γ (figure 2.9 a) :

$$\Gamma = 1 - \frac{A_2}{A_1} \quad (2.15)$$

Hokkirigawa *et al.* [43] ont calculé le taux d'usure pour différentes nuances d'acier à roulement à bille, lors de la rayure par une sphère, en faisant varier la pénétration de l'indenteur (figure 2.9 b). Lorsque la pénétration de la sphère augmente, l'angle d'attaque et la déformation augmentent également, on passe alors d'un mode de labourage à un mode d'usinage (Γ tend vers 1).

Résistance à l'usure abrasive

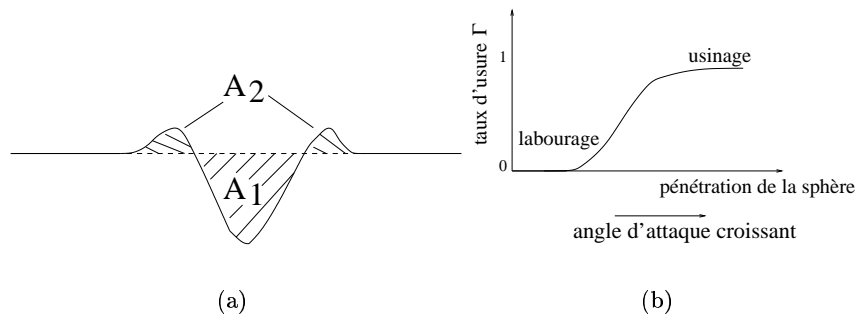


FIG. 2.9 – (a) : Coupe du sillon laissé par un indenteur lors de la rayure. (b) : Taux d'usure en fonction de la pénétration d'une sphère, Hokkirigawa *et al.* [43]. (a) : Schematic profile of the groove produced by an indenter during a scratch test. (b) : Wear rate as a function of penetration.

L'essai de rayure est également un outil très utilisé pour quantifier l'efficacité d'une couche protégeant un substrat. Le principe consiste à déplacer un indenteur à force normale croissante et à mesurer la force critique (W_c) à partir de laquelle des endommagements apparaissent (fissures, rupture du film ...). Ces essais sont pratiqués en faisant varier un paramètre physique du film et en comparant les différentes valeurs de charge critique (Tsui *et al.* [74] et Park et Kwon [59]).

2.1.3 Modélisation numérique de l'essai de rayure

Dans cette partie, nous présentons des méthodes numériques utilisées pour modéliser la rayure de matériaux rigides plastiques. Les hypothèses principales concernant la rhéologie et la géométrie initiale sont exposées ainsi que les différentes informations ou limitations de ces méthodes.

Méthode du champ des lignes de glissement

Cette méthode permet de déterminer le champ des contraintes d'un problème en déformation plane. En un point de la matière, dans le repère (x,y), le tenseur des contraintes de plasticité σ est de la forme :

$$\sigma = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & 0 \\ \sigma_{xy} & \sigma_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{\sigma_{xx} + \sigma_{yy}}{2} \end{pmatrix}$$

Dans la représentation de Mohr, à partir des points $M_1(\sigma_{xx}, \sigma_{xy})$ et $M_2(\sigma_{yy}, -\sigma_{xy})$, on trace le cercle de Mohr. On en déduit les contraintes principales, σ_I et σ_{II} , la pression hydrostatique, p et la cission maximale, k (figure 2.10). On définit ainsi les directions principales et les directions α et β , directions où la cission est maximale. Les lignes de glissement sont des lignes où la cission est maximale. Ces lignes sont donc tangentes aux directions α et β et sont orthogonales deux à deux. La pression hydrostatique est calculée d'après les équations de Hencky :

$$\left. \begin{aligned} p + 2k\theta &= cte \text{ le long des lignes } \alpha \\ p - 2k\theta &= cte \text{ le long des lignes } \beta \end{aligned} \right\} \quad (2.16)$$

Cette méthode a été décrite plus précisément par Felder [33]. Challen et Oxley [25] ont utilisé cette méthode pour modéliser trois régimes de frottement et d'usure entre deux apérités, une très dure (indenteur) et une autre plus molle (matériau). Deux régimes sont stationnaires : le modèle de la vague (figure 2.11 a) et le modèle de l'usinage avec arrachement de matière (figure 2.11 c). Le troisième régime est celui de l'usure abrasive (figure 2.11 b) qui est un état non stationnaire.

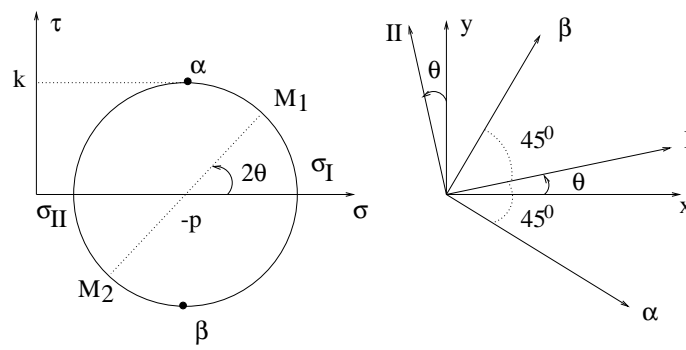
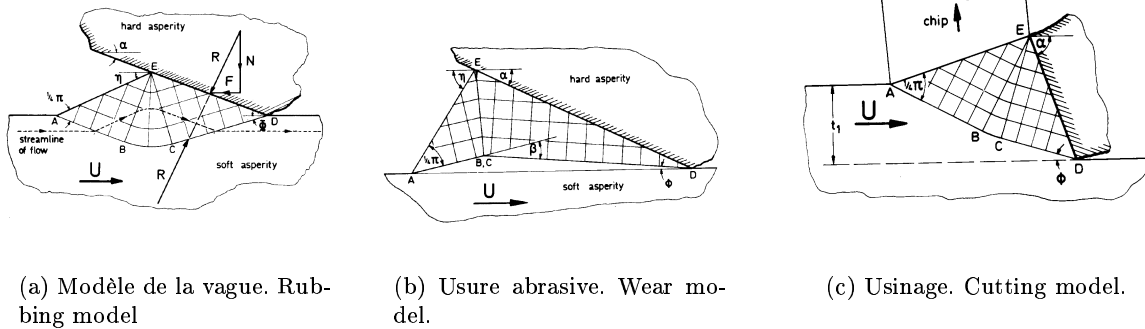


FIG. 2.10 – Représentation de Mohr. Mohr diagram.

Les équations 2.16 permettent de calculer les forces normales et tangentielles (W et F_t) et le rapport des deux forces en faisant varier l'angle d'attaque et le frottement local entre l'indenteur et le matériau.



(a) Modèle de la vague. Rubbing model

(b) Usure abrasive. Wear model.

(c) Usinage. Cutting model.

FIG. 2.11 – Modèles utilisés par Challen et Oxley [25] pour décrire les différents régimes de frottement et d'usure entre deux aspérités. Models used by Challen et Oxley [25] to describe the different kinds of friction and wear between two asperities.

Cette méthode ne permet pas de prendre en compte l'écroutissage du matériau, de plus une limite importante des modèles de Challen et Oxley [25], par rapport à l'essai de rayure, est le fait que l'on ne prend pas en compte la formation des bourrelets latéraux lors du passage de l'indenteur dans le matériau. Torrance [73] a développé un modèle en trois dimensions qui permet donc de tenir compte de la formation de bourrelets latéraux lors de la rayure par un indenteur de type Vickers (figure 2.12). Torrance décompose le bourrelet en deux zones et suppose que les déformations selon des plans parallèles à EFG et IHJ sont des déformations planes. On peut ainsi calculer les forces agissant sur les deux plans en contact avec la pyramide : DBC et DBA et en déduire les efforts tangentiels et normaux mis en jeux lors de la rayure.

Théorème de la borne supérieure

Cette méthode est issue du principe du travail maximal. Le matériau doit donc vérifier la règle de normalité, ce qui exclut l'adoucissement du matériau, mais autorise, sous certaines conditions, un écroutissage. Le théorème de la borne supérieure est traditionnellement énoncé avec le frottement de Tresca. Pour tout champ de vitesse v , incompressible et cinématiquement

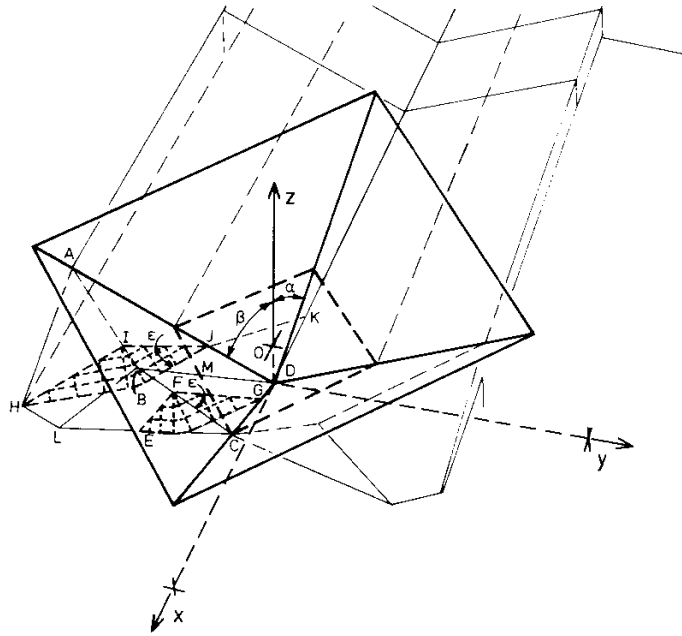


FIG. 2.12 – Modèle trois dimensions de Torrance [73] utilisant la méthode du champ des lignes de glissement pour la rayure par une pyramide Vickers. Three dimensional model of Torrance [73] using a slip-line field method for a scratch test using a Vickers indenter.

admissible, la puissance dissipée nette a pour expression :

$$\dot{W}^* = \int_{\Omega} \sigma_0 \dot{\epsilon}^* d\Omega + \int_{S_0} \bar{m} k \Delta v^* dS + \int_{S_d} k \Delta v^* dS - \int_S \mathbf{T}^d \cdot \mathbf{v}^* dS \quad (2.17)$$

- Ω volume total occupé par le matériau
- S_0 surface de contact entre le matériau et l'outil
- S_d surface de discontinuité interne de vitesse
- S surface où les efforts extérieurs sont donnés

La puissance des forces extérieures associées aux vitesses imposées a pour expression :

$$\dot{W}_e = \int_{S_0+S} \mathbf{T} \cdot \mathbf{v}^d dS \quad (2.18)$$

Le théorème de la borne supérieure s'écrit donc pour tout champ de vitesse v , incompressible et cinématiquement admissible :

$$\dot{W}_e \leq \dot{W}^* \quad (2.19)$$

Une analyse plus détaillée de ce théorème ainsi que des exemples simples sont précisés par Felder [33]. L'atout majeur de ce théorème par rapport à la méthode du champ des lignes de glissement est que l'on peut résoudre des problèmes en trois dimensions et que l'on peut prendre en compte l'écroutissage ou l'adoucissement du matériau. La résolution des problèmes se fait en minimisant la puissance dissipée. D'un point de vue mathématique, la minimisation de la puissance ne peut se faire que sur un volume fixe. Or, dans certains cas comme dans les problèmes stationnaires à surface libre, les paramètres utiles pour la minimisation sont des paramètres qui définissent le volume de matière Ω , il est donc impossible rigoureusement d'utiliser le théorème de la borne supérieure. On utilise alors une méthode approchée où l'on contourne la rigueur mathématique pour minimiser l'énergie en dérivant tout de même par

rapport à des paramètres liés à la géométrie du volume de matière Ω . Cette approche induit un écart dans le résultat par rapport aux calculs effectués par la méthode du champ des lignes de glissements, mais reste très utile pour voir l'influence de la thermique et de la rhéologie dans des procédés de mise en forme.

Kailas et Biswas [46] ont utilisé cette méthode pour minimiser la puissance dissipée en déformations planes d'un dièdre avec le modèle de la vague. Childs [27] (figure 2.13) et De Vathaire *et al.* [30] ont modélisé le labourage d'une pyramide dans un matériau rigide parfaitement plastique. Le matériau est décomposé en blocs rigides ce qui induit des discontinuités de vitesse tangentielle à l'interface. Ces auteurs n'ont pas pris en compte la formation du bourrelet frontal. Avec une géométrie équivalente, Kirpatrick *et al.* ont intégré dans leurs calculs une loi d'écoulement du type $\sigma_0 = \sigma_1(\varepsilon_0 + \bar{\varepsilon})^n$, ce qui permet de modéliser plus finement un métal tel que le cuivre. Le bourrelet frontal a été intégré dans les calculs par Gilormini et Felder [36], cela fait intervenir des paramètres supplémentaires ce qui rend les calculs analytiques plus laborieux. Les grandeurs calculées sont des grandeurs adimensionnelles comme le frottement apparent, μ_0 , en faisant varier l'angle d'attaque de l'indenteur et le frottement au contact de l'outil.

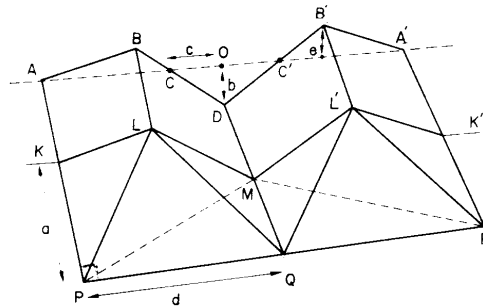


FIG. 2.13 – Modèle utilisé pour le calcul de la puissance dissipée par la méthode de la borne supérieure (Childs [27]). Le bourrelet frontal n'est pas intégré au modèle. Model used in the least energy calculation by the upper bound method. Frontal ridge is not taken into account in this model.

Simulation numérique par la méthode des éléments finis

La méthode des éléments finis assistée de la résolution numérique présente un grand intérêt par rapport aux méthodes décrites précédemment, on peut résoudre des problèmes avec des géométries et des rhéologies plus complexes. Dans le cas des grandes déformations, comme c'est le cas pour la rayure, les éléments de la discrétisation spatiale sont très déformés. Afin d'éviter que les éléments ne dégèrent, cela nécessite de remailler le volume en cours de simulation. Très peu de logiciels de simulation numérique par éléments finis disposent à notre connaissance du remaillage automatique. Tangena *et al.* [71] et Kral et Komvopoulos [48] ont modélisé par la méthode des éléments finis le glissement d'une sphère sur des substrats revêtus de couches minces, les pénétrations de la sphère sont faibles par rapport à son rayon et induisent des niveaux de déformations de l'ordre de $\bar{\varepsilon}_s = 0,004$, selon l'équation 2.2. Ces simulations ne modélisent pas la formation de bourrelet qui est un mode de déformation rencontré très fréquemment en rayure.

2.1.4 Les endommagements observés lors de l'essai de rayure

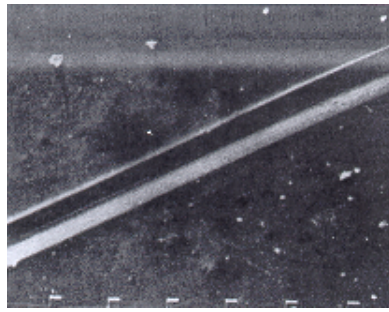
Lors de l'essai de rayure, on peut faire varier beaucoup de paramètres : géométrie de l'indenteur, force normale de rayage, vitesse de rayage, température, lubrification, ... Ces

paramètres ont un rôle déterminant sur la formation de la rayure, une variation de l'un d'eux peut faire passer d'un mode de labourage ductile à un mode de fissuration. Nous avons recensé six modes d'endommagements lors de la rayure d'un matériau :

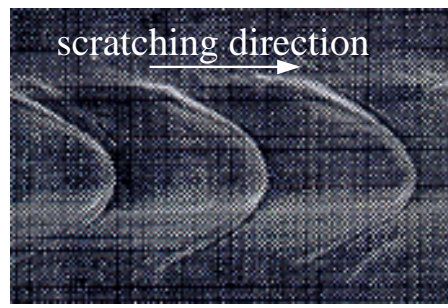
- le repassage. La surface du matériau est modifiée par le passage de l'indenteur, mais il n'y a pas de bourrelet sur les côtés du sillon. Le matériau se déforme principalement de façon élastique avec peu ou pas de déformation plastique. Ce type de déformation apparaît surtout pour des matériaux viscoélastiques et pour des niveaux de déformation imposés par l'indenteur très faibles (Briscoe *et al.* [13]) ;
- le labourage ductile (figure 2.14(a)). L'indenteur laisse un sillon net dans le matériau avec la formation de deux bourrelets latéraux. La matière s'écoule plastiquement autour de l'indenteur avec un coefficient $\Gamma = 0$. On observe ce labourage surtout pour les métaux et pour les polymères lorsque le niveau de déformation reste assez faible ;
- la fissuration frontale (figure 2.14(b)). Des bandes de déformation, convexes par rapport au sens de rayage, apparaissent dans le sillon laissé par l'indenteur. On observe également ce type de défaut lors de la rayure d'un PET (figure 2.3(a)) ou de matériaux caoutchoutiques (Schallamach [63]). Pour Ni et Le Faou [57], ces défauts, localisés en surface, sont dus aux contraintes de von Mises, convexes par rapport au sens de rayage, dont le maximum est situé en surface, cela dans le cas de la rayure par une sphère d'un matériau élastique et en présence de frottement. La présence d'un lubrifiant a pour effet de diminuer le frottement local au contact de l'indenteur et de faire disparaître ce type de défaut (figure 2.3(b)). Pour un matériau très viscoélastique, comme le polyéthylène à très haute masse moléculaire (UHMWPE, figure 2.14(b)), la matière s'accumule devant l'indenteur en raison des contraintes de compression, jusqu'à ce qu'elle atteigne sa limite d'élasticité et passe sous l'indenteur. Pour des matériaux amorphes, comme le PMMA, des fissures peuvent alors apparaître ;
- la fissuration arrière (figure 2.14(c)). Les bandes de déformations sont, à l'opposé du cas précédent, concaves par rapport au sens de rayage, elles sont localisées dans le fond du sillon. Les matériaux présentant ce type d'endommagements ont un comportement fragile, Ni et Le Faou [57] ont également observé ces fissures sur du verre et de l'acétate. Les forces de traction en aval de l'indenteur sont responsables de ces endommagements ;
- la rupture fragile (figure 2.14(d)). La figure 2.14(d) montre la formation de fissures sur les bords du sillon. Ces fissures accompagnent généralement le mode de labourage ductile ou le mode de déformation que nous allons voir ensuite, l'usinage ;
- l'usinage (figure 2.14(e)). Lorsque les conditions de rayage deviennent très sévères (niveau de déformation très important) une partie de la matière est évacuée. On peut rencontrer un usinage ductile où l'on verra apparaître des copeaux (sur métaux, Brookes *et al.* [18] et Hokkirigawa *et al.* [43]) ou bien un arrachement de matière fragile : l'écaillage. Ce mode d'endommagement est pratiquement toujours accompagné de fissures sur les bords ou dans le fond du sillon, comme on peut le remarquer sur la figure 2.14(e).

2.1.5 Matériaux à forte composante plastique

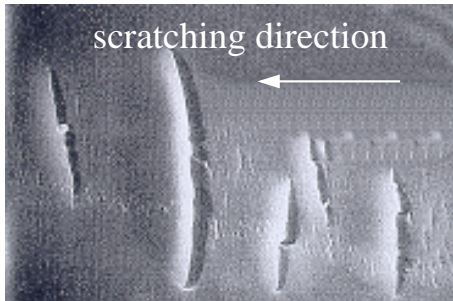
Nous avons choisi, tout d'abord, de présenter les résultats de rayure sur métaux. Pour ces matériaux, l'analyse est plus simple que celle sur polymères où apparaissent, en particulier, des



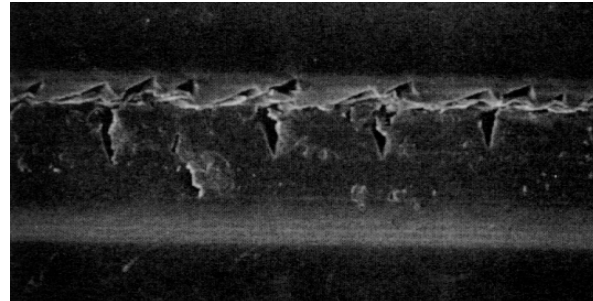
(a) Labourage ductile. Ductile ploughing.



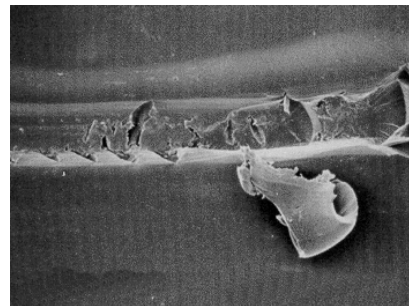
(b) Fissuration frontale. Crack initiation in front of the indenter (buckling).



(c) Fissuration arrière dans le fond du sillon. Crack initiation behind the indenter at the bottom of the groove.



(d) Rupture fragile sur les côtés du sillon. Brittle failure on the sides of the groove.



(e) Usinage. Machining.

FIG. 2.14 – Endommagements observés lors de l'essai de rayure. Damage observed during scratch test. (a) : Rayure sur du PMMA avec un cône d'angle 105° ; force normale, 1 N ; Briscoe *et al.* [13]. (b) : Rayure sur un UHMWPE avec un cône d'angle 90° ; force normale, 2 N ; vitesse de rayage, $0,2 \text{ mms}^{-1}$; $T=20^\circ \text{ C}$; Briscoe *et al.* [14]. (c) : Rayure sur une gélatine avec une sphère de rayon $75 \mu\text{m}$; environnement à 5 % d'humidité ; vitesse de rayage, $2,7 \text{ cms}^{-1}$; $T=21^\circ \text{ C}$; Ni et Le Faou [57]. (d) : Rayure sur un polycarbonate avec un cône d'angle 45° ; force normale, 1,2 N ; vitesse de rayage, $2,6 \text{ mms}^{-1}$; $T=21^\circ \text{ C}$; Briscoe *et al.* [16] . (e) : Rayure sur un polycarbonate avec un cône d'angle 45° ; force normale, 1,5 N ; vitesse de rayage, $0,0026 \text{ mms}^{-1}$; $T=30^\circ \text{ C}$; Briscoe *et al.* [16].

phénomènes importants d'élasticité.

Frottement apparent

Résultats numériques. Influence du frottement local de Tresca (\bar{m}) et de la géométrie de l'indenteur

Les résultats des modélisations par la méthode approchée de la borne supérieure montrent que le coefficient de frottement de Tresca a peu d'influence sur le frottement apparent (figure 2.15). D'après des calculs numériques, Kirpatrick *et al.* [47] observent les mêmes conséquences ce qui signifie qu'une grande partie de l'énergie est utilisée pour déformer plastiquement le matériau, seulement une petite partie est associée aux frottements locaux à l'interface. Lorsque le demi-angle de la pyramide augmente, le frottement apparent diminue fortement. Pour une valeur de $\bar{m} = 0$, on retrouve le frottement apparent pour une pyramide qui est : $\tan \beta$. Kirpatrick *et al.* [47] ont de plus montré que le fait d'introduire un écrouissage augmente le frottement apparent. L'écrouissage durcit le matériau ; pour une force normale donnée, il faudra donc fournir un effort tangentiel plus important, d'où l'augmentation de μ_0 .

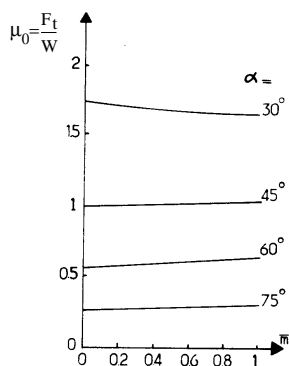


FIG. 2.15 – Effets de l'angle de l'indenteur et du frottement sur le frottement apparent, De Vathaire *et al.* [30]. Modélisation avec la méthode de la borne supérieure de la rayure d'un corps rigide parfaitement plastique par une pyramide. Effects of indenter angle and friction on apparent friction coefficient. Modelling with the upper bound method of scratch of a rigid and perfectly plastic body by a pyramid.

Sur les graphiques de la figure 2.16, on observe l'évolution du frottement apparent en fonction du frottement local de Tresca (\bar{m}) et de la géométrie de l'indenteur, ceci pour un modèle de labourage classique (modèle de la vague) et un modèle d'usinage. Sur la figure 2.16(a), la modélisation a été faite en trois dimensions (figure 2.12), en abscisse est représenté l'angle entre l'axe et une arête de la pyramide. Sur la figure 2.16(b), les modèles utilisés sont ceux de la figure 2.11, l'angle d'attaque est le complémentaire à $\frac{\pi}{2}$ de l'angle de la figure 2.16(a). Nous ne discuterons pas du modèle de l'usure abrasive qui est un mode de déformation non stationnaire, donc très éloigné de la rayure.

Les auteurs observent les mêmes comportements :

- le frottement apparent augmente lorsque l'angle d'attaque (l'angle de la pyramide) augmente (diminue). Cette évolution est la même que celle observée par les modélisations avec le théorème de la borne supérieure ;

- pour le modèle de labourage, l'augmentation du frottement local (\bar{m}) a pour effet d'augmenter le frottement apparent, les forces de frottement sont plus importantes, la force de labourage (F_t) augmente donc également.
- dans le cas de l'usinage, le phénomène inverse se produit ;
- pour un frottement nul ($\bar{m} = 0$), on retrouve la relation $\mu_0 = \tan \beta$.

Les évolutions du rapport des forces tangentielle et normale en fonction du coefficient de frottement (\bar{m}) sont expliquées par l'inversion du sens de la cisssion de contact lorsque l'on passe du labourage à l'usinage (subsection 2.1.2).

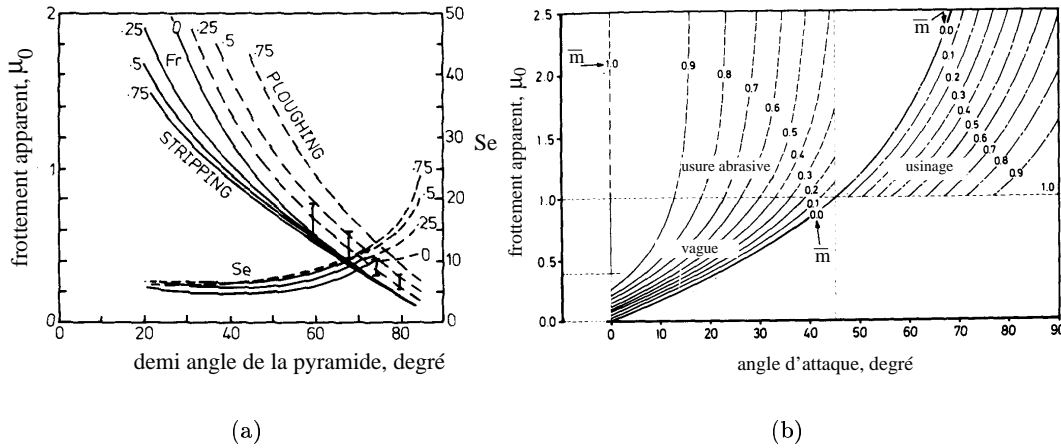


FIG. 2.16 – Variations du frottement apparent avec le frottement local \bar{m} et la géométrie de l'indenteur. (a) : Modélisation 3D avec une pyramide avec la méthode du champ des lignes de glissement, Torrance [73]. S_e représente l'énergie nécessaire pour former une unité de volume de sillon, nous ne nous en préoccupons pas dans cet article. (b) : Modélisation en deux dimensions avec un dièdre avec la méthode du champ des lignes de glissement, Challen et Oxley [25]. Evolutions of the apparent friction coefficient with the local friction coefficient and the indenter geometry. (a) : Three dimensional model using a slip-line field method with a Vickers indenter. (b) : Two dimensional model with a wedge using a slip-line field method.

Comparaison avec des essais

Black *et al.* [8] ont affectué des essais sur de l'aluminium. On déplace un dièdre selon une direction normale à un de ses bords de telle sorte que l'on soit approximativement en déformations planes. Ces essais concernent plusieurs angles d'attaque, trois conditions de lubrification et deux conditions de préparation du matériau. Au cours de l'essai, les auteurs ont calculé le frottement apparent. Les résultats sont présentés sur la figure 2.17.

A partir d'une certaine valeur de l'angle d'attaque, des copeaux se forment ; cette valeur de transition est appelée β_c . Si l'on considère les points relatifs à l'aluminium brut, pour des angles d'attaque faibles, le frottement apparent est plus important dans les conditions non lubrifiées. Par contre, lorsque les angles sont plus importants (apparition du mode d'usinage) le phénomène inverse se produit. Ces observations sont en parfait accord avec la théorie. La superposition des courbes théoriques et des valeurs expérimentales de la figure 2.17 permet d'observer le passage du modèle de la vague au mode d'usinage et d'en déduire une valeur de β_c théorique. Celle-ci est comparée avec celle obtenue par observation directe. Les auteurs obtiennent une bonne adéquation entre les deux valeurs.

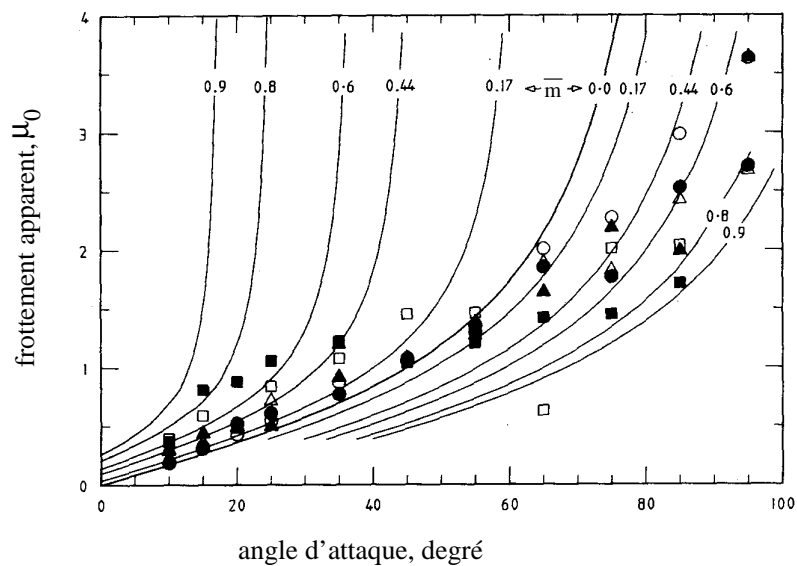


FIG. 2.17 – Résultats expérimentaux et théoriques pour μ_0 . Les courbes sont obtenues grâce à la méthode du champ des lignes de glissement. Les symboles $\circ \triangle$ représentent les points expérimentaux obtenus avec deux lubrifiants différents, les symboles \square correspondent aux conditions à sec. Les symboles clairs sont pour l'aluminium brut, les symboles noirs sont pour l'aluminium écroui, Black *et al.* [8]. Experimental and theoretical results for μ_0 . Graphs are obtained with the slip-line field method. The $\circ \triangle$ symbols represent experimental points with two different lubricants, the \square symbols represent dry conditions. Open symbols are for aluminium in the as-received condition, solid symbols are for work-hardened aluminium.

Torrance [73], en comparant ses simulations 3D avec des résultats expérimentaux sur des métaux, trouve également une bonne concordance entre les résultats. Il dresse une carte qui permet de prévoir le type de mode de déformation que l'on va obtenir en fonction de l'inclinaison de l'indenteur et du frottement de Tresca.

Les comparaisons entre les modélisations par la méthode approchée du théorème de la borne supérieure et des résultats expérimentaux montrent que l'on a une bonne concordance en ce qui concerne les forces tangentielles ou normales. Par contre, l'écart entre la théorie et l'expérience, pour des paramètres géométriques, est assez marqué (Childs [27] et Gilormini et Felder [36]). Lorsque l'on prend en compte l'érouissage du matériau, Kirkpatrick *et al.* [47] obtiennent des résultats plus proches de l'expérience pour les forces, mais beaucoup plus éloignés pour le calcul de la hauteur du bourrelet. Azarkhin et Richmond [4] ont adapté le modèle proposé par De Vathaire *et al.* [30] et utilisé une décomposition du matériau en blocs mobiles. Cette décomposition permet de trouver un état stationnaire de la surface libre. Les auteurs ont constaté que, d'un point de vue principalement géométrique, les écarts, par rapport aux résultats de De Vathaire *et al.* [30], sont importants.

Endommagements et dureté rayure

Lors de la rayure des métaux, on retrouve principalement les modes d'endommagements de labourage et de formation de copeau. Hokkirigawa *et al.* [43] présentent un mode d'endommagement intermédiaire où l'on observe un bourrelet frontal très marqué et un sillon résiduel dans lequel les bourrelets latéraux ont des dimensions très variables selon la direction de rayage. Les auteurs présentent un diagramme d'endommagement où, pour un acier à roulement à bille, on peut prévoir le mode d'endommagement en fonction de l'angle d'attaque de l'indenteur et de sa dureté Vickers. Ces différentes duretés sont obtenues par des traitements de revenu effectués à différentes températures.

Dans le domaine du labourage la dureté rayure est simple à calculer et est sujette à peu d'incertitudes : en effet compte tenu de la faible part de l'élasticité, la largeur de rayure après passage de l'indenteur est identique à celle sous charge. Ce calcul devient très incertain lorsque des copeaux apparaissent, dans ce domaine de déformation l'analyse de la dureté n'est généralement pas effectuée. Nous avons remarqué que peu d'auteurs se sont penchés sur l'analyse de la dureté rayure des métaux. Les modélisations de De Vathaire *et al.* [30] aboutissent à des duretés bien supérieures à celles mesurées expérimentalement par Brookes *et al.* [18], ces écarts étant dus d'après eux à la non prise en compte du bourrelet frontal dans leur modèle numérique.

Dans ce paragraphe nous donnons une interprétation de l'évolution de la dureté rayure en fonction de θ observée par Brookes *et al.* [18] sur deux cuivres, dans le domaine du labourage ($\theta > 60^\circ$). La figure 2.18 montre que pour le cuivre écroui la dureté diminue lorsque θ diminue. L'indentation ne modifie pas la contrainte d'écoulement de ce matériau, on retrouve donc une évolution de la dureté rayure qui est similaire à ce que l'on observe classiquement en indentation dans diverses modélisations de l'indentation de matériaux rigides parfaitement plastiques (Chitkara et Butt [28] et Hill [41]) : la dureté normale diminue lorsque θ diminue. Pour le même métal recuit, l'érouissage du cuivre se traduit par une augmentation de la dureté lorsque θ diminue puis on observe un maximum pour $\theta = 68^\circ$. Cette décroissance à partir de $\theta \leq 68^\circ$ peut être liée à la saturation de l'érouissage et au phénomène précisé précédemment.

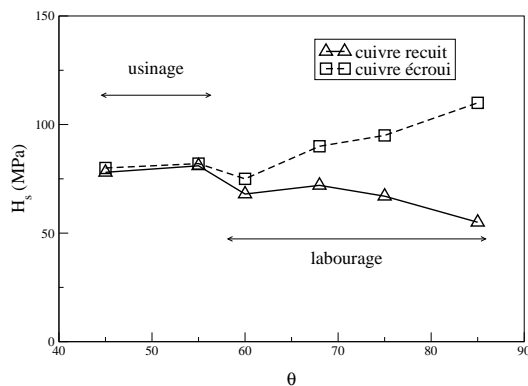


FIG. 2.18 – Dureté rayure du cuivre en fonction de θ , Brookes *et al.* [18]. Scratch hardness of copper as a function of θ .

Interprétation de la rayure sur matériaux plastiques

Les divers modèles et études expérimentales permettent de bien comprendre et prévoir l'évolution du frottement apparent pour des matériaux à forte composante plastique comme les métaux. L'utilisation des modèles confrontés aux mesures de frottement apparent expérimentales peut donc permettre de calculer le frottement local (Coulomb ou Tresca). Par contre, nous avons trouvé peu de travaux relatifs à la dureté rayure.

2.1.6 Matériaux élastoplastiques

Frottement apparent

Plusieurs auteurs (Briscoe *et al.* [14], Stuart [67], Stuart *et al.* [68]) ont effectué des essais sur des polymères (figure 2.19) avec plusieurs angles de cône de révolution. Le frottement apparent augmente avec la déformation (définie par ces auteurs avec l'équation 2.3). Ces résultats sont comparés avec la valeur théorique du frottement apparent pour un cône de révolution parfaitement lubrifié (équation 2.11). Pour des valeurs de déformation faibles, dans le domaine du labourage ductile, l'accord est très bon. Les résultats expérimentaux, dans le cas du polycarbonate, sont supérieurs au modèle. Cela vient du fait que ce modèle ne prend pas en compte la composante adhésive. L'auteur explique cet écart par la création de fissures ce qui nécessiterait de fournir un travail supérieur. Cette explication semble en contradiction, pour le polycarbonate, avec les cartes de déformation proposées par Briscoe *et al.* [16] qui indiquent que, pour des angles inférieurs à 90° , on n'a pas atteint le domaine de formation de fissures (figure 2.23). Dès que l'on entre dans le domaine de l'usinage, les points expérimentaux se situent en dessous de la droite représentant le frottement apparent théorique.

Les observations de ces auteurs sur des polymères rejoignent donc bien les simulations numériques, les essais de Black *et al.* [8] et le calcul analytique de la section 2.1.2 : dès que l'on passe du mode de labourage à l'usinage, le frottement apparent passe sous la courbe de frottement apparent théorique du frottement nul ($\bar{m} = 0$). Il nous semble par contre, important de remarquer que pour des matériaux à forte composante élastique, un contact sur la partie arrière peut avoir lieu en cours de rayage. Briscoe *et al.* [14] ont estimé que ce retour est total, pour le calcul de la dureté rayure, mais n'en n'ont pas tenu compte pour l'interprétation du frottement apparent.

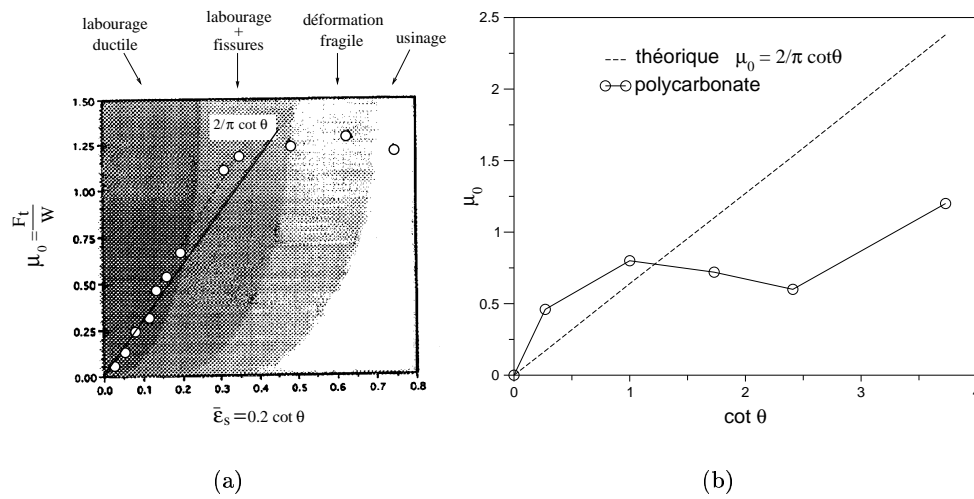


FIG. 2.19 – (a) : Influence de la déformation imposée par l’indenteur sur le frottement apparent. Les valeurs expérimentales sont obtenues pour du PMMA sous une force normale de 1 N et une vitesse de rayage de $0,004 \text{ mm.s}^{-1}$. La figure montre les divers modes de déformation observés durant la rayure et le modèle de frottement pour un cône (équation 2.11), Briscoe *et al.* [14]. (b) : Evolution du frottement apparent avec $\cot \theta$ pour un polycarbonate, Stuart [67]. (a) : Effects of strain imposed by the indenter on apparent friction coefficient. Experimental points were obtained at a constant velocity of $0,004 \text{ mm.s}^{-1}$ and under a constant applied load of 1 N. The picture shows the deformation modes observed during scratch and the friction predictive model for a cone. (b) : Dependence of apparent friction coefficient with $\cot \theta$ for a polycarbonate.

Dureté rayure

La mesure de la largeur du sillon est effectuée après le passage de l’indenteur ; la dureté est ensuite calculée à partir de l’une des méthodes proposées par les différents auteurs au paragraphe 2.1.2. Briscoe *et al.* [16, 15, 13, 14] sont des auteurs qui ont effectué beaucoup d’essais de rayure avec des cônes de révolution sur des polymères. Briscoe *et al.* [16] ont calculé la dureté rayure avec la formule 2.9 et $q=1$ pour un polycarbonate (PC) et un polyéthylène (PE). L’angle du cône (2θ) varie de 35° à 120° . L’évolution de la dureté pour deux vitesses de rayage est tracée sur la figure 2.20(b), pour le polycarbonate les essais ont également été effectués pour une température de 30°C .

Influence du niveau de déformation

Pour le PC et le PMMA on observe des évolutions très similaires : la dureté augmente, passe par un maximum et décroît pour des angles plus importants. Par contre, pour le PE, la dureté diminue continuellement avec l’augmentation de l’angle. L’observation des sillons au microscope électronique révèle que pour les cônes d’angles 35° et 45° (niveau de déformation important), il y a formation de fissures sur les bords du sillon (figure 2.14(d)), alors que pour le PE la déformation est entièrement ductile. Il semblerait que la différence de variation soit due à un changement du mode d’endommagement. Ce changement d’évolution de la dureté a été observé également par Brookes *et al.* [18] pour plusieurs métaux (figure 2.18).

Les écarts de dureté entre ces trois matériaux peuvent être comparés semi quantitativement aux courbes contrainte-déformation vraies obtenues en traction par G’Sell *et al.* [38] (figure

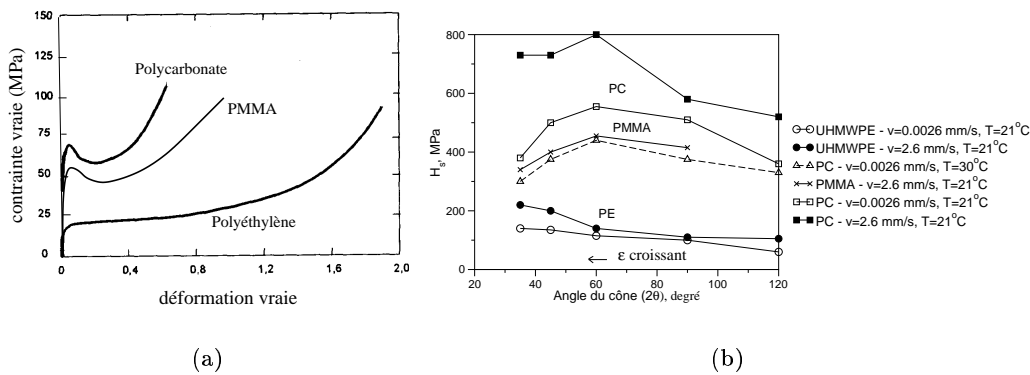


FIG. 2.20 – (a) : Courbes contrainte vraie - déformation vraie. Les courbes du PC et du PE sont obtenues à 25 ° C et à $\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$ avec la méthode vidéométrique, G'Sell [38]. La courbe du PMMA a été rajoutée d'après les résultats expérimentaux de plusieurs auteurs. (b) : Dureté rayure en fonction de l'angle du cône pour un polycarbonate, un polyéthylène et un PMMA. Briscoe *et al.* [16]. (a) : True stress as a function of true strain for several polymers. (b) : Scratch hardness as a function of cone angle for PC, PE and PMMA.

2.20(a)). Nous avons rajouté sur ce graphique l'évolution du PMMA. On remarque que pour arriver à un niveau de déformation, les contraintes sont plus importantes pour le PC puis pour le PMMA, et faibles pour le PE, le même ordre est présent pour la dureté. Entre la fin du domaine viscoélastique et des déformations de 1,2 pour le PE, l'évolution de la contrainte est assez lente ; on retrouve une augmentation faible pour la dureté. Les mêmes remarques s'appliquent pour les essais de Brookes *et al.* [18] sur du plomb. Le gradient de contrainte est plus marqué pour le PC et le PMMA ce qui se retrouve également pour la dureté. Pour ces deux matériaux, la rupture se produit pour des déformations plus faibles que pour le PE, c'est pour cette raison que l'on observe, dans les premiers cas des fissures et que pour le PE l'on soit toujours dans le domaine du labourage ductile. La comparaison entre ces deux évolutions ne peut rester, actuellement, que qualitative, puisque ces courbes ne sont pas obtenues dans des conditions strictement similaires (même nuance de matériau, vitesse de déformation, température, ...). De plus, l'essai de rayure combine plusieurs modes de sollicitations (traction, compression, cisaillement) alors que les courbes de G'Sell *et al.* sont obtenues en traction.

Influence de la vitesse de rayage

Lorsque la vitesse de rayage augmente, la dureté augmente d'une façon significative. Les polymères ayant un comportement sensible à la vitesse de déformation, il n'est pas surprenant de voir évoluer la dureté. Lorsque la vitesse de rayage augmente, le polymère se durcit et sa contrainte d'écoulement croît. En fait, d'après Briscoe *et al.* [16], le matériau réagit de deux manières différentes à une augmentation de la vitesse de déformation :

- comme nous venons de le signaler, la première conséquence est que le matériau offre une plus grande résistance à la déformation, du fait de son durcissement visqueux ;
- le frottement entre l'indenteur et le matériau et la déformation du matériau provoquent un échauffement. Lorsque la vitesse est grande, le matériau n'a pas le temps d'évacuer la chaleur par conduction, si bien que la chaleur s'accumule au voisinage de l'indenteur et le matériau se ramollit. L'adoucissement du matériau au contact de l'indenteur a pour effet

de diminuer la formation des fissures.

Des essais de Briscoe *et al.* [13] sur du PMMA à différentes vitesses de rayage montrent que l'évolution de la dureté rayure avec l'angle du cône dépend de la vitesse de rayage. Pour des vitesses faibles, les évolutions sont inverses de celles décrites précédemment.

Influence de la température et de la lubrification

Sur la figure 2.20(b), on remarque que la dureté du PC diminue lorsque la température augmente. L'élévation de température adoucit le matériau en volume. Pour un effort normal donné, l'indenteur s'enfonce plus dans le matériau et la dureté décroît. La contrainte d'écoulement d'un polymère variant très notablement autour de sa température de transition vitreuse, le comportement en rayure et la dureté seront donc très sensible dans de tels domaines de température.

On est souvent tenté de comparer le comportement d'un matériau en rayure et en indentation. Dans le cas de l'indentation, le lubrifiant, par diminution du frottement local, permet à l'indenteur de pénétrer plus profondément (Ramond-Angélélis [61] et figure 2.21). Par contre, l'effet inverse se produit en rayure. La lubrification réduit la pénétration de l'indenteur (jusqu'à un facteur deux, figure 2.21), ce qui va augmenter la dureté rayure.

Dans le cas du glissement d'une sphère sur des matériaux élastiques, avec une pression normale de Hertz, Hamilton et Goodman [40] montrent que l'augmentation du frottement augmente les contraintes de traction et compression respectivement à l'arrière et en avant de l'indenteur, les contraintes de compression étant plus importantes que celles de traction. Ces travaux traduisent l'influence nette du frottement sur l'apparition de fissures frontales : la lubrification lors du rayage d'un PET supprime totalement les fissures frontales (figure 2.3). Cette modélisation qui s'applique à des matériaux élastiques semble donc également pertinente pour expliquer et prévenir l'apparition de fissures frontales lors de rayage des polymères. Un des moyens de retarder l'apparition de fissures arrières est de lubrifier le contact pour réduire les contraintes de traction.

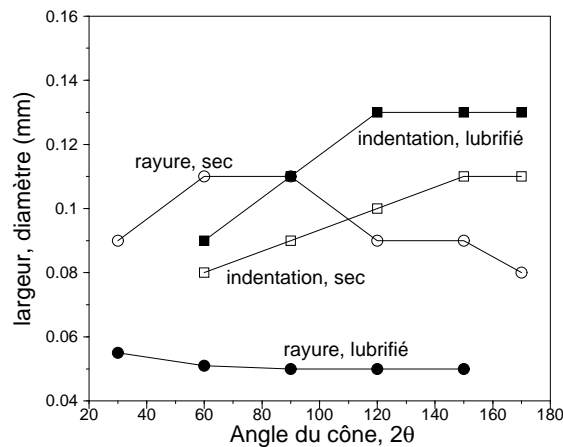


FIG. 2.21 – Largeur de rayure et diamètre d'indentation en fonction de l'angle de cône de l'indenteur pour un PMMA sous des conditions lubrifiées et sèches, Briscoe *et al.* [13]. Force normale 1 N, $v = 4,210^{-5}$ m/s. Scratch and indentation widths under unlubricated and lubricated loadings as a function of cone angle for a PMMA.

Carte de déformation

Afin de voir l'influence d'un ou plusieurs paramètres sur les défauts engendrés en rayure, il est intéressant de dresser une carte de déformation en deux dimensions où l'on place, en abscisse et en ordonnée, deux paramètres et on représente les diverses zones où se produisent les endommagements. Sur la figure 2.23 (Briscoe *et al.* [16]), on observe l'influence de l'angle du cône et de la force normale sur le mode de déformation. Il semble surprenant que la force normale appliquée au cours de l'essai soit un facteur très important du mode d'endommagement : dans le paragraphe 2.1.2, nous avons indiqué que, pour des indenteurs coniques, le niveau de déformation est indépendant de la pénétration. De plus, augmenter la pénétration (ou la force) a pour conséquence de diminuer la vitesse de déformation (équation 2.6). Pour des matériaux visqueux, la contrainte d'écoulement associée devient par conséquent plus faible, si bien que les endommagements devraient être moins sévères lorsque la force normale augmente. La figure 2.23 montre une évolution en totale contradiction avec ce point. Les auteurs ne donnent pas d'explications face à ce résultat, contraire aux deux principes de base de la mécanique de l'indentation que nous venons de rappeler. Nous pensons que cette dépendance face à la force normale peut s'expliquer de plusieurs façons :

- la géométrie de l'indenteur. Pratiquement, il est impossible de réaliser un cône parfait, il existe toujours une partie tronquée en bout d'indenteur qui peut être assimilée à une portion de sphère (figure 2.22(a)). Pour les essais conduisant aux cartes de la figure 2.23, les auteurs annoncent que le rayon des indenteurs est proche de $5 \mu m$. Dans le tableau de la figure 2.22, nous avons calculé le rayon et la pénétration de l'indenteur à la fin de la partie sphérique (a^* et h^*). Pour un cône d'angle 45° (2θ), et une force normale de 1,2 N, la largeur du sillon ($b=2a$) est proche de $50 \mu m$, avec la formule 2.20 on obtient : $\frac{h}{h^*} \sim 17$.

$$\frac{h}{h^*} = \frac{a}{R(1 - \sin \theta) \tan \theta} - \frac{1}{\sin \theta} \quad (2.20)$$

Lors de simulations numériques de l'indentation, Laval [50] estime que l'influence de la pointe sphérique devient négligeable lorsque ce rapport est supérieur à 4. A partir d'essais de nanoindentation sur un saphir, les valeurs de dureté et de module d'Young obtenues par Loubet *et al.* [51] deviennent indépendantes de la pénétration pour un rapport supérieur à 10. Dans les conditions du calcul que nous venons d'effectuer, on peut estimer raisonnablement que la pointe sphérique a peu d'influence sur le mode d'endommagement. Par contre, pour des forces normales plus faibles, le rapport $\frac{h}{h^*}$ risque d'être inférieur à 10, la partie sphérique peut avoir pour conséquence de diminuer globalement le niveau de déformation. D'après la formule 2.1, on obtient, pour un cône à pointe sphérique :

$$\bar{\varepsilon}_s \sim \frac{h}{a} = \frac{R}{a \sin \theta} (\sin \theta - 1) + \cot \theta \quad (2.21)$$

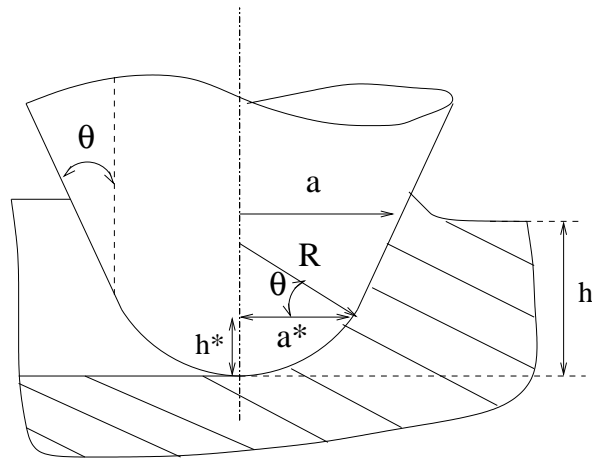
Le premier terme, qui correspond à l'influence de la pointe sphérique, est négatif ;

- la deuxième explication que l'on peut fournir pour expliquer l'influence de la force normale, concerne le volume sollicité au cours de l'essai. Plus la force normale augmente, plus le volume sollicité par l'essai de rayure augmente. La zone sollicitée par une isocontrainte sera plus grande et par conséquent, la probabilité que l'on rencontre un défaut susceptible d'amorcer une rupture est donc plus importante. Ce qui peut expliquer que pour les fortes forces normales on passe d'un mode de labourage ductile à l'apparition de fissures. Ce type de phénomène est courant lors de l'indentation de matériaux fragiles comme les

céramiques ou les verres minéraux ;

- enfin, le matériau peut être hétérogène avec une variation de propriété dans la direction normale à la surface, soit à cause du procédé de mise en forme, soit pour des raisons de vieillissement ou d'influence à l'environnement.

Sur des cartes de déformation tracées pour un PMMA (Briscoe *et al.* [14]), la force normale a également une influence significative sur le mode d'endommagement, surtout pour les faibles forces. Ce fait tend à étayer nos interprétations.



(a)

2θ	35°	45°	60°	90°	120°	150°
$a^* (R=5 \mu m)$	4,8	4,6	4,3	3,5	2,5	1,3
$h^* (R=5 \mu m)$	3,5	3,1	2,5	1,5	0,7	0,2

(b)

FIG. 2.22 – (a) : Rayage avec un indenteur conique avec pointe sphérique. (b) : Largeur et hauteur à la fin de la partie sphérique pour un rayon de pointe de $5 \mu m$. (a) : Scratching with a conical indenter with a spherical tip. (b) : Width and height at the end of the spherical part for a tip radius of $5 \mu m$.

La figure 2.23(a) présente les résultats pour un polycarbonate et pour une vitesse de rayage de $2,6 \text{ mm.s}^{-1}$. Pour des faibles charges et pour des cônes aigus, le matériau répond de manière ductile : l'indenteur déforme la matière plastiquement sans aucune fracturation visible. Pour des forces supérieures et des angles plus obtus, on retrouve les mêmes endommagements. Lorsque la déformation imposée par l'indenteur est plus faible (θ plus grand), la réponse du matériau devient élastoplastique, jusqu'à devenir complètement élastique. Dans ce domaine on remarque que la force normale a une influence assez faible. Lorsque la force normale augmente, pour les cônes aigus (35° et 45°), des fissures apparaissent sur les bords de la rayure, puis on entre dans le domaine de l'usinage avec formation de copeaux. Pour le cône d'angle 35° (2θ) et pour des forces normales supérieures à $2N$, le comportement du matériau devient très fragile et des particules sont arrachées par écaillage.

Lorsque la vitesse diminue (figure 2.23(b)), le matériau montre un comportement plus fragile, la zone du labourage ductile a diminué surtout pour les forces importantes. Ceci est à rapprocher des remarques de la section 2.1.6 sur l'influence de la vitesse sur l'échauffement et la diminution du nombre des fissures. D'ailleurs, si l'on compare l'influence de l'élévation de température (figure 2.23(c)) ou de l'augmentation de la vitesse de rayage (figure 2.23(a)), nous observons une évolution très similaire. Sur une carte de déformation représentant l'influence de la température et de la déformation moyenne, on remarque que l'augmentation de température a pour effet de diminuer progressivement l'apparition de l'usinage et des fissures lors de la rayure d'un PMMA (Briscoe *et al.* [14]).

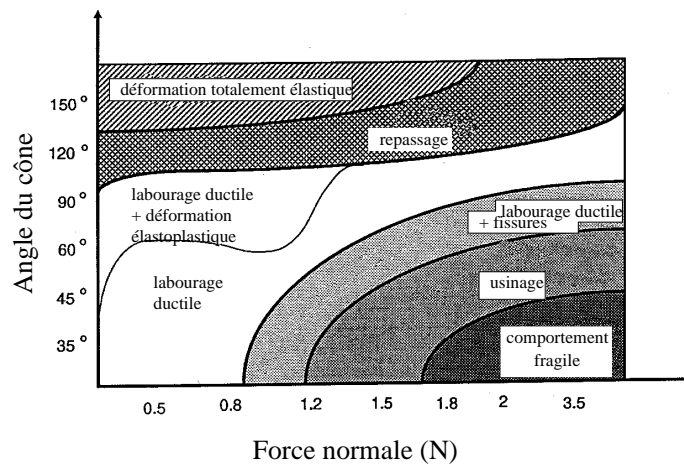
Utilisation pratique de l'essai de rayure sur matériaux élastoplastiques

L'analyse des essais de rayure sur polymères est beaucoup plus complexe que celle sur métaux. Les études sur ces matériaux viscoélastiques sont plus récentes, mais paradoxalement plus nombreuses que celles sur les métaux, une forte demande académique et industrielle de compréhension du comportement de ces matériaux en rayage s'étant manifestée depuis peu. Pour l'interprétation des résultats, le principal problème tire son origine de l'élasticité de ces matériaux qui induit un contact sur la partie arrière de l'indenteur. La dureté rayure est donc actuellement estimée de façon approximative. La littérature manque, par ailleurs, de modèle pertinent pour décrire le frottement apparent avec cette composante de contact arrière. Des modèles du frottement apparent avec contact arrière permettraient de déterminer l'aire réelle de contact sous charge. Il semble, par ailleurs, à défaut de modèles pertinents, que la mesure de la largeur de rayure, à partir des bourrelets latéraux résiduels, corresponde à la largeur sous charge. D'autre part, bien que la raison de l'incidence de la force normale sur les endommagements n'ait pas été clairement expliquée, l'influence des autres paramètres que l'on impose en rayage est clairement établie.

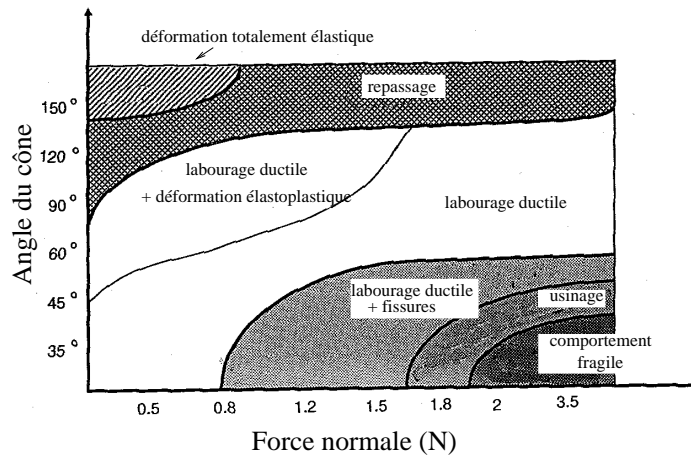
2.1.7 Conclusions

S'il est admis que le niveau de déformation est imposé, en rayure, par la géométrie de l'indenteur et augmente avec l'acuité de l'indenteur, sa valeur reste encore incertaine. Des auteurs se basent sur les formules obtenues en indentation, certains adoptent le même coefficient, pour d'autres le niveau de déformation en rayure est cinq fois plus élevé qu'en indentation. Par ailleurs, le calcul de la dureté rayure est effectué en mesurant la largeur du sillon résiduel. Même dans le cas de matériaux élastoplastiques, cette mesure est estimée être une bonne approximation de la valeur de la pression de contact sous charge. Des résultats numériques et expérimentaux en indentation semblent converger vers cette idée. Du fait du retour élastique, l'aire réelle de contact sous charge n'est pas connue, la dureté rayure pour les polymères est donc calculée de façon approximative. Peu d'auteurs se sont intéressés à la dureté rayure des métaux, bien que le calcul de cette grandeur à partir des résultats de l'essai soit beaucoup plus fiable que pour les polymères. La dureté est une grandeur particulièrement intéressante, car elle pourrait, comme dans le cas de l'indentation, être reliée à la contrainte d'écoulement du matériau. Il faut, pour atteindre cet objectif, déterminer de façon plus précise le niveau de déformation en rayure pour un matériau donné, et ensuite calculer avec plus de précision la dureté rayure.

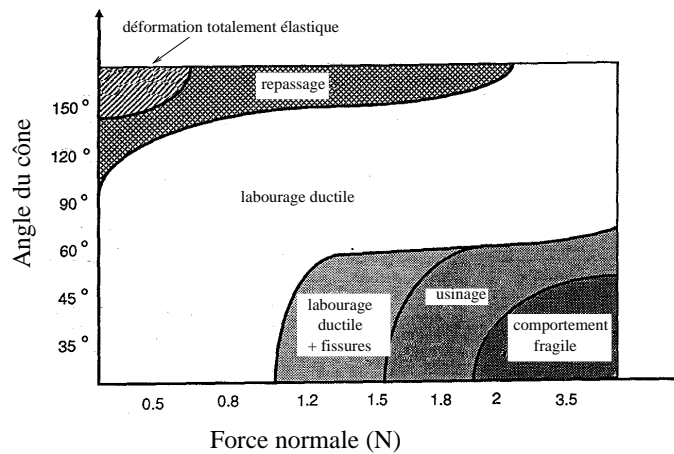
Suivant les conditions que l'on impose au cours de l'essai (déformation, vitesse, lubrification, température, ...), les endommagements peuvent passer d'un mode de déformation élastoplastique où le matériau a un comportement ductile, à un mode d'usinage où des fissures fragiles apparaissent. Pour des indenteurs coniques, pour lesquels le niveau de déformation est indépendant de la pénétration, il a été observé que la force normale modifie



(a) 2,6 mm/s 20 ° C



(b) 0,0026 mm/s 20 ° C



(c) 0,0026 mm/s 30 ° C

FIG. 2.23 – Cartes de déformation pour un polycarbonate. Les figures montrent les résultats d'essais de rayure effectués avec différents angles de cône et forces normales, Briscoe *et al.* [16]. (a) : Vitesse de rayage 2,6 mm.s⁻¹, T = ambiante. (b) : Vitesse de rayage 0,0026 mm.s⁻¹, T = ambiante. (c) : Vitesse de rayage 0,0026 mm.s⁻¹, T = 30°C. Deformation maps for a polycarbonate. Graphs showing experimental results of scratch tests with different cone angles and normal forces.

néanmoins la nature des endommagements. Nous avons expliqué ce phénomène soit par un effet de volume sollicité, soit par la géométrie effective (influence de la pointe sphérique) de l'indenteur.

La modélisation de l'essai de rayure par une méthode dérivée du théorème de la borne supérieure, qui autorise des calculs en trois dimensions et une prise en compte de l'écroutissage, donne de bons résultats par rapport à l'expérience pour le calcul des forces, mais évalue mal les grandeurs géométriques. La méthode du champ des lignes de glissement permet une modélisation qui traduit correctement les résultats expérimentaux. La présence de lubrifiant diminue la force tangentielle dans un modèle de labourage, le phénomène inverse se produit dans un mode d'usinage. Cette influence du frottement à l'interface du matériau et de l'indenteur n'a pas pu être mise en évidence par le modèle utilisant le théorème de la borne supérieure. La comparaison entre un modèle de frottement apparent sans prise en compte de la composante adhésive, et des essais sur des polymères a mis en évidence une bonne adéquation pour des niveaux de déformation faibles. Dès que des fissures apparaissent, les résultats expérimentaux deviennent inférieurs aux résultats théoriques. Ce phénomène, qui n'est pas expliqué, a déjà été observé dans le cas de matériaux métalliques. Tous les modèles présentés ne tiennent pas compte d'un contact arrière du matériau sur l'indenteur, dû au retour élastique dans le cas de matériaux viscoélastiques. Une telle modélisation pourrait être utile pour déterminer lors de la rayure de polymères l'aire de contact sous charge entre le matériau et l'indenteur.

Notations

$\dot{\epsilon}_s$:	vitesse de déformation généralisée en rayure
$\bar{\epsilon}_s$:	déformation généralisée moyenne en rayure
$\bar{\epsilon}_i$:	déformation généralisée moyenne en indentation
F_t	:	force tangentielle en rayage
F_p	:	composante de labourage de la force tangentielle
F_a	:	composante adhésive de la force tangentielle
W	:	force normale
μ_0	:	frottement apparent, $\mu_0 = \frac{F_t}{W}$
μ	:	coefficient de frottement local de Coulomb
\bar{m}	:	coefficient de frottement local de Tresca
E	:	module d'Young du matériau
σ_0	:	contrainte d'écoulement plastique du matériau
H_s	:	dureté rayure
H_n	:	dureté normale
τ	:	cission locale de frottement
p	:	pression locale de contact
X	:	index d'indentation
a	:	demi largeur du sillon après passage de l'indenteur
a^*	:	demi largeur du sillon à la fin de la partie sphérique de l'indenteur
b	:	largeur du sillon après passage de l'indenteur
b_c	:	largeur de contact sous charge
b^*	:	largeur du sillon à la fin de la partie sphérique de l'indenteur
h	:	pénétration sous charge
h_c	:	hauteur entre la pointe de l'indenteur et le sommet du bourrelet latéral sous charge
h^*	:	profondeur de pénétration à la fin de la partie sphérique de l'indenteur
d	:	diamètre de l'empreinte en indentation
R	:	rayon de pointe de l'indenteur
θ	:	demi angle de l'indenteur, pour un cône de révolution
β	:	angle d'attaque de l'indenteur (cône ou sphère)
v	:	vitesse de rayage
Γ	:	taux de perte de matière
T	:	température

Abréviations

PET	:	polyéthylène téréphtalate
PE	:	polyéthylène
UHMWPE	:	polyéthylène à très haute masse moléculaire
PMMA	:	polyméthyl méthacrylate
PC	:	polycarbonate

2.2 Etude de la rhéologie des polymères

Nous allons étudier trois polymères qui sont disponibles à l'état massif : le polycarbonate, le CR39[®] et le PMMA. Les deux premiers polymères sont utilisés pour fabriquer des verres de lunette et nous concernent particulièrement pour cette étude. Le PMMA sera étudié en indentation uniquement. Notre étude concerne également trois vernis : oa5, oa10 et oa20. Ces polymères sont déposés sur du CR39[®] dans le but de le durcir superficiellement pour limiter l'apparition de rayures sur les verres ophtalmiques. De plus amples informations sur ces matériaux sont indiquées dans [1] et [2].

2.2.1 Présentation des matériaux

Le polycarbonate et le CR39[®] sont des polymères transparents utilisés dans l'industrie ophtalmique grâce à leurs qualités optiques et mécaniques. Ils possèdent une grande résistance à l'impact et une densité deux fois plus faible que les matériaux minéraux traditionnels, permettant de fabriquer des verres plus fins et plus légers que le verre minéral. Les échantillons utilisés lors des essais d'indentation et de rayure font 10 mm de côté et 2 mm d'épaisseur environ.

Le polycarbonate est utilisé principalement sur le marché américain des verres de lunettes, c'est un polymère thermoplastique amorphe, même sous contrainte. Il est ductile à des températures très inférieures à sa transition vitreuse (150 °C). Le polycarbonate que l'on utilise est le polycarbonate de bisphénol-A (figure 2.24), et son mode de fabrication est l'injection.

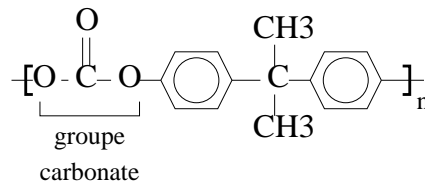


FIG. 2.24 – Structure du polycarbonate de bisphénol-A

Le CR39[®] (ou orma[®]) est un polymère thermodurcissable, obtenu par coulée et cuit pendant 20 heures suivant un cycle thermique adapté à la fabrication des lentilles ophtalmiques. Sa structure chimique est précisée sur la figure 2.25, et sa dénomination est le diéthylène glycol bis ally carbonate. Sa température de transition vitreuse est de 80 °C, son comportement est donc plus sensible aux variations de température au voisinage de l'ambiante. orma[®] est une marque commerciale déposée par Essilor. Le matériau est connu sous la marque commerciale CR39[®] détenue par la société Pitsburg Plate Glass (PPG). Nous utiliserons de préférence le nom CR39[®].

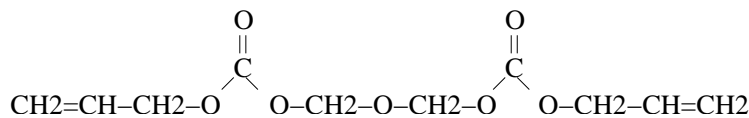


FIG. 2.25 – Structure du CR39[®]

Pour améliorer la résistance à la rayure, on dépose sur le polycarbonate ou le CR39[®] des vernis durcissants. Pour des études de référence, nous étudierons trois vernis composés de la même matrice thermodurcissable chargés de particules d'oxydes avec des fractions volumiques différentes : oa5, oa10 et oa20 (5 %, 10 % et 20 %). Les lettres oa sont l'abréviation

d'orma[®], pour indiquer qu'ils sont déposés sur de l'orma[®] sous forme d'une couche de 3,5 μm d'épaisseur environ. Ces vernis ne peuvent pas être mis en forme de façon massive, la fabrication d'éprouvette de traction n'est donc pas réalisable et l'étude de ces matériaux se fera sur leur substrat par nano-indentation et rayure. La dénomination chimique de la matrice est 3-glycidoxypropyltriméthoxysilane, matrice hybride organique-inorganique Si-O-Si + R. Les particules de silice (SiO_2) sont de forme sphérique, de diamètre 12 nm environ.

Nous avons également étudié la rhéologie du polyméthacrylate de méthyle (PMMA, figure 2.26), polymère amorphe dont la température de transition vitreuse est de 120 °C. Les échantillons que nous avons sont obtenus par coulée.

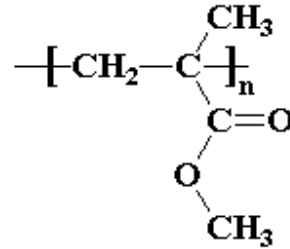


FIG. 2.26 – Structure du PMMA

2.2.2 Propriétés des polymères

Le comportement des polymères est très complexe et est encore l'objet de nombreuses études. Dans l'article soumis à J. Mat. Sci. [23] (chapitre 3, section 3.2), nous précisons les caractéristiques des polymères que nous avons modélisés lors des essais d'indentation et de rayure. Le but de cette section n'est pas de retranscrire ce qui a déjà été écrit dans cet article, mais de présenter par des exemples appliqués à la rayure l'importance des paramètres de sollicitation.

Déformation

Le niveau de déformation en rayure est, pour des indenteurs coniques, dépendant de l'angle de l'indenteur. Sur un PMMA, Briscoe *et al.* [13] montrent que pour une rayure avec un indenteur conique de révolution de demi-angle 75°, la déformation est principalement élastique avec absence de sillon résiduel. Pour un angle d'indenteur de 52,5° la rayure est plastique avec formation de bourrelets sur les côtés du sillon. Lorsque l'angle de l'indenteur est plus aigu, des fissures apparaissent dans le fond du sillon (figure 2.27). Cet effet de la déformation sur le comportement en rayure doit être pris en compte par la loi de comportement que nous allons choisir. La figure 2.28 du chapitre 3, que nous avons retranscrite ici, par commodité de lecture, montre l'évolution de la contrainte avec la déformation pour un polycarbonate. Les quatre phases de déformation sont décrites dans la section 3.2, chapitre 3 : élasticité, plateau plastique ductile, puis phase de durcissement qui aboutit à terme à la rupture du polymère. Précisons que la phase de durcissement structural liée à l'orientation des chaînes dans la direction principale d'extension, suit la phase de rhéodurcissement qui est associée au déroulement des chaînes sous l'effet de la déformation. Ce durcissement structural dépend du mode de sollicitation : il est

beaucoup plus précoce en traction qu'en compression.

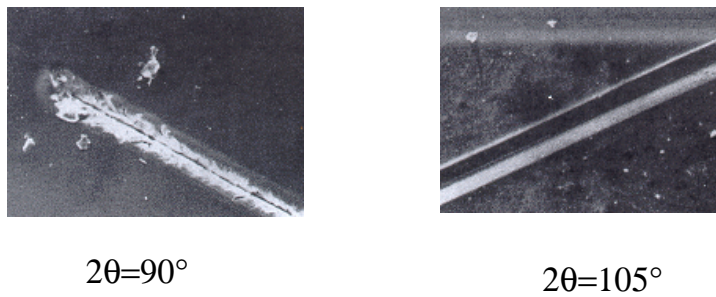


FIG. 2.27 – Rayure sur un PMMA pour deux niveaux de déformation, $W=1$ N, Briscoe *et al.* [13].

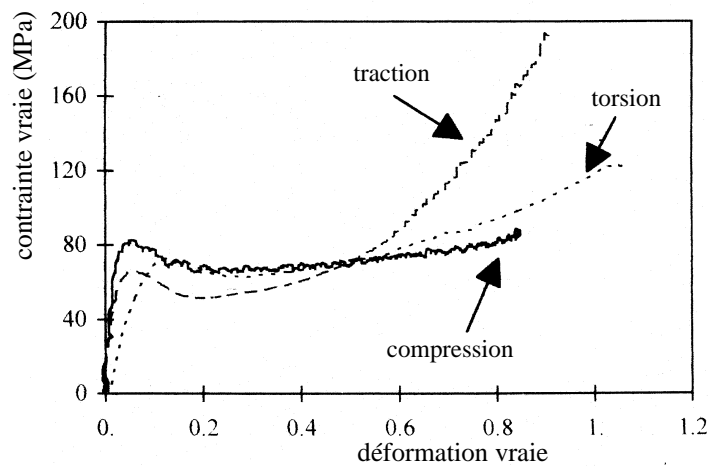


FIG. 2.28 – Courbes contrainte vraie déformation vraie pour un polycarbonate, Bisilliat [7], $\dot{\epsilon}=10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $T=23 \text{ }^\circ\text{C}$.

Vitesse de déformation et température

Les essais de Gauthier et Schirrer [35] avec des sphères mettent en évidence la forte influence de la vitesse de rayage sur le comportement en rayure, pour des températures proches de l'ambiante (figure 2.29). Pour un rapport de vitesse de 3 décades environ, le comportement est visco-élastique à vitesse élevée (disque de contact circulaire) puis devient élasto-viscoplastique avec formation d'un sillon à basse vitesse. Cet effet de la vitesse de déformation est mis en évidence par Boutton-Rochelle [9] lors d'essais de compression sur du PMMA à différentes vitesses de déformation et différentes températures (figure 2.30). L'auteur a exploré les petites déformations, on observe une augmentation de 20 % du plateau (seuil de plasticité) lorsque la vitesse de déformation augmente d'une décade. La force normale étant imposée, l'augmentation de vitesse produit une augmentation de la contrainte d'écoulement, donc une diminution de la pénétration et de la déformation imposée par l'indenteur ramenant le matériau dans le domaine

élastique. Les courbes de traction et compression de Bisilliat [7] sur un polycarbonate mettent en évidence également cette forte dépendance en vitesse de ce polymère pour les plus grandes déformations.

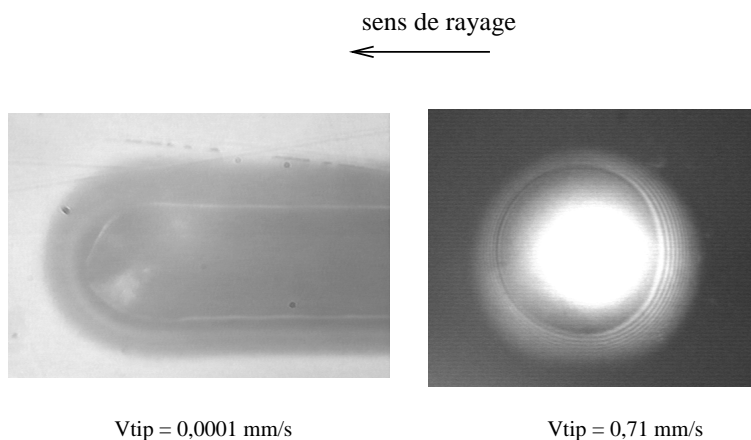


FIG. 2.29 – Influence de la vitesse de rayage lors de la rayure d'un PMMA, Gauthier et Schirrer [35].

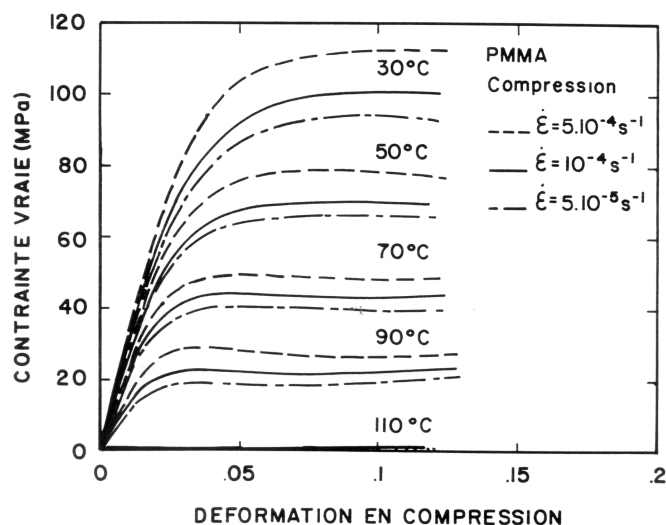


FIG. 2.30 – Courbe contrainte déformation du PMMA pour différentes vitesses de déformation et différentes températures, Boutton-Rochelle [9].

Les effets de la vitesse de déformation sont analogues à ceux de la température (figure 2.30). Augmenter la température qualitativement produit une évolution comparable à celle produite par une baisse de la vitesse de déformation. Gauthier et Schirrer [34] analysent les propriétés mécaniques en rayure avec les équations d'Eyring, le volume et l'énergie d'activation sont en bon accord avec les valeurs obtenues en traction ou cisaillement, ce qui signifie que l'équivalence temps-température pour la rayure est conforme à celle observée lors des essais mécaniques clas-

siques. Cette équivalence est toutefois remise en question lorsque les températures avoisinent la température de transition vitreuse, car le comportement du polymère est alors fortement modifié.

Le comportement du polycarbonate aux faibles déformations est dans un premier temps linéaire, la pente diminue ensuite légèrement (figure 2.31). Lorsque l'on décharge, une grande partie de la recouvrance est quasi instantanée, les deux derniers pour cent de la déformation s'annulent après deux minutes. La déformation élastique est donc non linéaire, peut atteindre des niveaux importants et est très dépendante de la vitesse, ce qui est visible sur les courbes de compression de la figure 2.30. La partie visco-élastique des polymères est malgré tout, souvent modélisée par un module d'Young. Les essais de Bisilliat [7] sur du polycarbonate et de Boutton-Rochelle [9] sur un PMMA mettent en évidence que le module d'Young et la contrainte d'écoulement augmentent lorsque la vitesse de déformation augmente. La sensibilité du module d'Young à la vitesse de déformation est tout de même plus faible que celle de la contrainte d'écoulement, si bien que le rapport E/σ_0 diminue sensiblement lorsque la vitesse de déformation augmente.

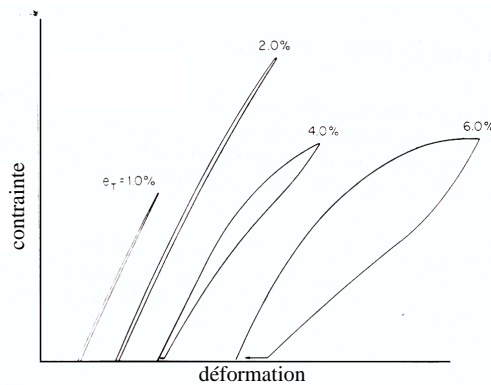


FIG. 2.31 – Courbe contrainte déformation du polycarbonate après plusieurs charges et décharges à différents niveaux de déformation, Brown [19].

Pression hydrostatique

L'essai de rayure est un essai qui associe les sollicitations de traction, compression et cisaillement. La pression hydrostatique n'est pas la même lors de ces essais. Le comportement d'un polymère dépend de la pression hydrostatique qui lui est appliquée : Rabinowitz *et al.* [60] montrent que la limite élastique en cisaillement d'un PMMA est multipliée par trois lorsque la pression passe de 100 MPa à 700 MPa.

2.2.3 Les outils expérimentaux

Les essais de nano-indentation et de rayure ont été effectués sur des machines d'essais commerciales. La machine permettant de faire des essais de micro-rayure est le Micro Scratch Tester (MST), commercialisée par la société suisse CSEM. L'indenteur est piloté en force normale, constante ou croissante, sur une gamme de force de 50 mN à 30 N. La profondeur sous charge, les forces normale et tangentielle et le signal acoustique sont des informations disponibles au cours de l'essai. La morphologie de la rayure peut être observée avec un

microscope optique. Pour des mesures de la géométrie du sillon résiduel, l'échantillon doit être déplacé vers un autre appareil : profilomètre. Nous avons utilisé cette machine lors des essais de la section 2.5 pour déterminer le coefficient de frottement entre le matériau et l'indenteur.

Pour les essais de nano-indentation et de nano-rayure, nous avons utilisé le Nano Indenter II[®], commercialisé par la société MTS. Cet appareil, entièrement automatisé, permet de faire des essais d'indentation et de rayure à des forces normales maximales de 400 mN, avec une précision de 0,01 μN ; la précision sur la mesure de la pénétration est de quelques centièmes d'Angströms ; les vitesses de rayage varient de 0,1 $\mu\text{m/s}$ à 50 $\mu\text{m/s}$. Cet outil permet d'imposer lors des essais d'indentation, une vitesse exponentielle avec la "continuous stiffness" (CS), l'intérêt de ces fonctionnalités est précisé dans la section 2.1.4. Le protocole de l'essai de rayure comporte trois étapes :

- Premier passage de l'indenteur avec une force normale très faible qui ne détériore pas la surface ($W=0,02$ mN). Cette étape permet de relever la surface de l'échantillon.
- Rayure à force normale imposée croissante ou constante.
- Troisième passage également à force normale imposée très faible pour obtenir le profil résiduel en fond de rayure.

Ces étapes peuvent être complétées par des mesures de profil de rayure en appliquant sur l'indenteur une force normale de 0,02 mN et en le déplaçant dans une direction transverse. On mesure les forces normales, tangentielles et latérales, les déplacements et la pénétration de l'indenteur. Les observations sont ensuite faites avec un microscope à force atomique.

Finite element analysis of deformation during indentation and scratch tests on elastic perfectly-plastic materials

J.L. Bucaille^a, E. Felder^{a,*}, G. Hochstetter^b

^a Centre de Mise en Forme des Matériaux, Ecole des Mines de Paris, 06904 Sophia Antipolis, France

^b Essilor International, 94106 Saint Maur des Fossés, France

* Corresponding author, felder@cemef.cma.fr, 00 334 93 95 74 28

Abstract

We have studied the plastic deformation level of elastic perfectly-plastic materials and we have compared these levels between scratch and indentation. A three dimensional finite element analysis of a cone scratching and indenting elastic perfectly-plastic materials is presented. The indenter is the axisymmetric equivalent cone of the Berkovich indenter, with semi apical angle $\theta=70.3$ degree. The plastic behaviour of the material is modeled with the yield stress, σ_0 . There are no strain hardening and no sensitivity to the strain rate. The elasticity of the material is modeled with the Young's modulus, E , which varies from 2.79 GPa to 2793 GPa. In fact, the behaviour of the scratched or indented material depends on the parameter $X = E/\sigma_0 \cot \theta$ (Johnson, 1970), called the rheological factor ($X=1, \dots, 1000$). For small rheological factors, the deformation is mainly elastic ; for high rheological factors, the deformation is essentially plastic, in this case the behaviour of the material is close to the behaviour of a metal. The contact between the indenter and the mesh is frictionless. We have defined a volume average deformation, which represents the deformation level in indentation and scratch. This deformation is independent of the scratch length and the penetration depth. Plastic strain maps and the evolution of the volume average deformation versus the rheological factor show that the plastic deformation level increases as the elastic part of the material becomes smaller. We have also shown that the deformation level is larger in scratch than in indentation.

Keywords : indentation, scratch, deformation, elastoplastic materials

2.3.1 Introduction

Indentation and scratch tests are mechanical tests developed to study mechanical properties of materials near their surfaces : normal or scratch hardness and yield stress as a function of the deformation. These tests can be used on thin coatings with a thickness below $1 \mu\text{m}$, at this scale compression or tension tests can not be performed. So, it is important to be able to measure the yield stress and the strain during such tests. In indentation the mean contact pressure (or

hardness), p_m , can be related to the yield stress of the material, σ_0 , by the following expression :

$$\frac{p_m}{\sigma_0} = C. \quad (2.22)$$

The value of C depends on the indented material, on the geometry of the indenter and on the friction between the indenter and the material. Tabor 1951 has made experiments on metals with different spheres and a Vickers indenter, the value of C is about three. Modelisations of a rigid-perfectly plastic material also have shown that C depends on the geometry of the indenter and on the friction between the indenter and the material (Chitkara and Butt 1992 and Hill *et al.* 1947). Johnson 1970 has shown that the ratio p_m/σ_0 is related to the parameter $E/\sigma_0 \tan \beta$, where E is the Young's modulus and β is the inclination of the face of the indenter, p_m/σ_0 is about one for elastic materials and increases to three as the elastic part of the deformation becomes lower. Gauthier and Schirrer 2000 have performed scratch experiments on polymers, they have considered that equations given by Johnson 1970 for indentation are also valid for scratch. To conclude, the relation between the mean contact pressure and the yield stress indentation or scratch seems to be quite well known.

The strain field produced during indentation or scratch is complex and not homogeneous. Tabor 1951 (chap. V, pages 69-74) has performed indentation experiments with various spheres on metals which work-harden. He has suggested a representative value of the deformation, which is related to the yield stress at the edge of the indentation in the free surface, σ_e . He has shown that the deformation corresponding to σ_e can be related to the ratio d/D :

$$\varepsilon_r = 0.2d/D, \quad (2.23)$$

where d is the diameter of the indentation and D is the diameter of the sphere. In the case of indentation with sphere, the deformation increases as the penetration increases. For cone, wedge or pyramid the strain field is independent of the penetration depth of the indenter. Tabor 1951 has suggested a value of the representative strain for a Vickers pyramid in indentation :

$$\varepsilon_r = 0.08. \quad (2.24)$$

For such indenters and for indentation on metals, Johnson 1970 has suggested a more general expression for the representative strain :

$$\varepsilon_r = 0.2 \tan \beta, \quad (2.25)$$

where β is the angle of inclination of the face of the indenter (figure 2.32). This formula is close to the value suggested for a Vickers pyramid (equation 2.24, $\beta=22^\circ$). Laval 1995 has also suggested a similar formula :

$$\varepsilon_r = 0.3 \tan \beta. \quad (2.26)$$

His analysis was based on the axisymmetric finite element modeling of the indentation test on metals. By using the equations 2.22 and 2.25, strain stress curves can be plotted, σ_0 is the yield stress associated with a representative plastic strain of $0.2 \tan \beta$. Equations 2.23, 2.24, 2.25 and 2.26 are only valid for indentation on metals. Since then, several authors have made indentation or scratch experiments on metals or polymers (Briscoe *et al.* 1996) and have defined

the deformation level with the same formula suggested by Johnson 1970. So, we have studied the deformation level of several materials and we have compared these levels between scratch and indentation.

The purpose of this paper is to compare the deformation for the finite element simulation of scratch and indentation for various elastic perfectly-plastic materials. The aim of this study is to show that, for a simplified modeling of the rheology of elastoplastic materials, the deformation level increases as the Young's modulus increases for both indentation and scratch. We also show that the deformation level is higher during scratch than during indentation.

2.3.2 Modeling procedures

Finite element mesh

Simulations of scratch and indentation were performed with the finite element software Forge3[®]. This software has an automatic remeshing procedure, allowing to simulate tests where deformations are large. It is in particular the case for the scratch test, where the simulations needed at least 80 remeshing procedures, for about 600 time increments. The indenter is a cone of semi apical angle 70.3° . This indenter is the equivalent cone of equal volume, for a given penetration, of the Berkovich and the Vickers indenters. The indenter is considered to be perfectly rigid. The contact between the mesh and the indenter is frictionless.

Simulation of scratch

The finite element mesh for the simulations of scratch is shown in figure 2.32. The domain is a right angled parallelepiped. The figure 2.32 shows the half of the mesh corresponding to the region $x \geq 0$, the plane $x=0$ is a symmetry plane. The displacement of the mesh in the other directions is stopped by two planes $y=0$ and $z=0$ which are also considered as symmetry planes. The indenter moves along the y axis, its penetration depth is constant during the simulation and is equal to 3 mm. The size of the domain must be large enough so that boundary effects do not influence the results. Classically, the distance of the indentation from the edge of the specimen should not be less than three to four times the diameter of the indentation (in our case the scratch width is about 16 mm). The thickness of the specimen should be at least eight or ten times the depth of the indentation (Tabor 1970). During preliminary simulations, the size of the domain was varied (table 2.3, X=60). For three different sizes, normal and tangential forces and the scratch width varied less than 6 per cent. So, in order to limit the CPU time we have decided to choose the smaller size of the domain : 35 mm along the x axis, 220 mm along the y axis and 25 mm along the z axis. This analysis shows that a distance of the indentation from the edge of the specimen equal to 1.5 times the diameter of the indentation is large enough to have small boundary effects. As Tabor 1951 suggested, the thickness of the specimen is eight times the depth of the indentation.

TAB. 2.3 – Sizes of the domain for the preliminary simulations of scratch for X=60.

x (mm)	y(mm)	z(mm)
35	220	25
50	200	25
70	250	35

The indenter speed is equal to 10 mm/s. The scratch length is chosen in order that the normal and tangential forces applied on the indenter reach a steady state. The elements of the domain are three dimensional meshes with four nodes tetrahedrons. Far from the indenter, the tetraedrons have a typical length about 5 mm. With the Forge3[®] software parallelepiped boxes are used, in which the mesh is refined. Two mesh boxes were used : the first one is in front of the indenter, the size inside this box is equal to 1 mm, so that ten nodes are at least in contact with the indenter. This box allows to describe the deformation and the contact geometry with sufficient accuracy. A second mesh box describes the residual scratch, the mesh size inside this box is equal to 3 mm. These boxes move with the indenter. We have not studied the influence of the size of the elements inside these boxes on the forces and on the scratch width. The simulations require 4 000 nodes and 13 000 elements. To simulate one scratch, it requires between 24 and 54 hours of CPU time.

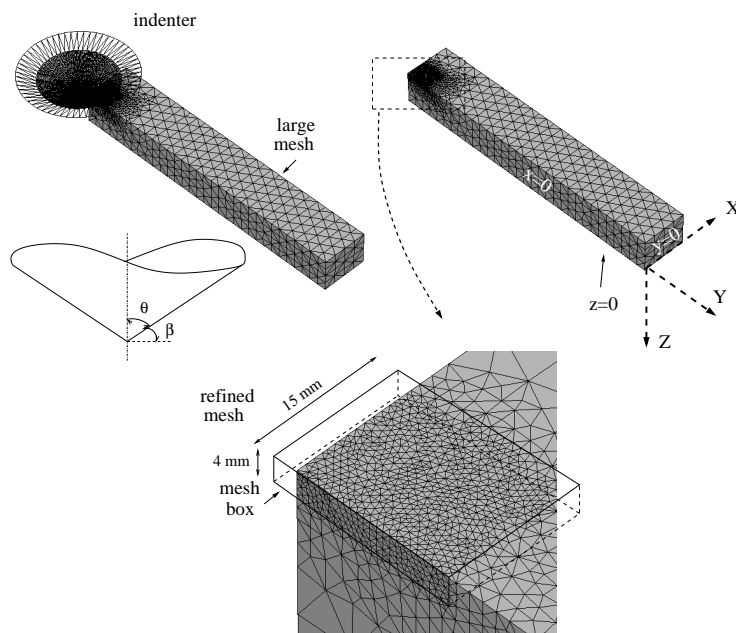


FIG. 2.32 – Three dimensional view of the indenter and the mesh for the simulations of scratch.

Simulation of indentation

The simulations of indentation were also performed with the Forge3[®] software. Although these simulations are axisymmetric, a three dimensional software is required to compare a volume average deformation between indentation and scratch. This deformation is computed with the volume of some elements. Comparisons between axisymmetric and three dimensionnal simulations of indentation have shown that the value of the volume averaged deformation depends on the kind of software we have used. So, it seems important to compare results between indentation and scratch with the same software. Simulations of indentation require less CPU times than simulation of scratch. For $X=100$, the CPU time is ten times less for indentation. The finite element mesh is shown in figure 2.33. The size of the domain is 40 mm along the x and y axis and 30 mm along the z axis. The planes $x=0$, $y=0$ and $z=0$ are symmetry planes. The indenter moves along the z axis, its speed is equal to 10 mm/s. The maximum penetration depth is 3 mm. According to the results presented in the above section, the size of the domain is large enough to consider that boundary effects do not influence the results. Elements are the same as those used for the simulations of scratch. The mesh is refined near the indenter, the typical

length of an element near the indenter is equal to 0.25 mm. The size of the box increases at each remeshing procedure. Elements are larger far from the indenter : 5 mm. When elements are too much degenerated, the code remeshes automatically the volume. For the indentation depth precised above, simulations of indentation require at most three remeshing procedures.

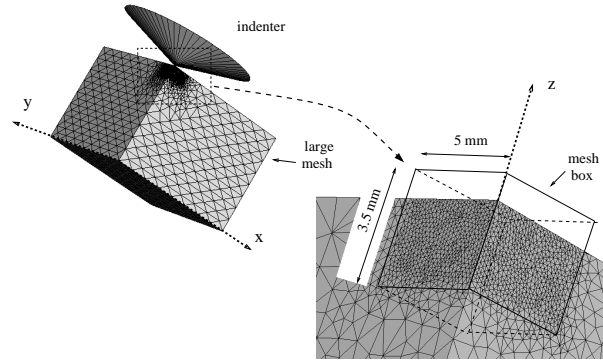


FIG. 2.33 – Finite element mesh at the beginning of the simulations of indentation.

The elastic perfectly-plastic model

The rheology of the material is modeled with two parameters : the Young's modulus E , and the yield stress σ_0 , there is no strain hardening. This model is close to the rheology of elastoplastic materials. There is no strain rate dependance, the indenter speed has no influence on the results. The plastic part of the deformation is described on the von Mises yield criterion and flow rule. The contact between the indenter and the mesh is frictionless. The yield stress is fixed equal to 1 GPa, the Poisson's ratio is equal to 0.3 and the Young's modulus is taken between 2.793 GPa to 2793 GPa (table 2.4) :

TAB. 2.4 – Young's modulus and rheological factors used in the numerical simulations of scratch and indentation.

X	1	5	10	20	30	60	80	100	200	500	1000
E (GPa)	2.793	13.96	27.93	55.86	83.80	167.6	223.4	279.3	558.6	1396	2793

The behaviour in indentation depends on the rheological factor (Johnson 1970) :

$$X = \frac{E}{\sigma_0} \cot \theta \quad (2.27)$$

where θ is the semi apical angle of the cone, its value is equal to 70.3 degree. The rheological factor represents schematically the ratio between the deformation imposed by the indenter ($\varepsilon \sim \cot \theta$) and the part of the elastic deformation ($\varepsilon_e = \frac{\sigma_0}{E}$). For some values of the rheological factor close to 10, the behaviour of the material during indentation or scratch is mainly elastic : the elastic recovery is in this case large, it can be compared to the behaviour observed during indentation or scratch on polymers. For rheological factors higher than 100, the deformation is mainly plastic, it is closed to the behaviour of a metal. These parameters are the same as those chosen by Ramond-Ang el elis 1998 to model the indentation of elastic perfectly-plastic materials with a two dimensional finite element code.

Deformation

For each element of the mesh, the equivalent plastic strain is defined as :

$$\varepsilon_{eq} = \int_0^t \left[\frac{2}{3} \dot{\varepsilon} : \dot{\varepsilon} \right]^{1/2} dt, \quad (2.28)$$

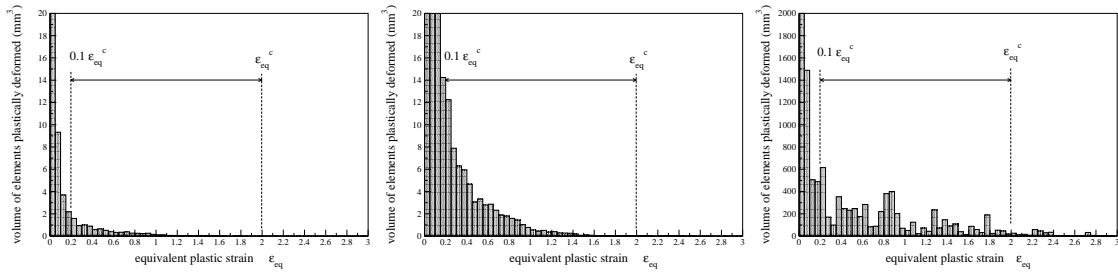
where $\dot{\varepsilon}$ is the plastic strain rate tensor.

As the penetration depth or the scratch length increases, the volume plastically deformed has to increase. Figures 2.34(a) and 2.34(b) show that for a value of the equivalent plastic strain between 0.2 and 0.3, the volume plastically deformed increases from about 4.5 mm³ to 32 mm³ as the indentation penetration increases from 1 to 2 μ m. In simulation of scratch, this volume remains almost constant as the scratch length increases (figure 2.34(c) and 2.34(d)). In fact, in the case of scratch, only elements near the indenter have a significant value of equivalent plastic strain. In the groove, behind the indenter, values of the equivalent plastic strain fall to zero after several times increments (figure 2.35). In fact, the software often remeshes the domain. At each remeshing procedure, the value of the equivalent plastic strain of each element is transported to a new element, this transport implies some lost in the value of the equivalent plastic strain. So, for simulation of scratch, for which there is about one remeshing procedure for eight time increments (600 times increments for a complete simulation), equivalent plastic strain falls quickly from 1.8 to 0.2 (figure 2.35). Furthermore, in order to reduce the CPU time, elements in the groove of the scratch are larger than those in contact with the indenter. We can notice that this drop in the value of the equivalent plastic strain have no consequences on the geometry of the groove. This effect has few consequences in indentation because there are less remeshing procedures (at most three for one simulation).

In order to compare deformations in scratch and indentation, a deformation independent of the penetration depth or scratch length is defined. Furthermore, in order to have no influence due to the remeshing procedure on the equivalent plastic strain in the groove, this deformation has not to take into account the low values of the equivalent plastic strain. A mean value of the deformation level is computed, this value is called the volume average deformation, ε_v :

$$\varepsilon_v = \frac{\sum_{elt} \varepsilon_{eq}^{elt} \cdot V^{elt}}{\sum_{elt} V^{elt}} \quad 0.1 \varepsilon_{eq}^c \leq \varepsilon_{eq}^{elt} \leq \varepsilon_{eq}^c \quad (2.29)$$

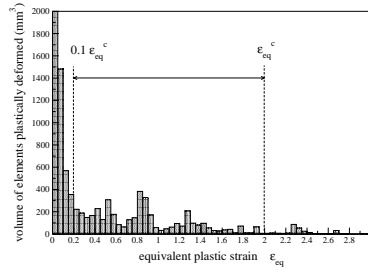
where 'elt' are the elements of the mesh for which the equivalent plastic strain is lower than the critical value of the equivalent plastic strain, ε_{eq}^c , and is ten per cent higher than the critical value of the equivalent plastic strain. V^{elt} and ε_{eq}^{elt} are respectively the volume and the equivalent plastic strain of one element. The critical value is the same for both indentation and scratch (table 2.5). The choice of the critical value of the equivalent plastic strain is related to the maximum value of the equivalent plastic strain observed in simulation of scratch. But for example, for X=100, $\varepsilon_{eq}^c = 2$ was chosen arbitrarily. Maximum values of equivalent plastic strain are not taken into account. A large volume where the equivalent plastic strain is small is not taken into account to compute the volume average deformation (figure 2.34). Maps of equivalent plastic strain for X=1, X=10, X=30, X=100 (figure 2.36), show the volume chosen to compute the volume average deformation : grey values are not taken into account. We will discuss in the



(a) indentation penetration : $1 \mu\text{m}$

(b) indentation penetration : $2 \mu\text{m}$

(c) scratch length : $100 \mu\text{m}$



(d) scratch length : $150 \mu\text{m}$

FIG. 2.34 – Volume of elements plastically deformed as a function of the equivalent plastic strain, $X=100$.

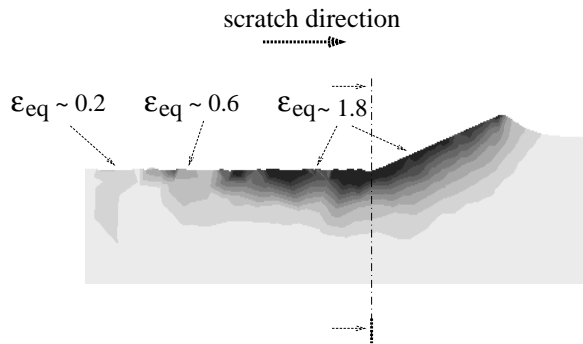


FIG. 2.35 – Equivalent plastic strain in the plane $x=0$ during simulation of scratch, $X=100$. For more legibility, the indenter has been removed.

next section about the influence of this critical value on the volume average deformation. The volume average deformation is so independent of the scratch length and the penetration depth.

TAB. 2.5 – Critical value of the equivalent plastic strain. This equivalent plastic strain is used to compute the volume average deformation.

X	1	5	10	20	30	60	80	100	200	500	1000
ε_{eq}^c	0.1	0.5	1	1	1.5	2	2	2	2	2.5	2.5

2.3.3 Results and discussion

Equivalent plastic strain

Maps of the equivalent plastic strain, ε_{eq} , in indentation and scratch are in figure 2.36. First, we discuss about the shape of the geometry under load. For rheological factors lower than 10 and for scratch, the material sinks under the indenter, for $X=10$, a lateral pile-up is created and as the rheological factor increases, it becomes higher. The evolution of the contact geometry is the same for indentation but the transition between sinking-in and piling-up appears at $X=30$. It shows that the deformation level is higher in scratch, for a given rheological factor.

Second, the shape of the strain maps are the same for indentation and scratch : the maximum strain occurs under the indenter tip and decreases as the distance from the indenter tip increases. For indentation, values of strain are lower, and the equivalent plastic strain occurs in a smaller volume. The strain increases as the rheological factor increases for both indentation and scratch. These maps show two important results :

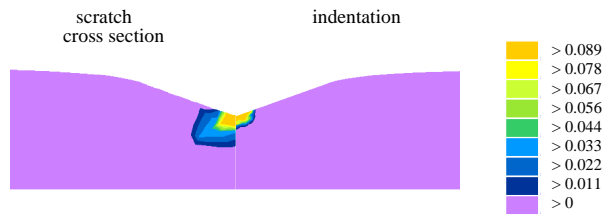
- the deformation level increases as the rheological factor increases, for both scratch and indentation ;
- the deformation level is higher for scratch than for indentation.

In the next section, we will precise the deformation level ratio between scratch and indentation, as a function of the rheological factor.

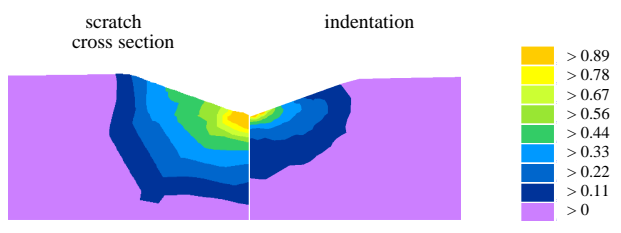
The volume average deformation

The volume average deformation, ε_v , was computed with the equation 2.29 for the simulations of indentation and scratch, and for all the values of the rheological factors. For each simulation, the volume average deformation has been computed for six time increments, the mean value and the error bar are plotted in figure 2.37. These points are fitted by a logarithmic regression for $X \leq 200$. For rheological factors higher than 200, the volume average deformation is quite constant. The choice of the critical value of the equivalent plastic strain determines the level of the volume average deformation. For example at $X=30$, as the critical value of the equivalent plastic strain is increased from 1 to 2.5, the volume average deformation in scratch and indentation increases to 50 per cent. It means that we must not focus on the value of the volume average deformation. On the other hand, the ratio between the deformation level during scratch and indentation is quite constant as the critical value of the deformation increases.

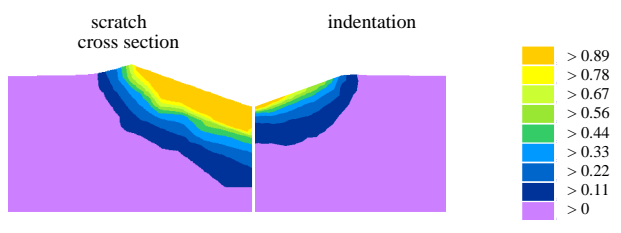
The volume average deformation increases as the rheological factor increases for both indentation and scratch, for $X \leq 200$ (figure 2.37). It confirms that the deformation level depends on the scratched or indented material. The volume average deformation is twice as large for $X=100$ than



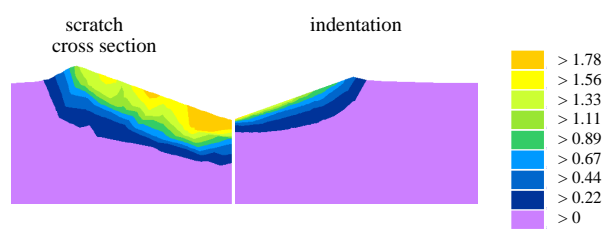
(a) X=1



(b) X=10



(c) X=30



(d) X=100

FIG. 2.36 – Maps of the equivalent plastic strain under load during scratch (cross section, figure 2.35) and indentation for four values of the rheological factor.

for $X=10$ for both indentation and scratch. As the elastic part of the deformation becomes small compared to the deformation imposed by the indenter ($X>200$), ε_v remains constant. For metals ($X>200$), the deformation depends only on the geometry of the indenter. The ratio between the volume average deformation in scratch and indentation is quite constant as the rheological factor increases, its value is close to 1.74 (1.67 for $X>200$).

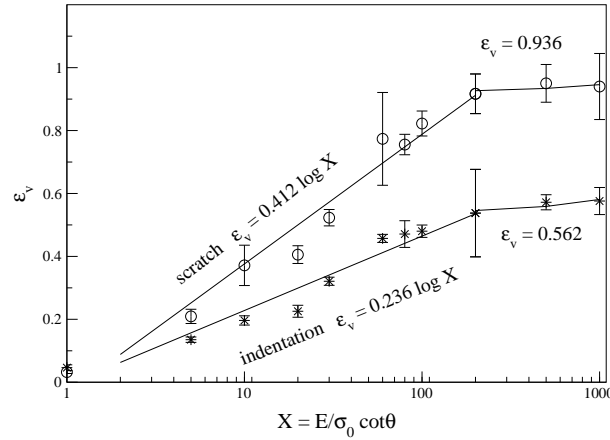


FIG. 2.37 – Volume average deformation computed with equation 2.29 for scratch and indentation as a function of the rheological factor.

Consequences on the representative deformation

The deformation level depends on the material and on the kind of stress acting on it : indentation or scratch. The representative deformation suggested by Johnson 1970 is then modified :

$$\varepsilon_r = f\left(\frac{E}{\sigma_0}, \text{indentation or scratch}\right) \tan \beta, \quad (2.30)$$

where f is a function depending on the kind of material (E/σ_0), and on the kind of stress (indentation or scratch). This function is constant in indentation on metals ($X>200$) and equal to 0.2. According to equation 2.25 and figure 2.37 we suggest the following formulas :

$$\begin{aligned} \varepsilon_r &= 0.087 \log\left(\frac{E}{\sigma_0} \cot \theta\right) \cot \theta & X \leq 200, \text{ indentation} \\ \varepsilon_r &= 0.2 \cot \theta & X > 200, \text{ indentation, Johnson 1970} \\ \varepsilon_r &= 0.151 \log\left(\frac{E}{\sigma_0} \cot \theta\right) \cot \theta & X \leq 200, \text{ scratch} \\ \varepsilon_r &= 0.33 \cot \theta & X > 200, \text{ scratch} \end{aligned}$$

2.3.4 Conclusion

In this work we have been able to compare deformations that occur during scratch and indentation tests for elastic perfectly-plastic materials. It has been done with a three dimensional finite element code with a cone of semi apical angle 70.3 degree and for a wide range of ratio E/σ_0 . We have compared maps of the equivalent plastic strain between scratch and indentation for different ratio E/σ_0 and we have defined a volume average deformation which represents the deformation level in scratch and indentation. First, we have clearly demonstrated that the plastic

deformation level increases as the ratio E/σ_0 increases, for both indentation and scratch. For rheological factor higher than 200, the plastic deformation level remains constant. It means, for example, that the deformation level, is higher for a metal than for a polymer. Second, the plastic deformation level is more important in scratch than in indentation. According to the definition of the representative deformation suggested by Johnson 1970 for indentation with cones on metals, we have suggested similar formulas including the rheological influence and the kind of stress : indentation or scratch.

Acknowledgements

Essilor INTL Coatings Research and Development is acknowledged for its interest for the results and its financial support for part of this work. We wish to express our thanks to Dr P. Montmitonnet for helpful criticisms of the text.

Vitesse de déformation en indentation

J.L. Bucaille^a, E. Felder^{a,*}

^a Centre de Mise en Forme des Matériaux, Ecole des Mines de Paris, 06904 Sophia Antipolis, France

* correspondance : felder@cemef.cma.fr, 04 93 95 74 28

Résumé

Les essais d'indentation et de rayure induisent des déformations, des vitesses de déformation et des contraintes qui ne sont pas homogènes dans le matériau. Ces tests sont souvent utilisés pour étudier les couches minces. Il est donc important de définir un niveau de déformation moyen ainsi qu'une vitesse de déformation moyenne lors de ces essais, en particulier pour des matériaux viscoplastiques. Nous nous sommes attachés à définir une vitesse de déformation moyenne. Nous proposons une formule où la vitesse de déformation moyenne dépend de la cinématique de l'indenteur, mais également de la géométrie de l'indenteur. A partir de simulations axisymétriques de l'indentation sur un logiciel éléments finis commercial, nous avons montré, par exemple, que pour une cinématique fixée et pour deux essais conduits avec des indenteurs coniques de demi-angles 30° et $70,3^\circ$, la vitesse de déformation moyenne est cinq fois plus grande pour le premier indenteur. Pour des indenteurs sphériques, une vitesse de pénétration d'indenteur constante permet d'avoir des cartes de vitesse de déformation sensiblement constantes quelle que soit la pénétration de l'indenteur.

mots clés : Indentation, vitesse de déformation, viscoplasticité, simulation numérique

2.4.1 Introduction

Pour imposer une déformation constante au cours d'un essai d'indentation ou de rayure, quelle que soit la pénétration, il est indispensable d'utiliser un indenteur conique avec un défaut de pointe faible devant la pénétration [69]. Johnson [45] propose une définition du niveau de déformation moyen imposé par des indenteurs coniques sur des métaux :

$$\bar{\varepsilon} = 0,2 \cot \theta, \quad (2.31)$$

où θ est le demi-angle de l'indenteur (figure 2.38). On recense également d'autres travaux où est estimé le niveau de déformation moyen imposé en indentation par des indenteurs coniques ou sphériques sur des métaux ou polymères (Atkins et Tabor [3], Laval [50], Bucaille *et al.* [20]).

Les travaux concernant la vitesse de déformation moyenne en indentation sont, par contre, moins nombreux. Afin d'étudier la sensibilité à la vitesse de déformation de plusieurs matériaux visqueux avec un indenteur Berkovich en nanoindentation, Mayo et Nix [56] définissent la vitesse

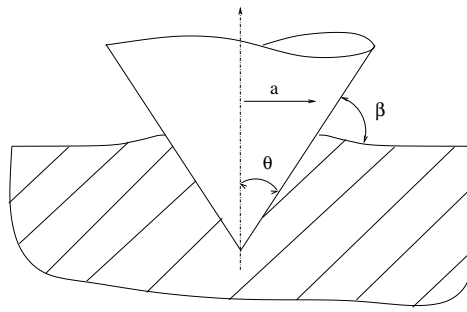


FIG. 2.38 – Paramètres géométriques pour un indenteur conique de révolution.

de déformation par :

$$\dot{\varepsilon}_i = \frac{dh/dt}{h} = \frac{\dot{h}}{h}. \quad (2.32)$$

Pour des essais pilotés à vitesse de chargement constante : $dP/dt = \dot{P} = \text{constante}$, la vitesse de déformation est calculée en traçant la pente de $\ln h$ en fonction du temps, sur un intervalle de pénétration restreint.

A partir de cette définition, Lucas *et al.* [52] ont développé une méthode pour conduire un test d'indentation avec une pyramide à une vitesse de déformation qui soit constante quelle que soit la pénétration. Cette démarche présentée pour un indenteur Berkovich est également valable pour tout indenteur conique.

La dureté d'un matériau est, par définition, le rapport entre la force normale, P , et la surface de contact projetée, A :

$$H_n = \frac{P}{A} = \frac{P}{C_0 h^2}. \quad (2.33)$$

Pour un indenteur conique à pointe parfaite, A est directement liée à la pénétration, h , par un facteur dépendant de la géométrie de l'indenteur : $C_0=24,5$, pour le Berkovich. Une dérivation de cette expression montre que :

$$\frac{\dot{h}}{h} = \frac{1}{2} \left(\frac{\dot{P}}{P} - \frac{\dot{H}_n}{H_n} \right). \quad (2.34)$$

La vitesse de déformation en indentation, $\dot{\varepsilon}_i$, est définie égale à \dot{h}/h . Pour que l'essai d'indentation soit conduit à une déformation et une vitesse de déformation constantes, la dureté doit être constante quelle que soit la pénétration de l'indenteur, ce qui implique :

$$\dot{\varepsilon}_i = \frac{\dot{h}}{h} = \frac{1}{2} \frac{\dot{P}}{P}. \quad (2.35)$$

Les essais de Lucas *et al.* [52] à \dot{P} constant et \dot{P}/P constant montrent que, dans le premier cas H_n et $\frac{\dot{h}}{h}$ ne sont pas constants ; dans le second cas, ces deux grandeurs sont indépendantes de la pénétration. Ces expériences montrent clairement l'intérêt de ce mode de pilotage pour les

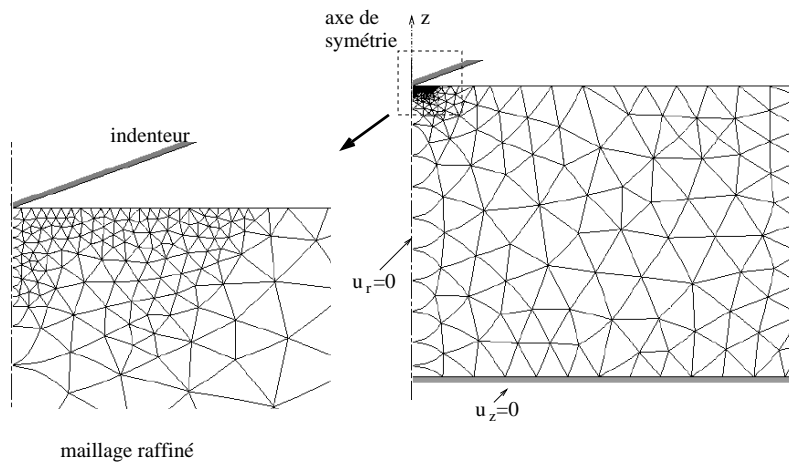


FIG. 2.39 – Caractéristiques du maillage éléments finis.

mesures de dureté sur des matériaux visqueux.

Des expériences menées sur un polycarbonate avec une pyramide Berkovich à trois vitesses de chargement $c = \dot{P}/P$ constantes confirment l'équation 2.35 (tableau 2.6).

c consigne (s^{-1})	0,1	0,01	0,001
c mesuré (s^{-1})	0,0892	0,0097	0,00103
\dot{h}/h mesuré (s^{-1})	0,0493	0,00536	0,000548

TAB. 2.6 – Comparaison entre le rapport \dot{h}/h et \dot{P}/P pour un polycarbonate.

Néanmoins, ces travaux ne précisent nullement la valeur moyenne de la vitesse de déformation lors de l'essai. C'est ce point qui est l'objet de notre étude.

2.4.2 Simulation numérique de l'indentation

Pour simuler l'essai d'indentation, nous avons utilisé le code axisymétrique éléments finis Forge2[®]. La principale caractéristique de ce code est sa procédure de remaillage automatique, ce qui permet des calculs numériques en grandes déformations. Les éléments du maillage sont des triangles à six noeuds (figure 2.39). Pour avoir une bonne définition du contact au voisinage de l'indenteur, le maillage est raffiné : la longueur caractéristique d'un élément près de l'indenteur est de 0,10 mm, et de 3 mm loin de l'indenteur. La pénétration maximale de l'indenteur est de 0,7 mm. Lors de simulations préliminaires, la taille du domaine a été modifiée afin de vérifier qu'il n'y a pas d'effets de bord. La taille optimale obtenue est de 40 mm selon l'axe x et de 30 mm selon l'axe z. L'indenteur est parfaitement rigide. Au cours de l'indentation, nous imposons la vitesse de pénétration de l'indenteur.

2.4.3 Résultats

Importance du mode de pilotage

A partir de simulations numériques axisymétriques de l'indentation avec le cône de révolution $\theta=70,3$ degré, équivalent au sens du volume déplacé aux indenteurs Berkovich et Vickers, nous avons comparé les cartes de vitesse de déformation généralisée, $\dot{\epsilon}_{eq}$, à plusieurs pénétrations

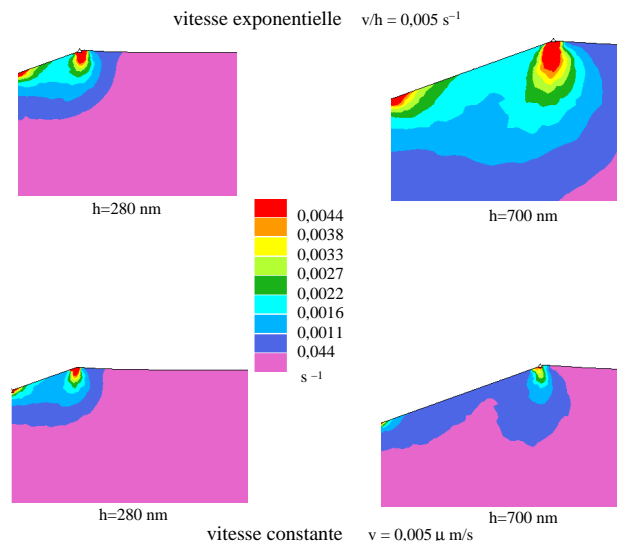


FIG. 2.40 – Cartes de vitesse de déformation généralisée obtenues par simulation numérique axisymétrique, $\theta=70,3$ degré.

d'un matériau visqueux et pour deux types de cinématiques de l'indenteur. Le matériau est rigide viscoplastique, la contrainte d'écoulement est de la forme :

$$\sigma_0 = K\dot{\epsilon}^m, \quad (2.36)$$

avec $K=90 \text{ MPa}\cdot\text{s}^{-m}$ et $m=0,2$. Nous avons choisi de piloter l'indenteur avec une vitesse de pénétration exponentielle, ce qui permet d'avoir un rapport \dot{h}/h constant et égal à $0,005 \text{ s}^{-1}$; et une autre cinématique avec une vitesse constante : $\dot{h}=0,005 \text{ }\mu\text{m/s}$. Nous avons comparé les vitesses de déformation généralisées pour deux pénétrations : $h=280 \text{ nm}$ et $h=700 \text{ nm}$ (figure 2.40). Dans le cas du pilotage à \dot{h}/h constant, les cartes sont similaires, on constate que les zones d'une même couleur sont plus étalées pour $h=700 \text{ nm}$ mais les proportions sont identiques. l'augmentation de pénétration provoque, comme prévu, une homothétie du champ des vitesses de déformation. Pour le pilotage \dot{h} constant, on observe une nette diminution de la vitesse de déformation généralisée lorsque h augmente. On sollicite, en effet, une zone plus grande lorsque l'indenteur s'enfonce, mais la vitesse reste identique, si bien que le rapport \dot{h}/h devient plus faible lorsque h augmente.

Les travaux de Lucas *et al.* [52] et nos travaux montrent que le pilotage exponentiel permet d'obtenir un essai d'indentation à champ de vitesse de déformation constant, pour des indenteurs coniques. Mayo et Nix [56] et Lucas *et al.* [52] considèrent que la vitesse de déformation moyenne en indentation, $\dot{\epsilon}_i$ est égale à \dot{h}/h . Dans la section suivante nous proposons une définition de la vitesse de déformation moyenne en indentation étendue à d'autres indenteurs.

Estimation de la vitesse de déformation pour des indenteurs coniques

Une analyse dimensionnelle montre que la vitesse de déformation moyenne est de la forme :

$$\dot{\epsilon}_i \propto \frac{\partial V_z}{\partial z} = \frac{\dot{h}}{a}. \quad (2.37)$$

On obtient donc, pour un indenteur conique de révolution :

$$\dot{\varepsilon}_i \propto \cot \theta \frac{\dot{h}}{h} = \frac{\cot \theta \dot{P}}{2P}, \quad (2.38)$$

$$\dot{\varepsilon}_i = \alpha \frac{\dot{P}}{P}. \quad (2.39)$$

Nous proposons une définition de $\dot{\varepsilon}_i$ où l'on introduit un paramètre α qui varie linéairement avec $\cot \theta$. Afin de vérifier ce comportement et de trouver le coefficient α , nous avons fait des simulations numériques axisymétriques sur Forge2[®]. Dans un premier temps, nous détaillons la démarche utilisée, et ensuite nous présenterons les résultats et les conclusions des simulations.

Méthode

Pour un matériau, la dureté normale est proportionnelle à la contrainte d'écoulement :

$$H_n = \bar{p}\sigma_0, \quad (2.40)$$

où \bar{p} est proche de 3 pour des métaux avec θ grand. Pour des matériaux élastoplastiques ce rapport varie entre 1 et 3, et dépend de la part de la déformation élastique dans la déformation totale. La loi d'écoulement plastique du matériau est modélisée par sa consistance K et sa sensibilité à la vitesse de déformation m : $\sigma_0 = K\dot{\varepsilon}^m$. Les équations 2.39 et 2.40 impliquent donc pour un indenteur de géométrie fixe :

$$H_n = \bar{p}K\left(\alpha\frac{\dot{P}}{P}\right)^m, \quad \text{et} \quad (2.41)$$

$$\ln H_n = \ln(\bar{p}K) + m \ln\left(\alpha\frac{\dot{P}}{P}\right). \quad (2.42)$$

Pour un rapport \dot{P}/P et une consistance fixés, nous faisons varier m de 0,1 à 0,5. Dans un graphe $\ln H_n$ en fonction de m , on détermine \bar{p} et α . Pour des matériaux élastoplastiques, \bar{p} n'est pas constant lorsque m varie, $\ln H_n$ n'est donc pas une fonction linéaire de m . Les simulations sont donc effectuées avec des matériaux de module d'Young très élevé, pour lesquels \bar{p} est constant quelle que soit la rhéologie. Un exemple de graphe $\ln H_n$ en fonction de m est représenté sur la figure 2.41, pour $\theta=70,3^\circ$, $K=100 \text{ MPa}\cdot\text{s}^{-m}$ et $c=0,1 \text{ s}^{-1}$. Les points obtenus par simulation sont parfaitement bien alignés et vérifient l'équation 2.42. Dans cet exemple, on obtient $\bar{p}=2,99$ et $\alpha=0,108$. Pour cet indenteur, nous avons fait six séries de simulations avec les paramètres K et c du tableau 2.7. Les valeurs de \bar{p} et α sont relativement constantes pour les 6 couples K et c , les valeurs moyennes de \bar{p} et α sont de 2,94 et 0,116, avec des écarts maximum de 10 % et 27 %. La valeur obtenue de \bar{p} est conforme à ce que l'on retrouve dans la littérature pour des matériaux rigides plastiques avec cet indenteur. Ces différentes séries de simulation permettent de mettre en évidence que la détermination de \bar{p} et α ne dépend pas de la consistance choisie et de la vitesse de chargement.

Influence de l'angle de l'indenteur

Pour une consistance égale à $100 \text{ MPa}\cdot\text{s}^{-m}$ et $c=0,01 \text{ s}^{-1}$, nous faisons varier l'angle de l'indenteur : $\theta=30^\circ, 45^\circ, 60^\circ, 70,3^\circ, 80^\circ$. Il s'agit de vérifier ici que le paramètre α est, dans le cas d'indenteurs coniques de révolution, proportionnel à $\cot \theta$ (équation 2.38). On remarque,

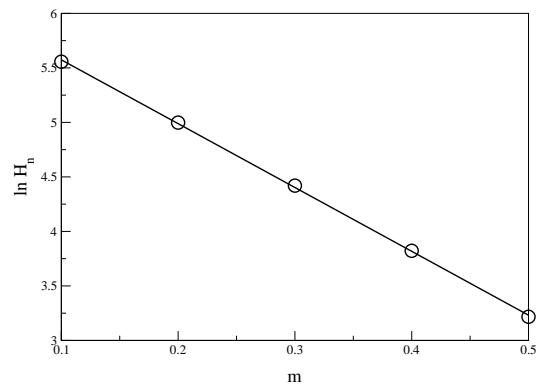


FIG. 2.41 – Evolution de $\ln H_n$ en fonction de m , $\theta=70,3^\circ$, $K=100 \text{ MPa}\cdot\text{s}^{-m}$, $c=0,1 \text{ s}^{-1}$.

$K \text{ (MPa}\cdot\text{s}^{-m})$	100	100	100	200	500	1000
$c \text{ (s}^{-1})$	0,1	0,01	0,001	0,1	0,1	0,1
\bar{p}	2,99	2,78	3,10	2,86	2,86	3,02
α	0,108	0,135	0,099	0,123	0,124	0,106

TAB. 2.7 – Calcul de \bar{p} et α pour 6 couples K et c , $\theta=70,3^\circ$.

tout d'abord, que \bar{p} est constant et proche de 3 pour $\theta > 60^\circ$, et que \bar{p} décroît lorsque θ diminue (figure 2.42). Ce même comportement a été observé théoriquement par Chitkara et Butt [28] et Hill *et al.* [41] pour des cônes et des dièdres indentant des corps rigides parfaitement plastiques. Le paramètre α diminue lorsque l'angle de l'indenteur augmente. On remarque que l'évolution de α peut être associée à $1/2 \cot \theta$. On en déduit que :

$$\alpha = 0,3 \cot \theta. \quad (2.43)$$

Pour des indenteurs coniques de révolution on aboutit à la relation suivante :

$$\dot{\varepsilon}_i = 0,6 \cot \theta \frac{\dot{h}}{h} = 0,3 \cot \theta \frac{\dot{P}}{P}. \quad (2.44)$$

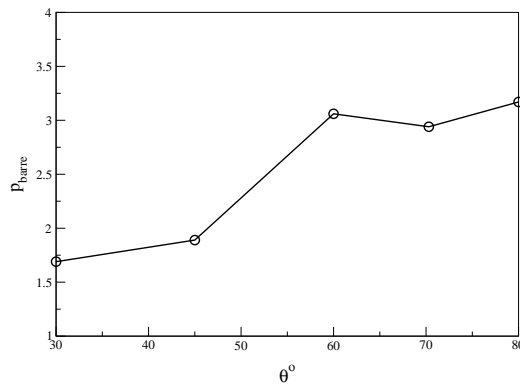


FIG. 2.42 – Evolution de \bar{p} en fonction de θ , $K=100 \text{ MPa}\cdot\text{s}^{-m}$, $c=0,01 \text{ s}^{-1}$.

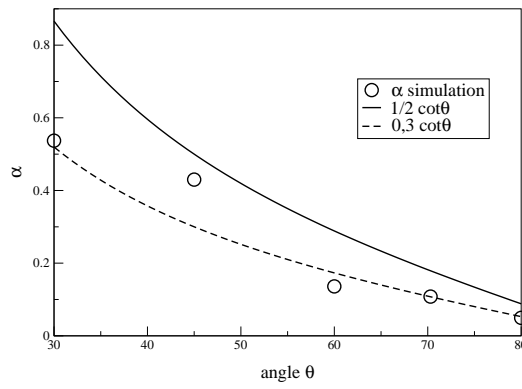


FIG. 2.43 – Evolution de α et $1/2 \cot \theta$ en fonction de θ , $K=100 \text{ MPa}\cdot\text{s}^{-m}$, $c=0,01 \text{ s}^{-1}$.

Cette formule est semblable aux formules données pour calculer le niveau de déformation moyen imposé par un indenteur conique de révolution (équation 2.31). Il en ressort que pour une même valeur de \dot{P}/P , la vitesse de déformation moyenne pour un indenteur $\theta=70,3^\circ$ est 5 fois plus faible que pour un indenteur $\theta=30^\circ$. Dans un cas plus général, avec l'équation 2.37, on obtient :

$$\dot{\epsilon}_i = 0,6 \frac{\dot{h}}{a} \quad (2.45)$$

Vitesse de déformation pour des indenteurs sphériques

Nous allons vérifier que la relation 2.45 établie ci-dessus pour des indenteurs coniques est plus appropriée que \dot{h}/h pour avoir une vitesse de déformation constante avec des indenteurs sphériques. Pour un indenteur sphérique, imposer une vitesse de déformation constante ($\dot{h}/a=\text{cte}$) avec la pénétration revient à avoir une cinématique qui suit les lois suivantes :

$$h = R(1 - \cos(ct)) \quad \text{et} \quad \dot{h} = Rc \sin(ct). \quad (2.46)$$

Si $a/R \sim \sin \beta$ est petit, où β est l'angle d'attaque du matériau à la limite du contact, on obtient :

$$h = \frac{R}{2}(ct)^2 \quad \text{et} \quad \dot{h} = Rc^2t. \quad (2.47)$$

Nous avons donc comparé les cartes de vitesse de déformation généralisée pour un indenteur sphérique de rayon $5 \mu\text{m}$, et pour quatre cinématiques différentes (figure 2.44) :

- $\dot{h} = \text{constante} = 0,001 \mu\text{m/s}$;
- $\dot{h} = 5 \cdot 10^{-6} \text{ t}$;
- $\dot{h} = 0,005 \sin(0,001 \text{ t})$;
- $\dot{h} = 5 \cdot 10^{-6} e^{0,001t}$.

Le matériau est viscoplastique, la contrainte d'écoulement plastique suit la loi suivante : $\sigma_0=180 \cdot \dot{\epsilon}^{0,2}$. Nous avons comparé les cartes de vitesse de déformation généralisée pour trois pénétrations : $0,2 \mu\text{m}$ ($\beta=16^\circ$), $0,7 \mu\text{m}$ ($\beta=30^\circ$) et $1,5 \mu\text{m}$ ($\beta=45^\circ$). Les échelles de vitesse de déformation généralisée ont été choisie pour que les cartes soient les mêmes à $h=0,7 \mu\text{m}$. Nous

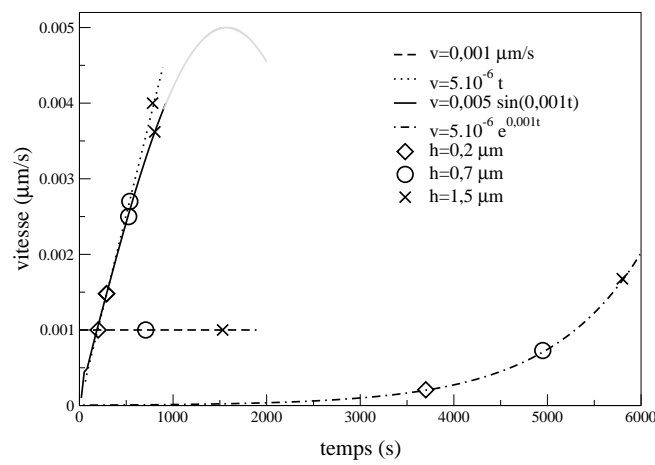


FIG. 2.44 – Cinématiques de pilotage pour l'indenteur sphérique, $R=5 \mu\text{m}$.

pouvons ainsi comparer les cartes pour $h=0,2 \mu\text{m}$ et $h=1,5 \mu\text{m}$ (figures 2.45, 2.46, 2.47 et 2.48).

D'une manière générale, les isovaleurs sont sphériques et décroissent lorsque leur rayon augmente. On observe une zone de valeur maximale autour de la limite du contact entre l'indenteur et le matériau.

Dans le cas de la cinématique constante, la vitesse de déformation diminue lorsque la pénétration augmente : les zones de couleur significatives proches du contact matériau indenteur sont oranges juste sous l'indenteur pour $h=0,2 \mu\text{m}$ et deviennent vertes claires pour $h=1,5 \mu\text{m}$. La zone sollicitée par l'indenteur est en effet plus grande lorsque la pénétration augmente, alors que la vitesse reste la même. La vitesse de déformation généralisée est donc plus faible.

Les cartes pour les cinématiques linéaires et sinusoïdales sont identiques. On remarque que les évolutions de la vitesse avec le temps sont voisines pour les domaines de temps et de pénétration qui nous concernent. La vitesse de déformation augmente lorsque la pénétration augmente : les zones de couleur significatives proches du contact matériau indenteur sont vertes pour $h=0,2 \mu\text{m}$ et deviennent rouges pour $h=1,5 \mu\text{m}$. Ces deux cinématiques ne permettent donc pas d'avoir un essai à vitesse de déformation qui soit rigoureusement constante pour un indenteur sphérique.

La cinématique exponentielle qui permet d'avoir un rapport \dot{h}/h constant lors de l'indentation, ne donne pas des cartes de vitesse de déformation similaires lorsque h augmente. On remarque que la vitesse de déformation augmente fortement pour h variant de $0,2 \mu\text{m}$ à $h=1,5 \mu\text{m}$, dans des proportions beaucoup plus grandes que pour les cinématiques linéaires et sinusoïdales.

L'analyse de l'évolution de la dureté normale en fonction de la pénétration est assez délicate (figure 2.49). Lorsque la pénétration augmente, l'évolution de la dureté normale est contrôlée par deux phénomènes :

- Si la vitesse de déformation varie, la contrainte d'écoulement varie également.
- Le facteur \bar{p} est égal à 3 pour des angles d'attaque faibles, il diminue ensuite lorsque β augmente (figure 2.42).

Dans le cas de la cinématique constante, \bar{p} et la vitesse de déformation diminuent, si bien

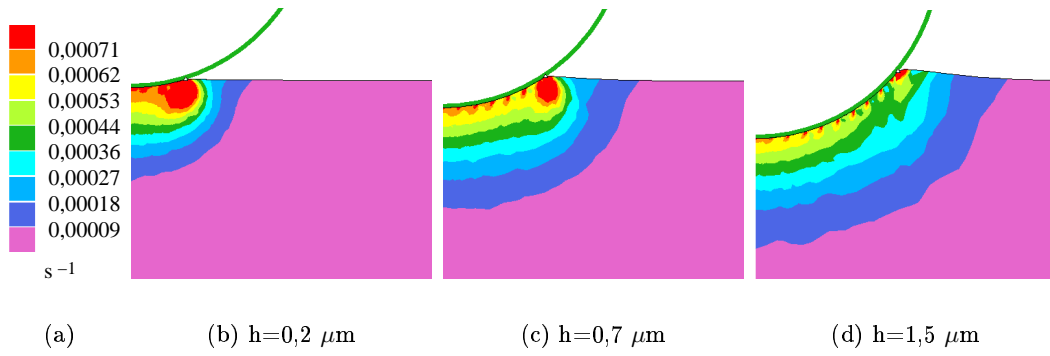


FIG. 2.45 – Cartes de vitesse de déformation généralisée pour la vitesse constante.

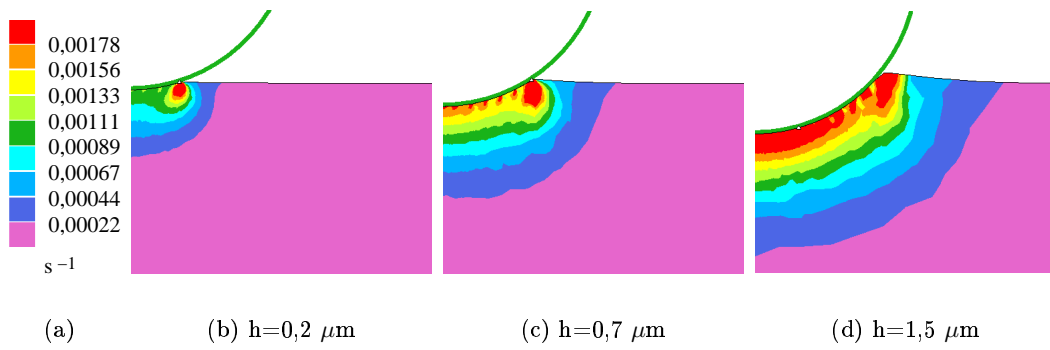


FIG. 2.46 – Cartes de vitesse de déformation généralisée pour la vitesse linéaire.

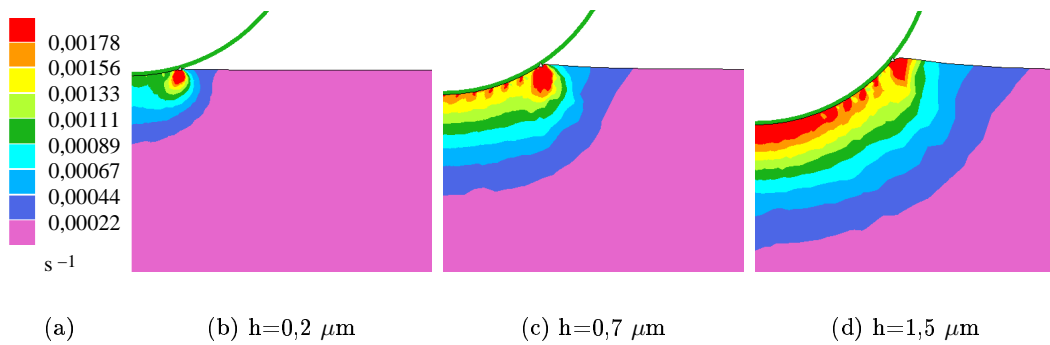


FIG. 2.47 – Cartes de vitesse de déformation généralisée pour la vitesse sinusoïdale.

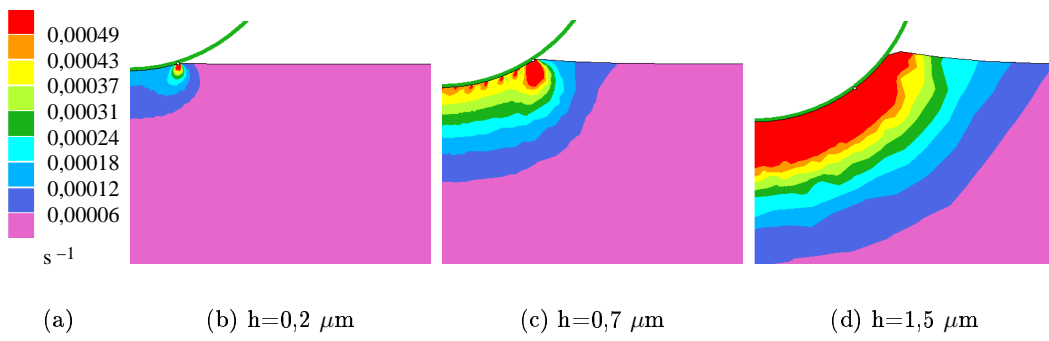


FIG. 2.48 – Cartes de vitesse de déformation généralisée pour la vitesse exponentielle.

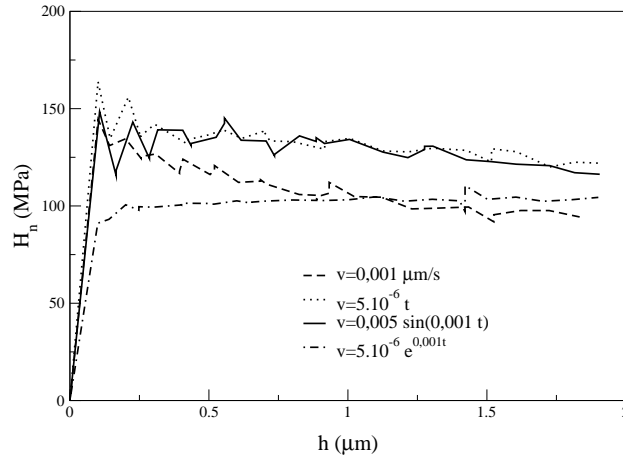


FIG. 2.49 – Dureté normale en fonction de la pénétration pour l’indenteur sphérique et pour quatre cinématiques.

que la dureté chute lorsque h augmente. Pour les cinématiques linéaires et sinusoïdales, \bar{p} diminue, mais la vitesse de déformation augmente. La figure 2.49 montre que finalement la dureté diminue : l’évolution de \bar{p} est prépondérante devant celle de $\dot{\epsilon}_i$. Pour la cinématique exponentielle, la diminution de \bar{p} est compensée par l’augmentation de $\dot{\epsilon}_i$, si bien que la dureté normale reste constante lorsque la pénétration augmente.

La vitesse de déformation moyenne imposée lors d’un essai d’indentation avec un indenteur sphérique n’est donc pas proportionnelle au rapport \dot{h}/h . Une cinématique d’indenteur permettant d’avoir le rapport \dot{h}/a constant lorsque la pénétration augmente permet d’avoir des cartes de vitesse de déformation relativement similaires. Il apparaît également qu’une vitesse constante soit assez bien adaptée pour imposer une faible évolution des cartes de vitesse de déformation.

2.4.4 Conclusions

Le présent travail de simulation numérique confirme les travaux de Lucas *et al.* [52] sur le choix d’un pilotage exponentiel pour obtenir une vitesse de déformation constante quelle que soit la pénétration, pour des indenteurs coniques. Pour un indenteur conique de révolution équivalent à la pyramide Berkovich ou la pyramide Vickers, nous avons montré que le niveau de vitesse de déformation moyen est dix fois inférieur au rapport \dot{P}/P .

Pour des indenteurs coniques de révolution, nous proposons une formule reliant la vitesse de déformation moyenne à la cinématique de l'indenteur et à la valeur de son angle. Nous avons montré, en particulier, que les vitesses de déformation pour un indenteur conique de demi-angle $70,3^\circ$ sont 5 fois plus faibles que pour un indenteur de demi-angle 30° , ceci pour une même cinématique.

Lors de l'indentation de matériaux viscoplastiques par des sphères, un pilotage exponentiel augmente fortement la vitesse de déformation lorsque la pénétration augmente. Pour ces indenteurs, un pilotage à vitesse constante permet de maintenir des vitesses de déformation relativement constantes. Dans le but de garder une vitesse de déformation constante et pour les applications pratiques avec des indenteurs coniques avec une pointe émoussée (assimilée à une portion de sphère), nous préconisons donc en premier lieu de piloter l'indenteur à vitesse constante, puis à vitesse exponentielle dès que la partie conique est atteinte.

Remerciements

Nous tenons à remercier la société Essilor International pour l'intérêt porté aux résultats scientifiques ainsi que pour leur participation financière.

2.5 Etude du contact matériau indenteur

Le comportement des matériaux lors des essais d'indentation et de rayure dépend du frottement entre l'indenteur et le matériau. Nous avons vu en particulier que l'ajout de lubrifiant lors de la rayure sur un polymère permet de supprimer totalement des endommagements (figure 2.3). Pour simuler ces essais, il est donc fondamental de pouvoir estimer la valeur du frottement. Après avoir choisi notre modèle de frottement, nous présentons la démarche que nous utiliserons pour déterminer le coefficient de frottement. A partir de simulations numériques sur une rhéologie simple, nous testerons l'efficacité de cette méthode. Nous présenterons ensuite les valeurs de frottement que nous obtenons et que nous utiliserons pour déterminer la rhéologie de nos matériaux et pour simuler numériquement l'essai de rayure.

2.5.1 Modélisation du frottement

Notre but est de choisir un modèle de frottement relativement simple qui puisse être compatible avec les codes de calcul que nous utilisons. La loi de frottement de Tresca définit la cission de frottement lorsqu'il y a glissement à l'interface matériau indenteur, comme suit :

$$\tau = \bar{m} \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}}, \quad (2.48)$$

où \bar{m} est le coefficient de Tresca compris entre 0 et 1, σ_0 est la contrainte d'écoulement du matériau. La cission est donc directement proportionnelle à la contrainte d'écoulement du matériau. La caractéristique principale de la rhéologie des polymères que nous modéliserons dans le chapitre suivant est un écrouissage très fort pour les grandes déformations. La rhéologie des polymères est encore mal connue aux grandes déformations et son identification est encore incertaine. Le code donne des valeurs de contrainte très élevées, là où le matériau est en réalité probablement endommagé. La cission de frottement atteindrait donc des valeurs très supérieures aux valeurs que l'on a réellement au contact.

Nous avons choisi de modéliser le frottement par une loi de Coulomb :

$$\tau = \mu p. \quad (2.49)$$

Lorsqu'il y a glissement entre le matériau et l'indenteur, la cission de frottement est proportionnelle à la pression de contact par l'intermédiaire du coefficient de frottement de Coulomb, μ . Si la plasticité du matériau est modélisé par une loi de von Mises, la cission de frottement est limitée par $\sigma_0/\sqrt{3}$. Le coefficient de frottement de Coulomb est supposé constant sur toute l'aire de contact et indépendant de la déformation et de la vitesse de déformation.

2.5.2 Détermination du coefficient de frottement

Nous allons déterminer le coefficient de frottement de Coulomb à partir de l'essai de rayure, nous sommes ainsi dans des conditions de déformation et de vitesse de déformation identiques à celles que l'on va simuler. Le frottement apparent ($\mu_0 = F_t/W$) se décompose en une partie de labourage et une partie adhésive, liée au frottement entre l'indenteur et le matériau (section 2.1.2). Supposons que la rayure par un cône de révolution, se forme dans les conditions suivantes : la cission de frottement est parallèle à la surface de l'échantillon, les contraintes de contact sont uniformes, le contact se fait sur un demi-disque et la hauteur des bourrelets est uniforme sur

tout le pourtour du contact. Le frottement apparent a alors pour expression :

$$\mu_0 = \frac{2}{\pi} \cotan\theta + \mu \frac{2}{\pi \sin\theta} \quad (2.50)$$

Pour un cône de demi angle $\theta=70,3^\circ$, on obtient :

$$\mu_0 = 0,228 + \mu 0,676. \quad (2.51)$$

Pour ce type d'indenteur, l'expression du frottement apparent est indépendante de la pénétration de l'indenteur. La mesure du frottement apparent donne donc une valeur moyenne du coefficient de frottement de Coulomb, μ .

2.5.3 Validation du modèle

L'outil de simulation numérique Forge3[®] permet d'effectuer des simulations numériques de la rayure en faisant varier le coefficient de frottement de Coulomb et de calculer le frottement apparent. Avec l'équation 2.50, on en déduit une valeur du coefficient de frottement de Coulomb. On compare enfin la valeur de μ imposée lors du calcul et celle déduite de l'équation 2.50. Les caractéristiques et les fonctionnalités de Forge3[®] seront décrites dans le chapitre 4.

Le matériau est homogène et isotrope et est modélisé par une loi élastique parfaitement plastique. Le module d'Young est de 210 GPa et la contrainte d'écoulement de 745 MPa. La cisssion normale est limitée par le critère de plasticité de von Mises $\tau = \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}}$. Si l'on admet que la dureté rayure est une valeur moyenne de la pression de contact, on a alors une pression de contact qui vaut environ trois fois la contrainte d'écoulement, résultat classique en indentation et en rayure pour un matériau très plastique :

$$\mu = \frac{\tau}{p} \leq \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} \cdot \frac{1}{3\sigma_0} = \frac{1}{3\sqrt{3}} \simeq 0,2 \quad (2.52)$$

Pour rester dans un domaine où la cisssion de frottement est proportionnelle à la pression de contact, il faut fixer le coefficient de frottement de Coulomb à une valeur inférieure à 0,2. Nous avons donc choisi 4 valeurs de coefficient de frottement de Coulomb, en plus du cas parfaitement lubrifié : 0,05, 0,1, 0,15 et 0,2.

Le frottement apparent calculé par le code de simulation numérique, pour chaque simulation est reporté dans le tableau 2.8, on en déduit le coefficient de frottement de Coulomb. Ce coefficient est toujours supérieur d'au moins 50 % au coefficient de frottement réellement imposé (figure 2.50). Ce modèle ne convient donc pas parfaitement même si les ordres de grandeurs sont respectés. La valeur composante de labourage pur est la même que la valeur du frottement apparent lorsque $\mu=0$. Il semble donc que ce soit la modélisation de la composante adhésive qui ne soit pas bien adaptée.

μ_{impose}	0	0,05	0,1	0,15	0,2
μ_0	0,225	0,281	0,336	0,399	0,439

TAB. 2.8 – Valeur du frottement apparent en fonction du frottement de Coulomb .

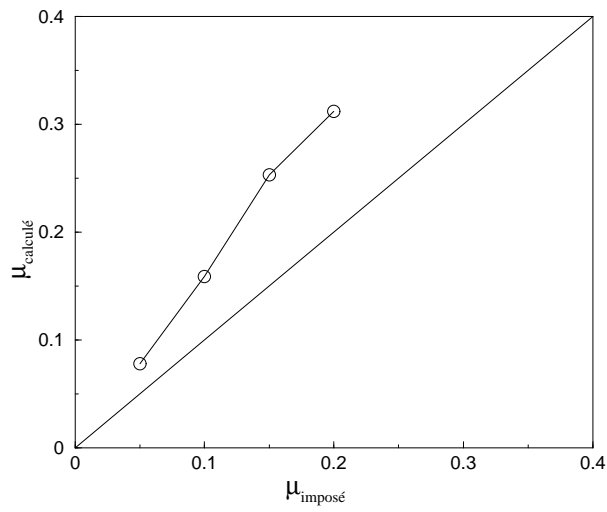


FIG. 2.50 – Comparaison du frottement de Coulomb imposé lors des simulations et du coefficient calculé avec l'équation 2.51.

2.5.4 Modèle avec une cission d'angle variable

Dans le modèle précédent, nous avons considéré que la cission de frottement est horizontale. Afin de tenir compte de l'orientation de la cission de frottement, qui est située dans le plan tangent au cône au point considéré, on introduit un paramètre supplémentaire γ (figure 2.51). Les équations de l'équilibre statique de l'indenteur aboutissent aux expressions des forces suivantes (où R est le rayon du demi-disque de contact) :

$$W = \frac{\pi}{2} R^2 \left(p - \tau \frac{\sin \gamma}{\sin \theta} \right) \quad (2.53)$$

$$F_t = \frac{R^2}{\sin \theta} (p \cos \theta + \tau \cos \gamma) \quad (2.54)$$

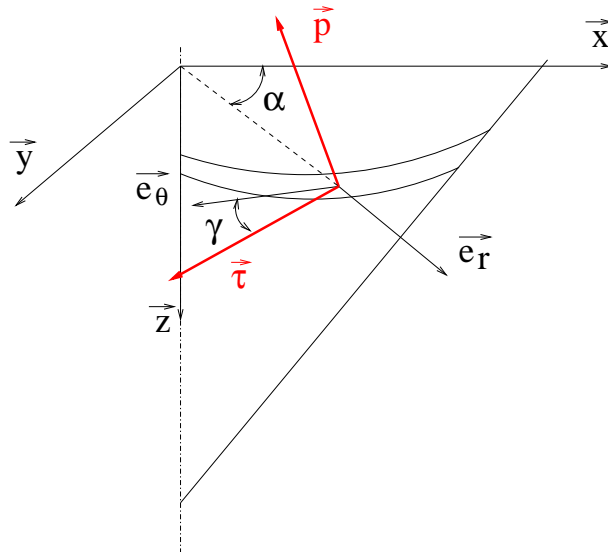


FIG. 2.51 – Schématisation des contraintes de contact dans le cas où la cission de frottement a une composante verticale.

On exprime τ et p :

$$\tau = \frac{\tan \theta}{R^2} \frac{F_t - \frac{2}{\pi} \frac{W}{\tan \theta}}{\frac{\cos \gamma}{\cos \theta} + \frac{\sin \gamma}{\sin \theta}} \quad (2.55)$$

$$p = \frac{\sin \theta}{R^2} \frac{F_t \sin \gamma + \frac{2}{\pi} W \cos \gamma}{\cos \theta \sin \gamma + \sin \theta \cos \gamma} \quad (2.56)$$

$$\frac{\tau}{p} = \frac{F_t \sin \theta - \frac{2}{\pi} W \cos \theta}{\frac{2}{\pi} W \cos \gamma + F_t \sin \gamma} \quad (2.57)$$

Les forces tangentielles et normales ainsi que le rayon de contact sont donnés par les résultats des simulations numériques. Pour déterminer l'angle γ , nous avons utilisé la démarche proposée par Jardret *et al.* [44]. On trace l'évolution des contraintes τ et p en fonction de l'angle γ . Les solutions acceptables sont celles pour lesquelles les contraintes sont positives. On obtient ensuite une valeur moyenne de la pression de contact et de la cission de frottement, ainsi qu'une plage d'angles acceptables. L'équation proposée par Jardret *et al.* [44] contient des imprécisions. Dans les équations 7 et 8 de leur article, les auteurs ont utilisé l'expression $\sqrt{1 - \cos^2 \gamma}$ à la place de $\sin \gamma$. La première expression est toujours positive alors que la seconde devient négative. Le dénominateur écrit dans l'équation 7 s'annule pour γ égal à 125° ou 235° . Le même dénominateur écrit avec $\sin \gamma$ s'annule pour γ égal à 125° et 305° , ce qui est conforme au tracé de la figure 15 de l'article de Jardret *et al.* [44]. Il semblerait donc que le tracé de la courbe soit tout de même effectué avec $\sin \gamma$. Autre imprécision, le signe $+$ après $\cos \gamma$ est inexact et doit être remplacé par le signe $*$.

Application numérique dans le cas $\mu = 0,05$:

$$F_t = 86\,040 \text{ N}$$

$$W = 306\,626 \text{ N}$$

$$R = 14,624 \text{ mm}$$

$$\tau = \frac{210,9}{2,967 \cos \gamma + 1,062 \sin \gamma} \quad (2.58)$$

$$p = \frac{859,3 \cos \gamma + 378,7 \sin \gamma}{0,337 \sin \gamma + 0,9415 \cos \gamma} \quad (2.59)$$

$$\frac{\tau}{p} = \frac{15200}{195210 \cos \gamma + 86040 \sin \gamma} \quad (2.60)$$

Les résultats des simulations numériques montrent que dans nos conditions de calcul, la matière plonge sous l'indenteur sur toute la surface de contact. De plus, la matière s'écoule toujours dans la même direction. L'étude porte donc sur un angle γ variant de 0 à 90° . La figure 2.52 représente l'évolution du rapport de la cission de frottement et de la pression de contact en fonction de l'angle γ . La courbe passe par un minimum pour un angle de $23,8^\circ$, la valeur de τ/p en ce point est de $0,071$. Introduire une cission de frottement de direction variable permet donc de diminuer le rapport des contraintes, mais on se situe encore loin de la valeur réellement imposée lors du calcul ($\mu = 0,05$). Cette voie ne semble donc pas la plus importante à privilégier. Pour garder des expressions analytiques relativement simples, nous considérerons, par la suite, que la cission de frottement est horizontale.

Pour améliorer ces modèles, il serait intéressant de considérer que la pression et la cission de contact ont une répartition non constante, ou bien que la hauteur du bourrelet n'est pas uniforme. Ces voies n'ont pas été explorées dans ce travail.

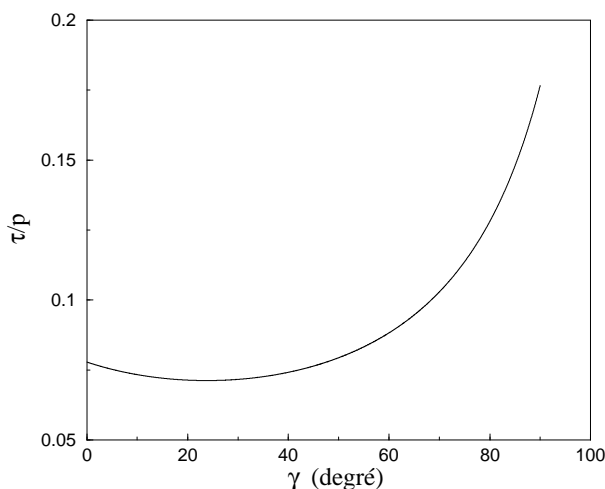


FIG. 2.52 – Evolution du rapport de la cission de frottement et de la pression de contact en fonction de l'angle de la cission de frottement par rapport à l'horizontale.

2.5.5 Frottement avec des polymères

Dans le cas de polymères, la part importante de l'élasticité dans la déformation totale induit un contact sur l'arrière de l'indenteur du fait du retour élastique du matériau. Dans le cas d'un indenteur à symétrie de révolution avec une pointe sphérique, nous avons fait l'hypothèse que le contact sur l'arrière de l'indenteur est situé uniquement dans la portion sphérique. Nous verrons grâce aux simulations (chapitre 4) que cette hypothèse est assez discutable compte tenu que le sillon se rétracte également sur les côtés.

Modélisation avec retour élastique

Pour calculer W et F_t , plusieurs termes interviennent :

- la composante avant sur la partie conique ;
- la composante avant sur la partie sphérique ;
- la composante arrière sur la partie sphérique ;
- la composante arrière sur la partie conique.

S'il n'y a pas de retour élastique, les deux derniers termes disparaissent. Si le retour élastique est faible, il n'y a pas de retour élastique sur la partie conique de l'indenteur (figure 2.53). Les indices a correspondent à la partie avant, r : partie arrière ; s : partie sphérique ; c : partie conique. Exemple : W_{ac} : contribution de la force normale du contact sur la partie avant de l'indenteur sur la partie conique.

a' est le rayon de contact sur la partie arrière de l'indenteur, et est utilisé lorsqu'il y a un retour sur la partie conique, dans ce cas on a $\beta' = \beta$ (figure 2.53).

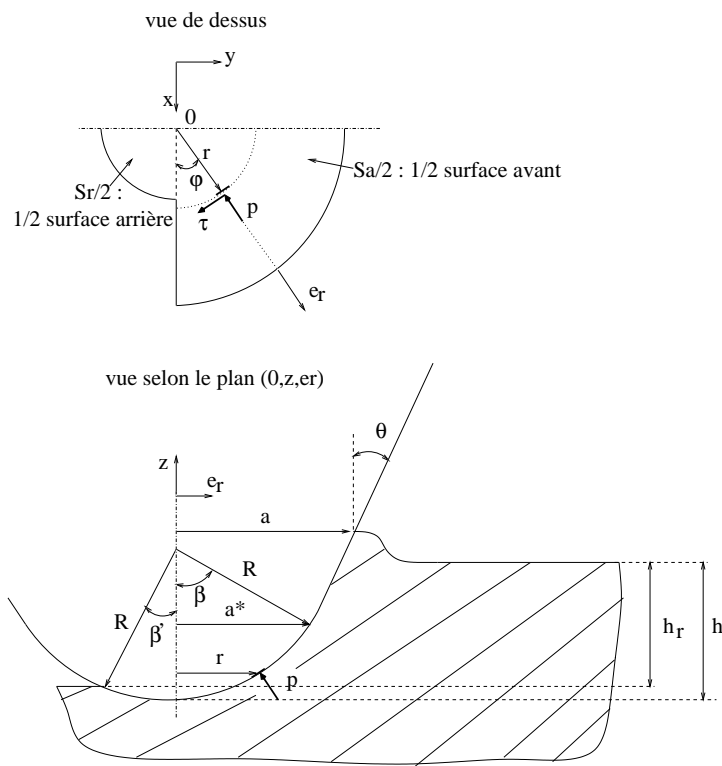


FIG. 2.53 – Schématisation du retour élastique sur la partie arrière de l'indenteur.

FORCE NORMALE :

La composante adhésive n'intervient pas dans le calcul de la force normale.

$$W = W_{as} + W_{ac} + W_{rs} + W_{rc}$$

$$W_{as} = p \frac{\pi}{2} a^{*2}$$

$$W_{ac} = p \frac{\pi}{2} (a^2 - a^{*2})$$

$$W_{rs} = p \frac{\pi}{2} R^2 \sin^2 \beta'$$

$$W_{rc} = p \frac{\pi}{2} (a'^2 - a^{*2})$$

FORCE TANGENTIELLE :

La cission de frottement est opposée au sens de rayage que le contact soit sur la partie avant ou arrière de l'indenteur. Par contre, la pression de contact se projette sur la direction de rayage (y) dans des sens opposés selon que le contact ait lieu sur l'avant ou l'arrière de l'indenteur. On retrouve donc des signes négatifs devant le terme lié à la pression, pour les deux composantes concernant le contact sur l'arrière de l'indenteur.

$$Ft = Ft_{as} + Ft_{ac} + Ft_{rs} + Ft_{rc}$$

$$\begin{aligned}
Ft_{as} &= R^2[p(\beta - \sin \beta \cos \beta) + 2\tau(1 - \cos \beta)] \\
Ft_{ac} &= (a^2 - a^{*2})\left(\frac{p}{\tan \theta} + \frac{\tau}{\sin \theta}\right) \\
Ft_{rs} &= R^2[-p(\beta' - \sin \beta' \cos \beta') + 2\tau(1 - \cos \beta')] \\
Ft_{rc} &= (a'^2 - a^{*2})\left(-\frac{p}{\tan \theta} + \frac{\tau}{\sin \theta}\right)
\end{aligned}$$

$$\mu_0 = \frac{Ft}{W}$$

Détermination du coefficient de frottement

L'expression analytique du frottement apparent permet de calculer le coefficient de frottement à partir de la connaissance du frottement apparent et des aires (ou largeur) de contact avant et arrière. Avec les outils expérimentaux dont nous disposons, il est impossible de connaître l'aire de contact entre le matériau et l'indenteur. Pour identifier le coefficient de frottement de Coulomb à partir de la modélisation du frottement apparent, il faut se placer dans les cas extrêmes où le contact est totalement élastique : $\mu_{\text{labourage}} = 0$ ou lorsque la part de retour élastique est faible devant la déformation plastique. Avec le fort écrouissage des polymères, la déformation élastique est une part importante de la déformation totale, et ceci surtout pour des niveaux de déformation importants. Il est donc plus pratique de se placer dans des conditions où la déformation est totalement élastique. L'indenteur utilisé est un cône de révolution de demi-angle 30° et de rayon de pointe $100 \mu\text{m}$. Dans ces conditions, les hypothèses faite sur la forme de l'aire de contact arrière sont parfaitement justifiées. Le frottement apparent en fonction de l'aire de contact normalisée, a^2/a^{*2} est représenté sur la figure 2.54, où a est la demi largeur du sillon résiduel. L'essai pour la plus faible charge met en évidence un sillon résiduel, les conditions de rayage ne sont donc pas complètement élastiques. On extrapole le faisceau de points expérimentaux en suivant l'allure de la courbe avec un contact sur le disque complet. Pour une aire de contact tendant vers 0 ($\beta = 0$), le frottement apparent tend vers 0,2. Lorsque le contact est purement élastique, et lorsque l'angle de retour tend vers zéro, la valeur théorique du frottement apparent est :

$$\mu_0 = \frac{2}{\pi}\mu. \quad (2.61)$$

Le coefficient de frottement pour le polycarbonate est donc de 0,3.

Les mêmes essais ont été reproduits sur le CR39[®], le PMMA et les vernis. La valeurs obtenues sont arrondies à la première décimale. Les coefficients de frottement de Coulomb sont reportés dans le tableau 2.9.

	polycarbonate	CR39 [®]	PMMA	vernis
μ	0,3	0,3	0,3	0,2

TAB. 2.9 – Coefficient de frottement de Coulomb.

2.6 Conclusions

La difficulté majeure pour interpréter l'essai de rayure sur polymères réside dans leurs propriétés visco-élastiques qui induisent une indétermination sur l'aire de contact sous charge

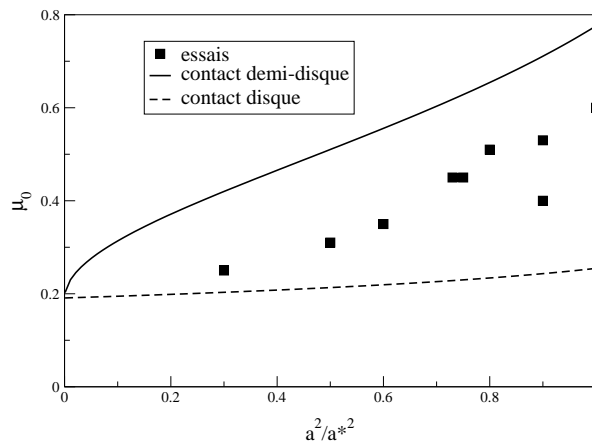


FIG. 2.54 – Frottement apparent sur le polycarbonate avec le cône de demi-angle 30° et de rayon de pointe $100 \mu\text{m}$, essais expérimentaux et modélisations analytiques, avec $\mu=0,3$.

entre le matériau et l'indenteur. Les modélisations et les outils numériques actuels ne permettent pas de prendre en compte ces phénomènes. La modélisation 3D par éléments finis permettrait donc de réaliser des simulations, qui n'ont jamais été effectuées auparavant, afin de mieux comprendre les essais de rayure sur des matériaux élastoplastiques.

Nous avons remarqué en effet, que la modélisation de la rhéologie des polymères doit prendre en compte l'influence de la déformation, de la vitesse de déformation, de la température et de la pression hydrostatique, sans oublier les phénomènes d'adoucissement et de durcissement structural qui dépendent du type de sollicitation.

Afin de mieux comprendre ces essais sur polymères, nous avons à notre disposition deux machines d'essai permettant l'étude à des échelles micro et nano, ainsi que de deux logiciels éléments finis en deux et trois dimensions. Ces outils numériques nous ont permis, dans un premier temps, de définir, d'après les travaux de Johnson [45], une déformation représentative en indentation et rayure dépendant de la part de la déformation élastique dans la déformation totale. Le résultat fondamental est que la déformation en rayure est supérieure à la déformation imposée en indentation. Ensuite, les travaux issus de la simulation numérique de l'indentation ont confirmé que pour maintenir une vitesse de déformation constante quelle que soit la pénétration avec un indenteur conique, il faut imposer un rapport \dot{h}/h (ou \dot{P}/P) constant. Nous avons également montré que la vitesse de déformation dépend également de la géométrie de l'indenteur, et nous avons proposé une formule donnant la vitesse de déformation moyenne en fonction de la géométrie et de la cinématique de l'indenteur.

Nous avons déterminé le coefficient de frottement de Coulomb entre le matériau et l'indenteur pour les matériaux que nous étudierons en indentation et en rayure dans les deux chapitres suivants. Nous avons supposé que ce coefficient est indépendant de la déformation, de la vitesse de déformation, qu'il est constant sur toute l'aire de contact et qu'il est identique en indentation et en rayure. Il a été déterminé à partir d'essais de rayure et de la modélisation analytique du rapport entre la force tangentielle et la force normale, en tenant compte du retour élastique sur l'arrière de l'indenteur.

Chapitre 3

Identification de la rhéologie des polymères par indentation

Table des matières du chapitre

3.1	Dépouillement des essais d'indentation	78
3.1.1	Influence de la forme des indenteurs	79
3.2	Identification des paramètres rhéologiques du polycarbonate.	81
3.2.1	Introduction	81
3.2.2	Experimental and numerical method	83
3.2.3	The modeling of the polymer behavior	85
3.2.4	Numerical results	88
3.2.5	Discussions	96
3.2.6	Conclusions	99
3.3	Travaux complémentaires sur les substrats	102
3.3.1	Identification de la rhéologie du CR39 [®]	102
3.3.2	Etude de la rhéologie du PMMA	106
3.3.3	Influence de la forme des indenteurs	110
3.4	Etude préliminaire sur les vernis	110
3.4.1	Identification préliminaire de la rhéologie de 3 vernis	110
3.4.2	Profondeur nécessaire pour identifier les paramètres	114
3.4.3	Influence du substrat	116
3.5	Conclusions	119

Ce chapitre est l'étape préliminaire et indispensable pour pouvoir simuler l'essai de rayure sur polymères : l'identification des paramètres viscoplastiques dont on veut étudier l'influence en rayage.

Les paramètres élastiques ont été déterminés pour chacun des matériaux à partir d'essais de nanoindentation effectués par Essilor. La méthode de dépouillement mise en place par Essilor, permet de déterminer le module d'Young. Elle est brièvement présentée au début de ce chapitre.

Au travers d'un article soumis à la revue *Journal of Materials Science*, nous présentons une méthode qui permet de déterminer à partir d'essais de nano-indentation les trois paramètres viscoplastiques de la loi de G'Sell Jonas. Nous l'avons appliquée pour identifier les paramètres pour un polycarbonate.

Nous nous sommes ensuite intéressés à deux autres matériaux massifs : le CR39[®] utilisé comme substrat dans les verres ophtalmiques et le PMMA utilisé dans différentes applications industrielles. Nous discutons également l'influence de la forme des indenteurs sur la détermination des paramètres rhéologiques.

Pour clore ce chapitre, nous avons débuté l'identification de la rhéologie de trois vernis déposés sur un substrat CR39[®]. Nous discutons en particulier la valeur maximale de la profondeur de pénétration nécessaire pour déterminer avec suffisamment de précision les paramètres viscoplastiques, tout en limitant au maximum l'influence du substrat.

3.1 Dépouillement des essais d'indentation

Dans cette partie, nous allons décrire le mode de dépouillement des courbes force-pénétration expérimentales. Ce dépouillement a pour objectifs de déterminer le module d'Young du matériau que l'on indente ainsi que le rayon de contact entre l'indenteur et le matériau sous charge. Cette dernière information, délicate à obtenir, est fondamentale pour pouvoir calculer la pression de contact entre le matériau et l'indenteur. Pour des métaux, on estime que le rayon de contact sous charge est identique au rayon défini par le sommet du bourrelet résiduel. Pour des matériaux très élastiques comme les polymères, l'empreinte résiduelle est souvent difficile à localiser, de plus il n'existe pas forcément de bourrelet résiduel et la taille de l'empreinte évolue avec le temps. La meilleure méthode serait donc de pouvoir visualiser la limite du contact matériau-indenteur sous charge, mais ceci est encore impossible aux faibles échelles auxquelles nous travaillons. La méthode utilisée par Essilor pour dépouiller les essais de nano-indentation est décrite précisément dans Hochstetter *et al.* [42]. Nous en faisons ici un bref descriptif.

Toute l'analyse est basée sur les courbes force-pénétration obtenues avec la mesure en "continuous stiffness" (CS) avec le nano-indenteur II. On superpose au chargement une petite excitation d'amplitude 1 nm et de fréquence 45 Hz qui permet de mesurer la raideur de contact S_d en fonction de la pénétration (figure 3.1). La raideur de contact mesurée en dynamique est proportionnelle à la raideur mesurée lors du déchargement S :

$$S = \gamma S_d. \quad (3.1)$$

A la fin du chargement, la force normale est maintenue constante pendant une durée de 30 secondes, ce qui permet au polymère de fluer. Lors de la décharge, la vitesse de l'indenteur est élevée ($\dot{F}/F = 0,1s^{-1}$), pour assurer un déchargement élastique. Dans ces conditions, on considère que la pente mesurée à la décharge est purement élastique, pour un contact sans frottement ni adhésion, la raideur de contact $S=dP/dh$ est liée au module d'Young E et au rayon de contact a par la formule de Sneddon [64], pour un indenteur conique de révolution, de

demi-angle θ :

$$S = 2aE. \quad (3.2)$$

Le rayon de contact est relié à la hauteur de contact par la formule suivante :

$$a = \tan\theta(h_c + h_0), \quad (3.3)$$

où θ est l'angle du cône équivalent à l'indenteur Berkovich ($\theta = 70,3^\circ$), h_0 est le défaut de pointe (figure 3.2) et h_c est la hauteur de contact, calculée comme suit :

$$h_c = \alpha hr', \quad (3.4)$$

α est un facteur empirique proche de 1,2 pour un indenteur Berkovich (Loubet *et al.* [51]). Dans cette approche, la pyramide Berkovich est assimilée au cône de révolution déplaçant le même volume de matière, à h fixé, et d'angle $\theta = 70,3^\circ$. hr' est la pénétration plastique, définie comme suit (figure 3.1) :

$$hr' = h - F_{max}/S. \quad (3.5)$$

h_0 est déterminé à partir de l'évolution de la raideur en fonction de hr' (figure 3.2). Connaissant α , la mesure de la raideur de contact et de hr' permet donc de déterminer le module d'Young et le rayon de contact en fonction de la pénétration. L'hypothèse principale de cette approche est que le facteur α est constant et indépendant du matériau que l'on indente.

Pour l'indenteur conique de révolution à pointe sphérique, le rayon de contact en fonction de la pénétration est déterminé directement avec l'équation 3.2, le module d'Young est celui identifié précédemment avec la pyramide Berkovich. Cette démarche suppose donc que le module d'Young du polymère ne dépend pas de la forme de l'indenteur. Cette hypothèse n'est toutefois pas en accord avec les résultats des travaux de Briscoe et Sebastian [17] : le module d'Young d'un PMMA varie de 3,8 GPa à 5,8 GPa lorsque le demi-angle de l'indenteur varie de 75° à 15° . Il nous semble difficile à concevoir que le module d'Young puisse dépendre du niveau de déformation. Par contre, dans la section 2.4 du chapitre 2, nous avons montré que la vitesse de déformation moyenne en indentation dépend de la cotangente du demi-angle de l'indenteur, la vitesse de déformation moyenne pour un indenteur d'angle 15° est donc 14 fois plus grande que pour $\theta = 75^\circ$. Mais, même si le module d'Young d'un polymère dépend de la vitesse de déformation (Bouton Rochelle [9]), la variation de E avec θ ne peut s'expliquer uniquement par cet effet. Cette méthode de dépouillement ne s'applique, pour des indenteurs coniques avec rayon de pointe, que pour des pénétrations supérieures à la pénétration limite sphère cône. Ces données expérimentales de dureté sont donc à considérer avec quelques réserves.

3.1.1 Influence de la forme des indenteurs

L'identification des paramètres rhéologiques est tributaire des hypothèses faites sur la forme de l'indenteur. Nous avons mis en évidence que suivant l'angle de l'indenteur, on privilégie un certain domaine de déformation. Nous avons utilisé principalement deux indenteurs : une pyramide Berkovich pour les petites déformations et un indenteur conique de révolution de demi-angle théorique 30° avec un rayon de pointe proche de 600 nm, pour les plus fortes déformations. Dans la suite de ce manuscrit, on appellera cet indenteur, l'indenteur conique. La taille des indenteurs en diamant est délicate en raison de leur très petite dimension. La géométrie des pointes fabriquées ne correspond donc pas strictement aux demandes des utilisateurs :

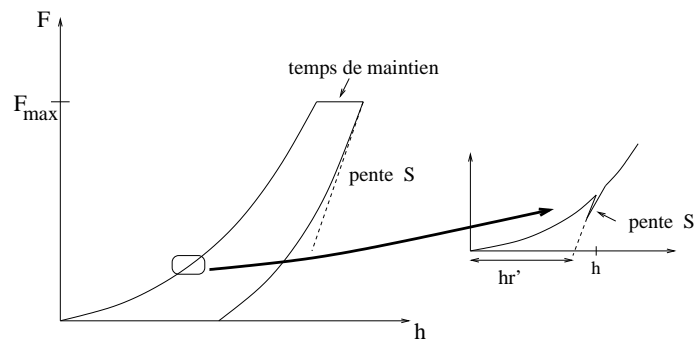


FIG. 3.1 – Mesure de la raideur de contact S lors du chargement en CS.

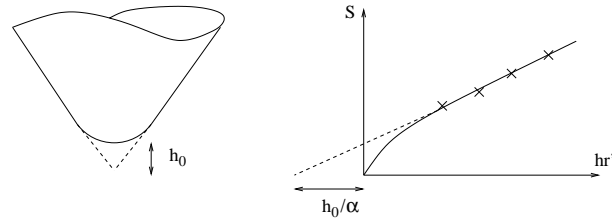


FIG. 3.2 – Détermination expérimentale du défaut de pointe d'un indenteur.

existence d'un défaut de pointe, la symétrie de révolution n'est pas parfaite, ...

Nous avons utilisé un indenteur axisymétrique de demi-angle $70,3^\circ$ pour reproduire les essais d'indentation tridimensionnels effectués avec la pyramide Berkovich. Ramond-Angélélis [61] a montré par des comparaisons entre des simulations numériques bidimensionnelles et tridimensionnelles que la force d'indentation est surestimée en utilisant l'indenteur axisymétrique de révolution, l'ordre de grandeur de cet écart est de 6 % environ.

Des observations au MEB par Cossart [29] de l'indenteur aigu que nous avons utilisé montrent que cet indenteur a un rayon de pointe moyen de 600 nm et un demi-angle moyen de $31,7^\circ$. Des études plus approfondies ont montré que l'angle de cet indenteur varie avec la pénétration : pour les pénétrations supérieures à $0,5 \mu\text{m}$ l'angle est proche de $31,5^\circ$, pour tendre vers 30° pour les plus grandes pénétrations. Dans toutes les études de simulation numérique que nous avons effectuées, nous avons utilisé la valeur d'angle donnée par le constructeur, soit 30° . D'autre part, nous avons constaté que cet indenteur n'est pas totalement de révolution (figure 3.3). Cette partie rectangulaire, due à une taille imparfaite est localisée dans la portion sphérique, mais également et dans une moindre mesure, dans la partie réputée conique de révolution. La structure cubique face centrée du diamant pose des problèmes pour la taille d'indenteurs de révolution. D'où la forme de losange de l'empreinte résiduelle. L'indenteur conique de révolution avec lequel nous faisons les simulations est donc un cône équivalent à l'indenteur réel (figure 3.3).

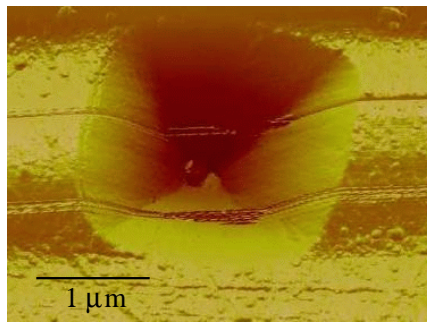


FIG. 3.3 – Image AFM d’une empreinte résiduelle d’indentation sur le polycarbonate avec l’indenteur de révolution de demi-angle 30° et de rayon de pointe 600 nm.

3.2 Identification des paramètres rhéologiques du polycarbonate.

Submitted in J. Mat. Sci., november 2000

Identification of the viscoplastic behavior of a polycarbonate based on experiments and numerical modeling of the nanoindentation test

J.L. Bucaille^a, E. Felder^{a,*}, G. Hochstetter^b

^a Centre de Mise en Forme des Matériaux, Ecole des Mines de Paris, 06904 Sophia Antipolis, France

^b Essilor International, 94106 Saint Maur des Fossés, France

* Corresponding author, felder@cemef.cma.fr, 00 334 93 95 74 28

Abstract

Indentation test is a convenient mean to study mechanical properties of thin coatings. We suggest a new method to identify the viscoplastic behavior of a polymer by using the force-penetration curves during nanoindentation test performed with two indenter shapes. During loading, the load applied by the indenter and the penetration depth have been measured. These force-penetration curves have been compared to the load computed by using the finite element method with a two dimensional software. The viscoplastic behavior of the polymer is modeled with the G'Sell-Jonas law. The main particularity of this law is the modeling of the large strain-hardening at large strains. The unknown parameters of this law have been obtained by fitting computed and experimental force-penetration curves. We have identified each parameter independently of the others by taking into account the indenter tip defect. The nanoindentation tests have been performed with three strain rates and with two indenter shapes : a Berkovich indenter and a sharp cone with a large tip radius. In this paper, the polymer is a polycarbonate. Several authors have made rheological tests on this polymer. The true strain-true stress curve obtained with our method are in good agreement with the compression curve.

Keywords : indentation, polycarbonate, mechanical properties

3.2.1 Introduction

Indentation is a method to identify the mechanical properties of materials near their surfaces : normal hardness and yield stress as a function of strain. This test can be performed

on thin coatings with a thickness below 3 μm , at this scale compression or tension tests can not be performed. It is important to be able to measure yield stress and strain during such a test.

The mean contact pressure (or normal hardness), H_n , can be related to the yield stress, σ_0 , of the material by the following expression (Tabor [69]) :

$$\frac{H_n}{\sigma_0} = C, \quad (3.6)$$

where the normal hardness is equal to the ratio of the normal load applied on the indenter, F , to the projected area, for an axisymmetrical indenter (figure 3.4) :

$$H_n = \frac{F}{\pi R_c^2}, \quad (3.7)$$

where R_c is the contact radius under load. The yield stress of work-hardened metals is quite constant, but for materials which work-harden, the yield stress increases as the strain increases. For such materials, the yield stress is always related to a value of the strain. The constant C is between 2.8 and 3.3 for indentation with blunt indenters on metals (Tabor [69]). For a rigid-plastic material indented by cones, the constant C also varies as the angle of the indenter varies (Chitkara and Butt [28] and Laval [50], $1.8 < C < 2.5$). Johnson [45] has suggested a general value to $\frac{H_n}{\sigma_0}$ which depends on the rheological factor, X :

$$X = \frac{E}{\sigma_0} \tan \beta, \quad (3.8)$$

where E is the Young's modulus and β is the angle of inclination of the indentation at its edge. This ratio can be interpreted as the ratio of the strain imposed by the indenter to the maximum strain which can be accommodated by the material before yielding. As this factor is close to 10, the deformation imposed by the indenter is elastoplastic with a large elastic part of the whole deformation. As this factor increases and becomes close to 100, the deformation becomes mainly plastic. The ratio $\frac{H_n}{\sigma_0}$ increases from 1 to 3 as $\frac{E}{\sigma_0} \tan \beta$ increases. In order to compute hardness, the contact radius has to be measured under load. Because of the very small penetration depths during nanoindentation, the measure of the contact radius, used to compute normal hardness, is particularly difficult. The elastic recovery for polymers is very large, the radius measured after unloading is not equal to the contact radius under load. Methods have been then developed to compute hardness with the force penetration curve obtained during unloading in indentation or nanoindentation (Oliver and Pharr [58]). The relation between hardness and yield stress depends on several parameters, but it is quite well established.

For conical indenters, the strain field is independent of the penetration depth of the indenter. In indentation with cones on metals Johnson [45] has suggested a definition of the representative strain :

$$\varepsilon_r = 0.2 \cot \theta, \quad (3.9)$$

where θ is the semi angle of the indenter (figure 3.4). Such a formula has not been established for elastoplastic materials, for which the proportionality constant between the representative strain and $\tan \beta$ may be different (Briscoe and Sebastian [17]).

So, equations 3.6 and 3.9 allow to compute and to plot strain-stress curves in indentation for metals, but, it is not the case for materials with a large elastic part, such as polymers.

These are the main reasons why, in the last few years, authors have obtained the stress-strain relationship of materials by matching loading and unloading curves calculated using the finite element method (FEM) with those measured experimentally. Bhattacharya and Nix [6] have considered a conical indenter indenting elastic perfectly-plastic materials, which have been modeled with three parameters : the Young's modulus, the Poisson's ratio and the yield stress. For elastoplastic materials which work-harden, Cheng and Cheng [26] have shown that several stress-strain curves can be obtained for a given loading and unloading curve. So, they have suggested to use several indenters to obtain the stress-strain relationship. Venkatesh *et al.* [75] and Tardieu [72] have presented reverse analysis based on indentation experiments with a Vickers or a Berkovich pyramid on elastoplastic materials. They have considered that their method allows to obtain a unique stress-strain relationship. Simulations have been performed with a frictionless contact, because with large angle indenters friction has no noticeable influence on the force-penetration curve. Furthermore, during indentation experiments interface between the specimen and the indenter has been lubricated.

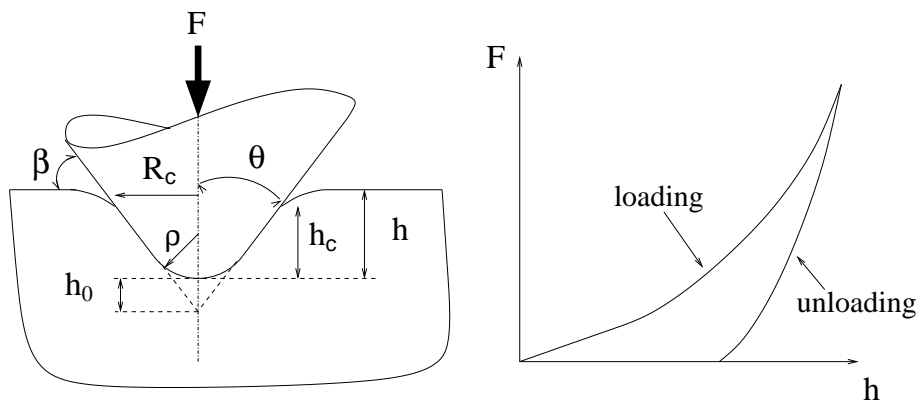


FIG. 3.4 – Geometrical parameters under load and typical force-penetration curve, with a cone with a tip defect. These are the usual contact geometry and force-penetration curve for a polymer.

In this paper, the viscoplastic behavior of a polymer has been identified with two indenters and with three strain rates by using the loading curves. The elastic behavior is assumed to have been previously identified using compression tests and unloading curves in indentation. The indenter tip defect has been taken into account and two conditions of friction at the interface between the indenter and the mesh have been chosen. In order to verify if our method is efficient, stress-strain curves have been compared with compression and tension tests. This is the reason why we have chosen a polymer where tension and compression tests can be performed : the polycarbonate. Such comparisons can not be performed on the polymers used to make thin coatings.

3.2.2 Experimental and numerical method

Experiments on polycarbonate

Nanoindentation experiments have been performed with the Nanoindenter II[®], commercialised by MTS. These experiments have been made at Essilor International. Two diamond indenters have been used :

- A cone of semi apical angle 30° ; its tip has been modeled as a part of a 600 nm radius sphere, estimated with a scanning electron microscope.

– A Berkovich indenter, i.e. a three-faced pyramid with a sharply pointed tip (Berkovich [5]).

The normal force, F , and the depth of indentation, h , have been measured during the indenter penetration (figure 3.4). During the test, the load applied to the indenter has been controlled. The maximum normal force imposed to the indenter during experiments is about 2 mN. The maximum depths are about 2 μm for the conical indenter and 0.7 μm for the Berkovich pyramid. The zero-point, defined as $F=0$ and $h=0$, has been determined by a change in the force signal as the indenter approaches the test surface. For polymers, some problems due to adhesion may modified the force signal before the indenter really touches the surface. This uncertainty leads to overestimate the indentation depth. For elastoplastic materials such as polymers, the elastic part of the whole deformation is large. The elastic behavior is very intricate and depends, in particular, on strain and strain rate (Matsuoka [54] and Brown [19]). The finite element code chosen to simulate the polycarbonate indentation cannot model such a complex behavior. Consequently the focus is only on the force-penetration curves during loading.

In order to have a constant mean strain rate during loading, the ratio $\frac{\dot{F}}{F} = c$, must be constant (Lucas *et al.* [52]), c is the loading rate, \dot{F} is the differentiation of the load with respect to the time. This relation is true for a perfect cone or pyramid, and for very large penetrations compared to the tip defect, h_0 . But at the beginning of the penetration, and for the cone of semi apical angle 30° and 600 nm tip radius, the mean strain rate is not constant, with such a kinematic. We choose three load speeds : $c=0.1 \text{ s}^{-1}$, $c=0.01 \text{ s}^{-1}$, $c=0.001 \text{ s}^{-1}$, for each indenter.

Two dimensional numerical method

The software used is a two dimensional axisymmetric finite element code : Forge2[®]. The main feature of this code is the automatic remeshing procedure. The cone with a tip defect is modeled with exactly the same geometry : semi apical angle 30° and 600 nm. The Berkovich pyramid is approximated by an axisymmetric cone of equal volume for the same penetration depth. The semi apical angle of this equivalent cone is equal to 70.3° . First, we shall consider that this indenter has no tip defect. The indenters are considered to be perfectly rigid. A typical mesh, composed of six-noded triangles, is displayed in figure 3.5. To have a good representation of the contact geometry, elements are small near the indenter. The typical length for an element is about 0.10 μm , meshes are larger far from the indenter : 3 μm . During preliminary simulations, the size of the mesh was increased to show that this change has no effect on the force-penetration curves. When elements are too much degenerated, the code remeshes automatically. For the depths precised above, simulations of indentation need at least seven remeshing procedures for the blunt cone and only three for the indenter of semi apical angle 30° .

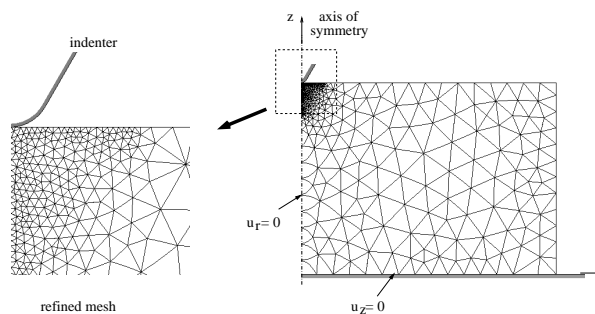


FIG. 3.5 – Finite element mesh for the indentation simulation.

Simulations with a control of the load applied on the indenter requires far more CPU time than those with a control of the indenter speed. So, during the simulation the indenter speed is controlled. A similar kinematic as the one used during experiments has to be imposed. For a pyramid or a cone, and for large penetration depths compared to the tip defect ($h \gg h_0$), the force is proportional to the square of the penetration (appendix) :

$$F = A h^2$$

$$\Rightarrow \frac{\Delta F}{\Delta t} = \dot{F} = 2 A \dot{h} h \quad (3.10)$$

$$\frac{\dot{F}}{F} = c = 2 \frac{\dot{h}}{h} \quad (3.11)$$

TAB. 3.1 – Comparison between the ratios $\frac{\dot{F}}{F}$ and $\frac{\dot{h}}{h}$ for the Berkovich indenter.

$\frac{\dot{F}}{F} (s^{-1})$	0.1	0.01	0.001
$\frac{\dot{h}}{h} (s^{-1})$	0.0493	0.00536	0.000548

During indentation experiments with the Berkovich indenter, ratios $\frac{\dot{F}}{F}$ and $\frac{\dot{h}}{h}$ have been measured (table 3.1). Relationship 3.11 is valid, the difference is less than 10 per cent. So, during simulations, the ratio $\frac{\dot{h}}{h}$ is constant and equal to the values of table 3.1. For the conical indenter, the kinematic is not exactly the same during the beginning of the penetration. However, it will be shown later that force-penetration curves of this indenter are most interesting for large penetrations.

3.2.3 The modeling of the polymer behavior

The viscoplastic model

The large penetrations and strains imposed during indentation test, oblige to use softwares with an automatic remeshing procedure. The finite element software Forge2[®] is the only software, according to us, which has this procedure. On the other hand, this software is mostly used to simulate metals forging : the rheological laws for polymers are quite poor. We discuss below about the insufficiencies of this software to model polymers behavior :

- The elastic behavior of polymers depends in particular on strain, strain rate (Brown [19]). The elastic behavior is modeled by a linear law. The parameters defining the material elastic behavior are the Young's modulus, E, and the Poisson's ratio, ν . These parameters are constant.
- For glassy polymers, the true stress rises to a maximum value, this is the end of the purely viscoelastic behavior. As the strain increases, the stress drops. This behavior is also observed in shear and compression for true stress-true strain curves (figure 3.6). It is impossible to model this strain softening with the finite element software we use.
- The plastic part of the deformation is based on the von Mises criterion, which supposes that the material is isotropic. This criterion does not take into account the hydrostatic pressure, nor the anisotropy due to material orientation. The influence of the hydrostatic

pressure on polymers is reflected by the difference between the tension and compression stress-strain curves in figure 3.6 at small strains. Many authors have also shown the influence of the hydrostatic pressure on polymers : Matsuoka [54] and Brown [19]. For a constant strain, stress for a polycarbonate increases to 35 % and 65 % as hydrostatic pressure increases respectively to 100 MPa and 200 MPa (Staats-Westover and Vroom [65]).

Despite these approximations, the best law available in the software to model polymers behavior, is the law presented below.

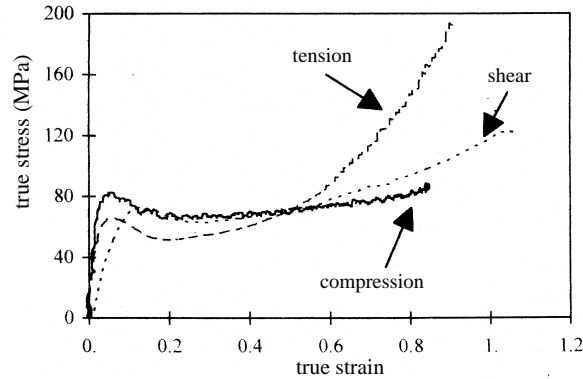


FIG. 3.6 – True stress-true strain curves for polycarbonate, Bisilliat [7], $\dot{\epsilon}=10^{-4} s^{-1}$, $T=23^{\circ} C$.

After studying the behavior of several polymers in tension, G'Sell and Jonas [39] present the following law :

$$\sigma_0(\bar{\epsilon}, \dot{\bar{\epsilon}}, T) = K e^{\frac{a}{T}} (1 - e^{-w\bar{\epsilon}}) e^{h_g \bar{\epsilon}^2} \dot{\bar{\epsilon}}^m \quad (3.12)$$

This law links the true stress to the true strain. It assumes a temperature dependance with the exponential term $e^{\frac{a}{T}}$, and a strain rate dependance with a power law $\dot{\bar{\epsilon}}^m$. The parameters a et m are constant, a is a thermal coefficient and m is the sensibility to the strain rate. So true stress-true strain curves for a polycarbonate are split in four parts (figure 3.6) :

- A purely viscoelastic deformation at low strain, it is almost linear and the slope is large. This part is modeled by the term $(1 - e^{-w\bar{\epsilon}})$ of equation 3.12.
- The stress reaches a local maximum value and after the stress drops. This strain softening exists for glassy polymers like polycarbonate. It is not modeled in the formulation representing the material viscoplastic behavior (equation 3.12).
- As strain increases, the flow stress slowly increases. This part is called the viscoplastic level. The consistency K , multiplied by the $e^{\frac{a}{T}}$ and $\dot{\bar{\epsilon}}^m$ terms, is a medium value of this viscoplastic level.
- At larger strains the flow strain strongly increases. This large strain hardening is related, in tension, to the macromolecules orientation in the drawing direction. It is higher and it begins earlier during tension than during shear and compression. The $e^{h_g \bar{\epsilon}^2}$ term models this strain hardening, h_g is called the hardening modulus.

Discussion about strain hardening at large strains

The important strain hardening for polymers during tension is due to the macromolecules orientation in the drawing direction. Compression tests on polycarbonate (Bisilliat [7], figure 3.6 and Boyce and Arruda [11]) have shown that this strain hardening also exists in compression : true stress increases to 80 MPa and 280 MPa as true strain increases to 0.6 and 1.2. Hardening in tension is a result of an uniaxial orientation process, whereas in compression planar orientation is achieved (Boyce and Arruda [11]). X-ray observations made par Bisilliat [7] confirm this behavior. The strain hardening in shear stress is less important than in tension, but more important than in compression. In compression or shear, macromolecules are less oriented than in tension, so strain hardening is lower and begins later (figure 3.6). This is the reason why the G'Sell-Jonas law can be also used to model compression and shear behavior.

The indentation test is a multiaxial test. The G'Sell-Jonas law has been formulated first for uniaxial tests such as tension test. The use of this law to simulate the indentation test, involves that this strain hardening also exists for polymers put through multiaxial tests. Bisilliat [7] made X-ray analysis for a dart test on a polycarbonate, this test is biaxial. The polymer is biaxially oriented and the intensity of the strain hardening is equal to the one observed in compression and shear. It involves that the high strain hardening observed in uniaxial tests also exists in multiaxial tests.

So, in order to model the polymer behavior during indentation or scratch test, the use of the G'Sell-Jonas law seems licit.

The elastic model

Although elastic behavior of a polymer is complex, the elasticity has been modeled with a linear law, the only model available in the finite element codes used. The parameters are Young's modulus, E , and Poisson's ratio, ν . These parameters have been deduced from compression tests at Essilor International : $E=2.4$ GPa, $\nu=0.35$. The Young's modulus value has been also confirmed with nanoindentation tests by using the force-penetration curves during unloading.

The G'Sell-Jonas law describes the viscoelastic behavior for small strains with the $(1 - e^{-w\bar{\epsilon}})$ term. In Forge2[®], the instantaneous deformation increment is separated in an elastic reversible part and a plastic irreversible part. The first part is computed with the elastic parameters (E and ν). When plastic deformation occurs, the second one is computed with the G'Sell-Jonas law. This law models at the same time the behavior for small and large strains (section 3.2.3), so for small strains the polymer behavior is modeled by both the elastic parameters (E and ν) and by the G'Sell-Jonas law with the $(1 - e^{-w\bar{\epsilon}})$ term. In order to have a behavior, for small strains, which is only modeled by the Young's modulus, the $(1 - e^{-w\bar{\epsilon}})$ term must be equal to 1. This is the reason why we have chosen a very large value for w . For the next simulations, this parameter is equal to 5000.

Thermo-mechanical dependance ; parameter a

The value of the thermo-mechanical dependance parameter a , obtained by Bisilliat [7] is $774 K^{-1}$ ($K_p = K e^{\frac{a}{T}}$). Simulations of indentation with thermo-mechanical dependance show at most a $10^\circ C$ increase in temperature. Consistency decreases by 9 % (table 3.2). This heating is very localised and it has no significant effect on the force-penetration curves or on normal hardness. Thermo-dependance will be ignored during the simulations of indentation : the value of the parameter a is taken equal to zero.

TAB. 3.2 – Thermal effect on the consistency of a polycarbonate, $a=774 K^{-1}$.

T (° C)	20	25	30	35	40
$e^{\frac{a}{T}}$	14	13.4	12.9	12.3	11.9

Coulomb's friction coefficient μ

The friction between the material and the indenter is modeled with a Coulomb's law. The friction shear stress is equal to the normal pressure multiplied by the friction coefficient μ :

$$\tau = \mu p \quad (3.13)$$

This coefficient is constant at each contact point. Its value was estimated with scratch tests on polycarbonate performed at Essilor International. During scratch test, normal force and tangential force applied to the indenter are measured. The ratio between the tangential force and the normal force is called the apparent coefficient of friction, μ_0 . This coefficient is not the same as the local Coulomb's friction coefficient. By using an analytical model, the apparent coefficient of friction has two components, a ploughing part μ_p , and an adhesive part μ_a :

$$\mu_0 = \frac{F_t}{W} = \mu_p + \mu \mu_a \quad (3.14)$$

For a conical indenter with a large tip radius, expressions of μ_p and μ_a have been obtained with an analytical model based on the following hypothesis :

- the contact pressure is constant at the interface ;
- the contact radius is constant at the front and on the side of the indenter ;
- there is a complete elastic recovery at the rear face of the indenter ;
- the shear stress is assumed to be parallel to the sliding direction.

The apparent coefficient of friction is measured during the scratch test, the ploughing and the adhesive parts are computed using the analytical expressions of μ_p and μ_a , the indenter geometry and the penetration of the indenter in the material. The Coulomb's friction coefficient is deduced with the equation 3.14, its value was about 0.3. This coefficient was supposed to be constant with the strain rate and the strain. We have supposed that this coefficient was the same in indentation and scratch. In order to see the influence of this coefficient on the rheology, we have also identified the parameters for a friction coefficient, μ of 0.

3.2.4 Numerical results

We have to identify three parameters :

- m, sensitivity to the strain rate ;
- K, consistency ;
- h_g , hardening modulus.

The process that we will describe allows to identify these parameters in three separated parts. We will compare force-penetration curves measured with the nanoindentation test, with those computed with the numerical modeling. For the identification of m, the consistency and the hardening modulus have been chosen close to the values obtained by Bisilliat [7] in compression and tension on a polycarbonate : $K=88 \text{ MPa.s}^{-m}$, $h_g=0.9$.

Identification of the sensitivity to the strain rate, m

For a perfect pyramidal or conical indenter, the force during loading is proportional to the square of the penetration (appendix, with $R^*=h^*=0$). In this section, we assume that the Berkovich indenter has a perfect pointed tip. As we will see, we consider a difference between two values, so, this assumption is of no consequence. To identify the sensitivity to the strain rate, the apparent hardness is used :

$$H_{app} = \frac{F}{\pi R^2} \quad (3.15)$$

F is the normal force, and $R = h \tan \theta$, h is the penetration depth (figure 3.4). The apparent hardness is a different way to represent the force versus penetration. With the Berkovich indenter, the apparent hardness is relatively constant with the penetration (figure 3.7(a)). So, it is easier to compare the value of the apparent hardness than the evolution of the force during loading. For several simulations performed with various values of m , we have measured the difference of apparent hardness for two loading rates : $c=0.1 \text{ s}^{-1}$ and $c=0.001 \text{ s}^{-1}$: ΔH_{app} . Even if the Berkovich indenter is considered to have no tip defect, the error in the value of the apparent hardness is cancelled because we have computed the difference between two values of apparent hardness. The ratio $\frac{\Delta H_{app}}{H_{app}}$ is computed, where \bar{H}_{app} is the mean value of the apparent hardness for the two loading rates. This ratio is equal to zero for $m=0$ and increases with m (figure 3.7(b)). The points are fitted by a linear regression. The sensitivity to the strain rate is deduced from this regression and from the experimental value of this ratio.

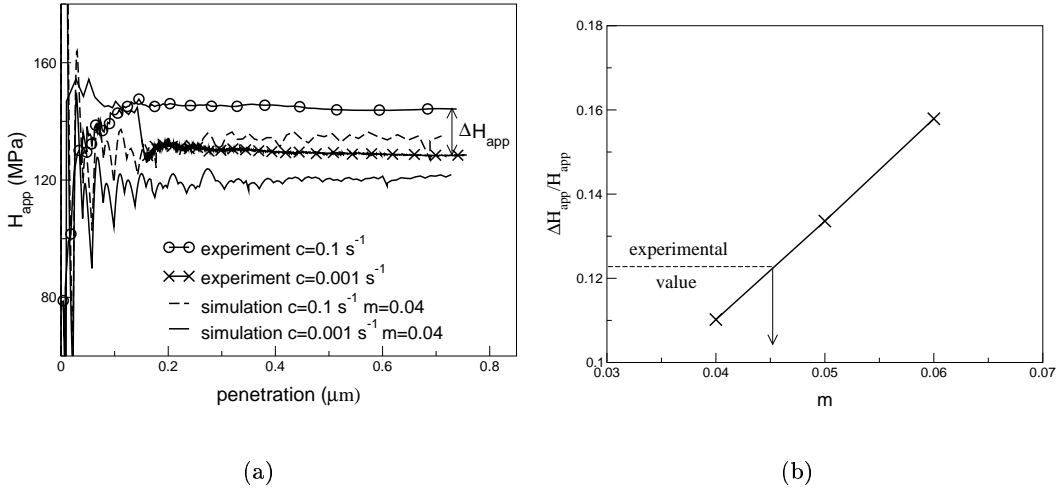


FIG. 3.7 – Apparent hardness with the Berkovich indenter for two loading rates ($c=0.1 \text{ s}^{-1}$ and $c=0.001 \text{ s}^{-1}$). Comparison with the numerical modeling for the indenter of the semi apical angle 70.3° , $\mu=0$, $h_g=0.9$, $K=88 \text{ MPa}\cdot\text{s}^{-m}$ and $m=0.04, 0.05$ and 0.06 .

TAB. 3.3 – Sensitivity to the strain rate for a polycarbonate, for two values of the Coulomb's friction coefficient.

$\mu=0$	$m=0.046$
$\mu=0.3$	$m=0.053$

The sensitivity to the strain rate assuming either $\mu=0$ or $\mu=0.3$ are reported in table 3.3. The apparent sensitivity to the strain rate is a little larger for $\mu=0.3$ than for $\mu=0$. Values obtained by Bisilliat [7] are equal to 0.04 for compression and tension, and 0.02 for shear. The material in indentation seems to be more sensitive to the strain rate than in compression or tension.

The difference between force-penetration curves for several loading rates is now determined. On the other hand the values of the apparent hardness are higher for experiment than for simulation (figure 3.7(a)). The identification of the consistency in the next section will allow to fill this gap.

Identification of the consistency K

Locally, strains are not homogeneous in the volume (figure 3.8). Tabor [69] has suggested a representative value of the deformation ; for conical indenters the representative deformation is proportional to $\cot \theta$, equation 3.9 (Johnson [45]). This relationship gives an average of the deformation imposed by the indenter. An indenter of semi angle 30° produces a representative deformation five times larger than for an indenter of semi angle 70.3° . In the simulations, the equivalent plastic strain, ε_{eq} , is computed for each element of the mesh :

$$\varepsilon_{eq} = \int_0^t \left[\frac{2}{3} \dot{\varepsilon} : \dot{\varepsilon} \right]^{1/2} dt, \quad (3.16)$$

where $\dot{\varepsilon}$ is the plastic strain rate tensor. The simulations show that most of the material is strained to a level lower than 0.4 for the 70.3° degree cone (figure 3.8). For this equivalent plastic strain, stress is quite constant, it is the viscoplastic level (figure 3.6). This level is modeled by the consistency K which is identified with the Berkovich pyramid and its equivalent cone.

The other indenter has a large tip defect ($h_0=0.3 \mu\text{m}$). For small penetration depths, we have verified that equivalent plastic strains are quite similar than those computed with the 70.3° degree indenter. As penetration increases, the equivalent plastic strains also increase to reach a constant level for large penetration depths. Equivalent plastic strains continue to increase even when the spherical part of the indenter is completely in the material. We suggest that the representative deformation for such indenter is proportional to the ratio $\frac{h_c}{R_c}$:

$$\varepsilon_r \sim \frac{h_c}{R_c} \quad (3.17)$$

where h_c is the contact penetration and R_c the contact radius (figure 3.4). For small penetrations, $\frac{h_c}{R_c}$ is equivalent to $\frac{R_c}{2\rho}$, this is the relationship given by Tabor [69] for spherical indenters. For large penetrations, $\frac{h_c}{R_c}$ is equivalent to $\cot \theta$.

For the 70.3° degree cone and the Berkovich indenter with a tip defect, the square root of the force is a linear function of the penetration depth (appendix) :

$$\sqrt{F} = Ah + B \quad (3.18)$$

Hence, we consider that the Berkovich indenter has a tip defect. The slope A is related to the semi angle of the indenter and the contact pressure, the parameter B is related to the semi angle of the indenter, the contact pressure and the indenter tip radius. For a given loading rate ($c=0.1s^{-1}$), the experimental slope, A , is identified, for penetration depths higher than 400 nm.

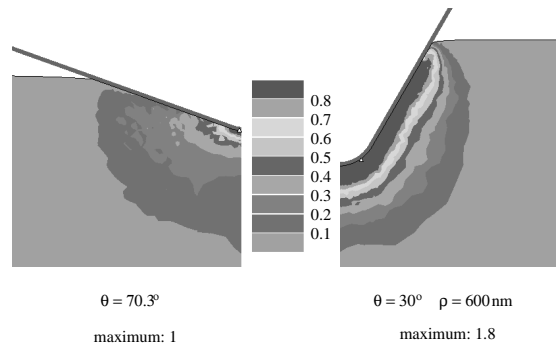


FIG. 3.8 – Equivalent plastic strain computed with the finite element code Forge2[®], in indentation with two indenters. $m=0.046$, $K=99$, $h_g=0.8$, $\mu=0$.

For several numerical simulations with different values of the consistency, the slope is computed (figure 3.9). These points are fitted by a linear regression to find the right consistency. There are dispersions due in particular to numerical uncertainty and the choice of the penetration depth from which the experimental slope is fitted. We estimate that the uncertainty is about $\pm 4\%$ for the identification of the consistency.

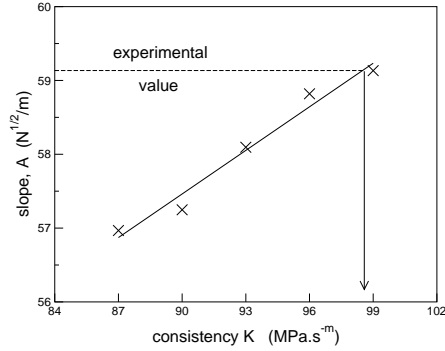


FIG. 3.9 – Slope A ($\sqrt{F} = A h + B$) versus consistency. The experimental slope is 59.14, the consistency found is equal to 99, for $\mu=0$.

TAB. 3.4 – Consistency K for two values of the Coulomb's friction coefficient. Identification of the tip radius of the 70.3° angle indenter.

$\mu=0$	$K=99$	$\rho=455$ nm
$\mu=0.3$	$K=102$	$\rho=580$ nm

Results are reported in table 3.4. Consistency increases a little as friction coefficient increases. During indentation, the normal force per surface unit is the sum of two terms (figure 3.10(a)) :

$$f = p_y + \tau_y = p \sin \theta + \tau \cos \theta \quad (3.19)$$

For the indenter of semi apical angle 70.3°, the friction component is quite small ($\sin 70.3=0.94$; $0.3\cos 70.3=0.10$), the contact pressure is the larger component. Classically the

normal force increases as friction increases, it implies that the consistency must be lower for a Coulomb's friction coefficient equal to 0.3. Medium values of the contact pressure, p_{medium} , and the shear stress, τ_{medium} , have been computed for $\frac{R}{R_c} \leq 0.9$, figure 3.10. In fact, the contact pressure decreases when friction is taken into account (figure 3.10(b), $p_{medium}=193$ MPa, for $\mu=0$, and $p_{medium}=180$ MPa, for $\mu=0.3$). The friction component do not fill this difference because the value of $\cos \theta$ is too small : $f_{medium}=182$ MPa, for $\mu=0$ and $f_{medium}=179$ MPa, for $\mu=0.3$. This is the reason why the apparent consistency for a rough contact is a little higher than for a frictionless contact.

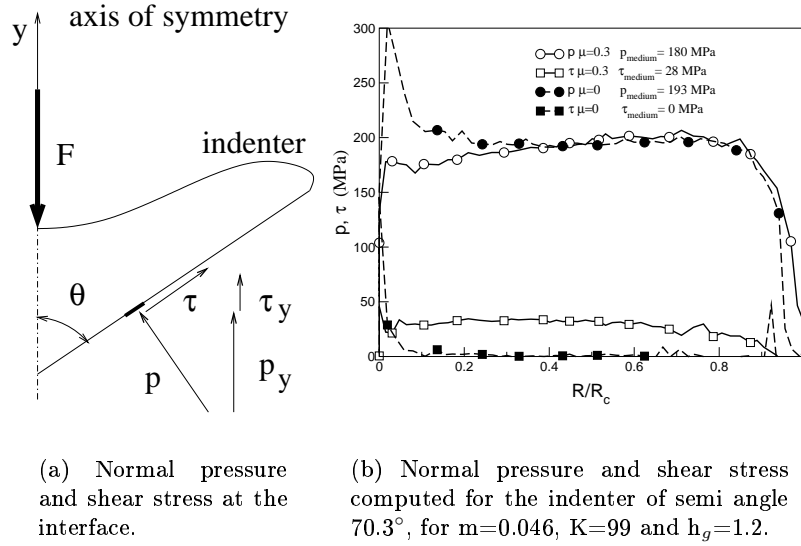


FIG. 3.10 – Normal pressure and shear stress in indentation.

The consistency K is identified before the hardening modulus, this parameter is chosen arbitrarily. By increasing the parameter h_g from 1.3 to 7.5, we have verified that it had no significant effect on the force-penetration curves for the simulation with the 70.3° degree indenter. For a high value of the hardening modulus, the strain hardening is more important and begins earlier. But for the deformation levels imposed by the 70.3° degree cone, the flow stress is quite constant and it is not affected by the increase of h_g . The identification of the consistency is so quite independent from the value of the hardening modulus. The increase of the hardening modulus has especially effects on local values such as the equivalent plastic strain. For the large value of the hardening modulus, equivalent plastic strains are lower. For instance, the maximum value is twice less by increasing h_g from 1.3 to 7.5.

Identification of the indenter tip defect

The experimental and numerical force-penetration curves are plotted in the figure 3.11(a), for the frictionless contact. Numerical curves are below the experimental curves, the difference between them is always the same. In these simulations, it was assumed that the equivalent cone of the Berkovich pyramid had no tip defect. The analytical model in appendix shows that, a small tip radius has some consequences on the force-penetration curves, even for high penetration depths. This difference can be eliminated with the tip radius ρ . We make the assumption that the indenter tip of the Berkovich pyramid may be modeled by a spherical cap. The parameter B of equation 3.18 is connected to the semi angle of the indenter, the contact

pressure and the indenter tip radius. The semi angle of the indenter is fixed, the contact pressure is already fixed by the rheology. The indenter tip radius is identified in order to have the same parameter B during experiments and simulations. As suggested by the model in appendix, the slope does not change a lot with the tip radius (table 3.5). The tip radius, ρ , and the tip defect, h_0 , are equal to 455 nm and 28 nm for $\mu=0$, and to 580 nm and 36 nm for $\mu=0.3$. The difference between the tip radius for the two conditions of friction is quite large but the tip defects are very small compared to the penetration depths (table 3.4). First, it confirms the assumptions we have made before. Second, this method gives an order of magnitude of the tip radius.

The difference between the numerical and experimental curves can be also due to the error for the zero-point identification : the adhesion between the indenter and the polymer is mainly responsible of this fact. This is the reason why the tip defect identified may be different from the real one. It is important to notice that our work suggests that the difference between numerical and experimental curves is not due to an error on the rheological identification but the real cause is the indenter tip defect or an error on the zero-point identification.

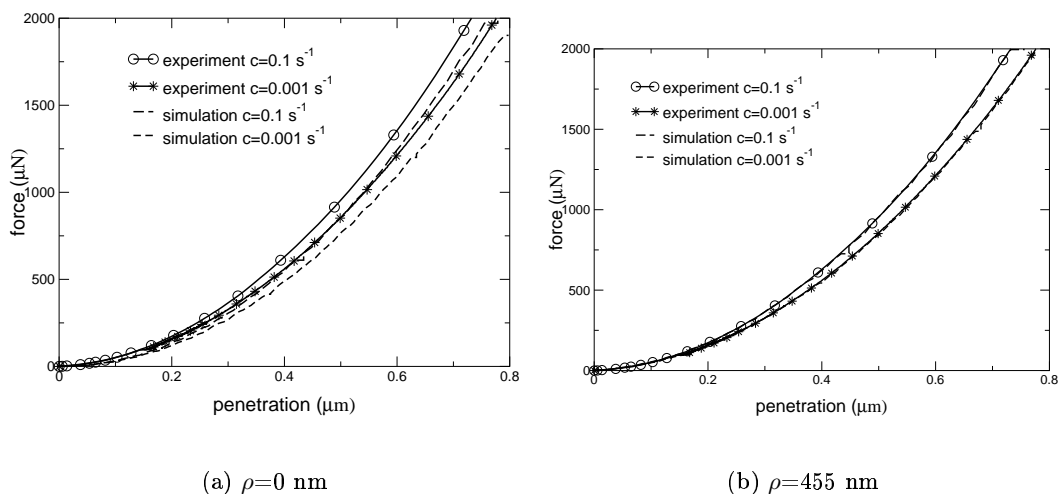


FIG. 3.11 – Force-penetration curves during loading for a polycarbonate. Comparison between the experimental curves (Berkovich indenter) and the numerical curves ($\mu=0$, $\theta=70.3^\circ$ $\rho=0$ nm and $\rho=455$ nm). For more legibility the curves for the intermediate loading rate ($c=0.01 \text{ s}^{-1}$) are not plotted.

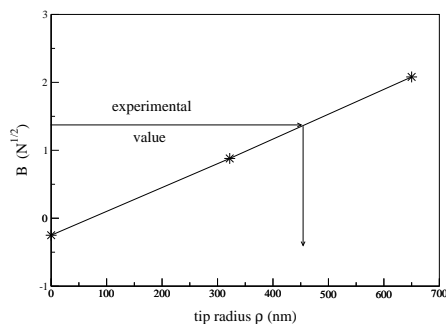


FIG. 3.12 – Identification of the indenter tip radius, $\mu=0$, $c=0.1 \text{ s}^{-1}$.

TABLE 3.5 – Determination of the tip defect and the tip radius of the Berkovich indenter, $\mu=0$.

	A	B	tip defect h_0 (nm)	tip radius ρ (nm)
	59.13	-0.25	0	0
simulation	59.09	0.88	20	322
	59.05	2.08	40	650
experiment	59.13	1.37		

Identification of the hardening modulus h_g

The indenter of semi apical angle 30° can induce large deformations. The mean value of the equivalent plastic strains computed in simulation is equal to 0.8, and the maximum is about 1.8 (figure 3.8). For these strains, the important strain hardening due to the macromolecules orientation, has already begun (figure 3.6). The hardening modulus h_g models the strain hardening of polymer for high strains. With this indenter, the penetration depths are about $2 \mu\text{m}$, the influence of the spherical tip is still important, because the limit depth between the spherical and the conical part is $0.3 \mu\text{m}$. We have used the method described in the previous sections to identify the hardening modulus and the indenter tip defect. For penetration depths higher than $1 \mu\text{m}$, equation 3.18 fits numerical curves (hypothesis $R^{*2} \ll R_c^2$ and $p(\alpha_i) \simeq p(R_i)$ are valid, appendix). The hardening modulus is identified using the force-penetration curves for a loading rate equal to 0.1s^{-1} . The numerical curves must be superpose or parallel to the experimental curves. If the curves are parallel, the difference is filled by adjusting the tip radius. Identifications made with penetration depths between $0.75 \mu\text{m}$ and $1 \mu\text{m}$ show that the hardening modulus is less than 6 per cent than the value obtained for higher penetration depths ($h > 1\mu\text{m}$).

This result is very useful for the identification of the viscoplastic parameters of thin films. For a thickness of film of $3 \mu\text{m}$, indentation experiments have shown that the penetration depth of this indenter ($\theta=30^\circ$ and $\rho=600 \text{ nm}$) must be lower than $1 \mu\text{m}$, in order to have no influence of the substrate.

The apparent hardening modulus decreases as friction increases, it is more obvious with this parameter than with the consistency because the indenter is sharper and the friction has more effect on the normal load (table 3.6). The numerical force-penetration curves are not superimposed to the experimental one (figure 3.13(a)). This difference is adjusted by increasing the indenter tip radius, as presented in the previous section. The values of the tip radius for two conditions of friction are quite close. The tip radius is a little higher than the real one observed with the scanning electron microscope. The force-penetration curves for $c=0.001\text{s}^{-1}$ are not well superimposed. The sensitivity to the strain rate identified with the Berkovich indenter depends probably on the strain. This parameter is a little higher for this indenter. This fact is also observed for the curves with $\mu=0.3$.

TABLE 3.6 – Hardening modulus h_g and tip radius of the 30° degree angle indenter for two values of the Coulomb's friction coefficient.

$\mu=0$	$h_g=0.8$	$\rho=660 \text{ nm}$
$\mu=0.3$	$h_g=0.5$	$\rho=640 \text{ nm}$

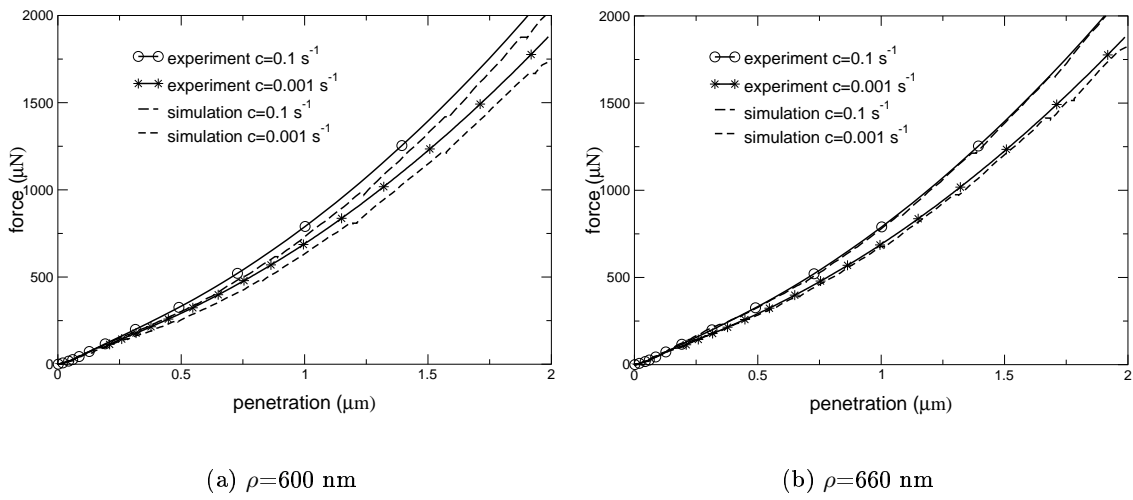


FIG. 3.13 – Force-penetration curves during loading for a polycarbonate. Comparison between the experimental curves ($\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm) and the numerical curves ($\mu=0$, $h_g=0.8$, $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm and $\rho=660$ nm). For more legibility the curves for the intermediate loading rate ($c=0.01$ s $^{-1}$) are not plotted.

Hydrostatic pressure during indentation

In numerical modeling, the plasticity criterion does not include the effect of the hydrostatic pressure, but the code can compute it. The hydrostatic pressure is maximum at the contact of the indenter for the 70.3° degree cone and under the indenter tip for the other one. The hydrostatic pressure decreases with the radius in a spherical manner. The values are quite similar for the two indenters. The dark area corresponds to hydrostatic pressure higher than 120 MPa. For such a pressure, the yield stress increases by 40 per cent for a polycarbonate according to Staats-Westover and Vroom [65]. The analytical formula of the hydrostatic pressure in compression is $\frac{\sigma_0}{3}$, the value is equal to 30 MPa for small strains. During indentation, hydrostatic pressure is higher than in compression $\sim \frac{4}{3}\sigma_0$.

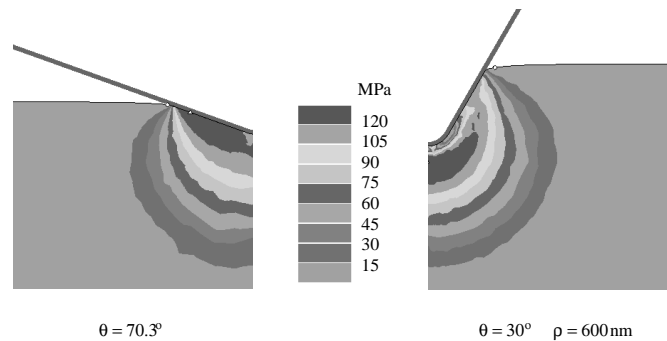


FIG. 3.14 – Hydrostatic pressure in indentation for a polycarbonate for the two indenters.

3.2.5 Discussions

Analysis of the stress-strain curves

The numerical and experimental force-penetration curves are in good agreement. However, the sensivity to the strain rate obtained with the Berkovich indenter is a little higher than for the other indenter, for which deformations are almost five times larger (figure 3.13(b)). Bisilliat [7] has made tension and compression tests on a polycarbonate. The parameters of the G'Sell-Jonas law has been identified from these tests. It is not exactly the same polycarbonate as used there, but it is also possible to compare the stress-strain curves in compression and tension and those obtained in indentation for the two coefficients of friction (figure 3.15).

The rheology in indentation depends on the assumption on the value of friction between the indenter and the material. For small strains, the behavior is independent of friction : this behavior has been identified with a Berkovich indenter, where friction has little effects on the force-penetration curves. For higher strains, the stress is lower for $\mu=0.3$ than for $\mu=0$, the vertical component of the shear stress τ acting on the sharp indenter is large enough to increase significantly the normal force. So, it is important to identify previously the coefficient of friction.

For small strains, stresses obtained with the present method are higher than those in tension and close to stresses in compression. Results presented in the previous section have shown that hydrostatic pressure is higher in indentation than in compression. So, we would expect that the viscoplastic level in indentation would be higher than the one observed in compression. For high strains, the curves obtained from the present work are between the tension and compression curves. For a coefficient of friction of 0.3, the curve is near the curve obtained in compression, Bisilliat [7] has identified a value of the hardening modulus in compression equal to 0.52. The stress-strain curves for $\mu=0.3$ are the most representative curves of the rheology of the material, because this coefficient of friction is close to the value deduced from scratch experiments.

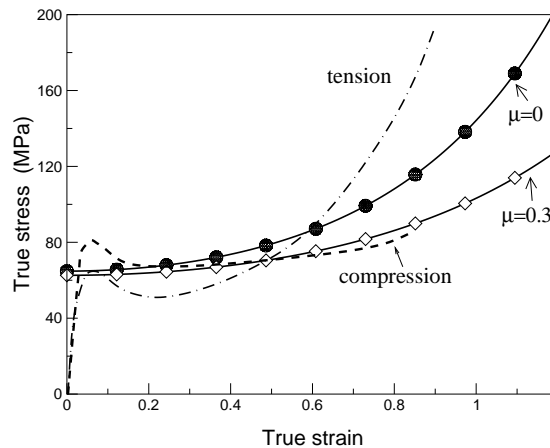


FIG. 3.15 – Comparison between the rheology from the present work and those from Bisilliat [7] in compression and tension. Curves are plotted with equation 3.12 and the parameters in tables 3.3, 3.4 and 3.6, for a strain rate of 10^{-4} s^{-1} .

Shape ratio and normal hardness

The shape ratio c^2 is the ratio between the contact depth and the total depth (figure 3.4) :

$$c^2 = \frac{h_c}{h} \quad (3.20)$$

First, consider the shape ratio under load for several loading rates and the two indenters. The shape ratio is always lower than 1, it means that there is a 'sinking-in' under load (figure 3.16). This ratio is of course independent of the penetration depth for an indenter with a sharp tip. For the 30° degree indenter the shape ratio increases for small penetrations and becomes constant for penetrations higher than $0.5 \mu m$. The shape ratio decreases as the loading rate increases : the flow stress is greater for the high loading rates, the elastic part of the deformation is then higher. The factor $\frac{E}{\sigma_0} \tan \beta$ is therefore smaller, the indentation for $c=0.1s^{-1}$ is more elastic, the 'sinking-in' is more marked. As expected, the shape ratio decreases as friction at the interface increases. The material cannot go up as much as it was possible without friction, the 'sinking-in' is increased. As the semi angle of the indenter decreases, deformations becomes higher and the shape ratio is higher for the indenter of semi angle 30 degree. The tip defect has negligible influence on the shape ratio for the 70.3° degree indenter.

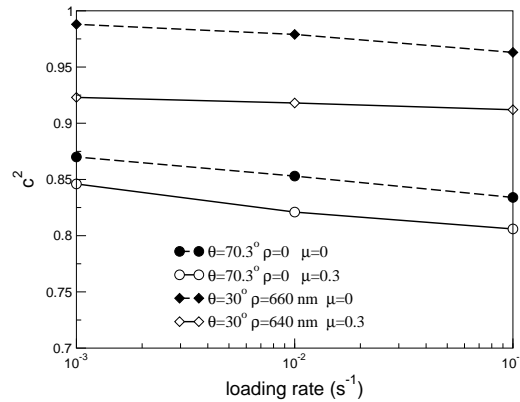


FIG. 3.16 – Shape ratio computed with the simulations for two indenters and for three loading rates.

After unloading there is a depth recovery, its value is about 10 per cent (figure 3.17). It has been observed for the two indenters in numerical simulation. This elastic recovery seems to be larger for the real sample, according to some observations made with an atomic force microscope. The elastic behavior in simulation is not well modeled, these results only show the first step of the elastic recovery. The next steps are due to the viscoelastic behavior of the polycarbonate. The other important fact is that there is always a pile-up formation after unloading, the value of the shape ratio after unloading is about 1.06. The residual radius, R , is larger than the contact radius, R_c . The residual imprint of the indentation is larger but its depth is smaller. Viscoelastic properties of materials could have opposite effects : the residual radius would become smaller than the contact radius.

For the 70.3° degree indenter, the normal hardness is independent of the penetration depth (figure 3.18). The tip radius and the coefficient of friction has no important influence on the normal hardness (less than 3 %). For small strains, the stress is almost the same for the two conditions of friction at the interface. As the loading rate increases from $0.001 s^{-1}$ to $0.1 s^{-1}$,

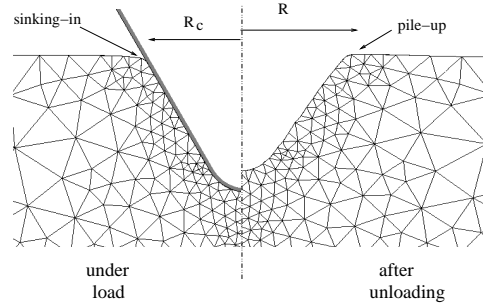


FIG. 3.17 – Comparison between the geometry under load and after unloading.

the hardness increases by 16 % : the normal force is higher for $c=0.1 \text{ s}^{-1}$ and the shape ratio is smaller. For the indenter of semi apical angle 30° , the normal hardness increases as the penetration depth increases and becomes quite constant for large penetrations. Hardnesses are 1.5 time higher than those computed with the 70.3° degree indenter. The flow stress is higher for this indenter, this is the consequence of the strain hardening at large strains. The evolution with the loading rate is the same as the one observed with the 70.3° degree indenter. Friction has more effect, the hardness increases to 30 MPa for a coefficient of friction equal to 0.3. The vertical component of the shear stress is added to the vertical component of the normal pressure (figure 3.10(a)); the normal force is larger and the shape ratio is lower, it involves that the normal hardness increases for $\mu=0.3$. This friction effect on normal hardness has been observed in indentation on polymers by Briscoe *et al.* [13] and by Ramond-Ang el elis [61] in numerical simulation.

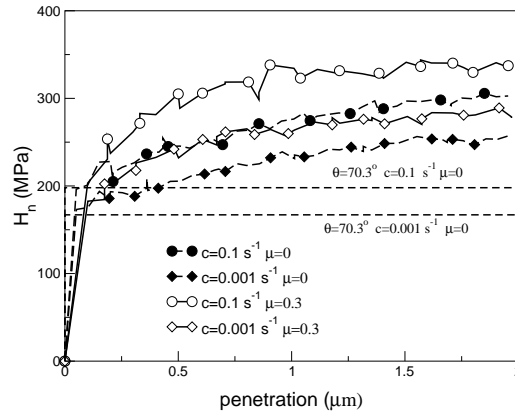


FIG. 3.18 – Normal hardness computed with the simulations for two indenters and for two loading rates.

Relation between the normal hardness and the flow stress

During simulations of indentation with the indenter of semi apical angle 70.3 degree, strains are small and the flow stress is quite constant. Assuming that the strain rate is equal to the loading rate ($\dot{\epsilon} = \frac{\dot{P}}{P}$), the flow stress can be computed and compared to the normal hardness. This comparison cannot be done with the sharp indenter because the flow stress during loading is not constant and it cannot be well identified. The rheological factor is about 10, and the ratio

of the normal hardness to the flow stress is about 2.4 (figure 3.19). The $\frac{H_n}{\sigma_0}$ ratio increases as the rheological factor increases. These values are in a good agreement with those obtained by Marsh [53] with a Vickers pyramid for a diverse range of materials, but they are higher than the elastic-plastic model suggested by Johnson [45] with $\nu=0.35$.

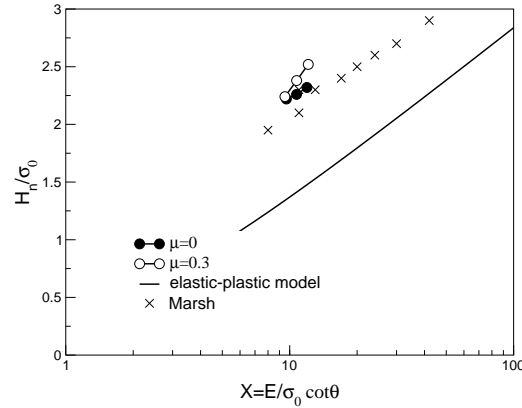


FIG. 3.19 – Evolution of the normal hardness over the flow stress ratio as a function of the rheological factor for the indenter of semi apical angle 70.3° and for three loading rates and two conditions of friction.

3.2.6 Conclusions

Elastic parameters of the polycarbonate has been previously obtained with compression tests. In this study, the viscoplastic behavior has been modeled with a G'Sell-Jonas law, we have to identify three parameters : the sensitivity to the strain rate, the consistency and the hardening modulus. These parameters have been obtained for 2 values of coefficient of friction by using the nanoindentation test and the numerical modeling of this test.

Stress-strain curves of polycarbonate show a dependance on the friction coefficient, especially at large strains. So, the coefficient of friction has to be determined previously and has to represent at best the real contact conditions. It has been shown that for $\mu=0.3$ the behavior in indentation is close to the one observed in compression. For this multiaxial test the strain hardening, observed on polymers in tension or compression, does exist and is close to the value of the strain hardening in compression. Comparisons with compression and tension tests show that our method gives good results. This method can also be used to identify the rheology of thin polymer films.

Numerical simulation show that the 'sinking-in' effect under load becomes, after unloading, a 'pile-up' effect. The normal hardness is larger for the sharp indenter and increases as the coefficient of friction and the loading rate increase. For the 70.3° degree indenter the normal hardness is about 2.4 times the flow stress.

Appendix

It is impossible to make a real indenter with a pointed tip. The tip defect is modeled with a part of a sphere. The static equation along the vertical axis gives the following equation (figure 3.20) :

$$\begin{aligned}
F &= \underbrace{2\pi \int_0^\alpha \rho d\gamma \rho \sin \gamma p(\gamma) \cos \gamma}_{\text{spherical part}} \\
&+ \underbrace{2\pi \int_{R^*}^{R_c} r \frac{dr}{\sin \theta} p(r) \sin \theta}_{\text{conical part}}
\end{aligned}$$

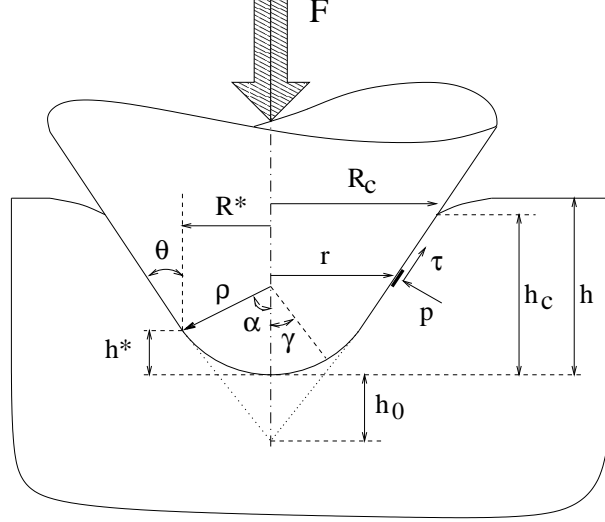


FIG. 3.20 – Parameters of the contact under load.

In order to simplify the equation, the friction term is not written. The first part of the integral is related to the normal force acting on the spherical part, the second one is related to the conical part. The normal pressure is not constant on the interface. The two functions $\sin \gamma \cos \gamma$ and r do not change their signs on the intervals $[0; \alpha]$, $\alpha < \frac{\pi}{2}$ and $[R^*; R_c]$. The theorem of the mean value is used, $\alpha_i \in [0; \alpha]$ and $R_i \in [R^*; R_c]$:

$$\begin{aligned}
F &= 2\pi \rho^2 p(\alpha_i) \int_0^\alpha \frac{\sin 2\gamma}{2} d\gamma + 2\pi p(R_i) \int_{R^*}^{R_c} r dr \\
&= \pi \rho^2 p(\alpha_i) \sin^2 \alpha + \pi p(R_i) (R_c^2 - R^{*2}) \\
&= \pi p(\alpha_i) R^{*2} + \pi p(R_i) (R_c^2 - R^{*2}) \\
&= \underbrace{\pi R^{*2} (p(\alpha_i) - p(R_i))}_{1^{st} \text{ term}} + \underbrace{\pi R_c^2 p(R_i)}_{2^{nd} \text{ term}}
\end{aligned}$$

For contact radius R_c higher than the limit radius R^* and assuming that $p(\alpha_i) \approx p(R_i)$, the first term is negligible compared to the second term. The mean pressure $p(R_i)$ is independent of the penetration for $h > h^*$. The contact radius R_c is linked to the shape ratio $c^2 = \frac{h_c}{h}$:

$$R_c = \tan \theta (h c^2 - h^*) + R^* \quad (3.21)$$

The shape ratio is constant for penetrations higher than the limit penetration h^* . The force has the following expression :

$$F \approx \pi p(R_i) (\tan \theta (c^2 h - h^*) + R^*)^2 \quad (3.22)$$

The force is related to the square of the penetration. The consistency and the hardening modulus are identified by plotting the square root of the force versus the penetration h :

$$\sqrt{F} \approx A h + B \quad (3.23)$$

$$\begin{aligned} A &= \sqrt{\pi p(R_i)} \tan \theta c^2 \\ B &= \sqrt{\pi p(R_i)} (R^* - \tan \theta h^*) \end{aligned}$$

The slope A is related to the contact pressure, the shape ratio and the angle of the indenter. B is related to the contact pressure, the θ angle and the geometry of the indenter tip (R^* and h^*). First, the consistency is found ($p(R_i)$ is fixed), and then the tip defect is identified with the parameter B .

Acknowledgements

Essilor INTL Coatings Research and Development is acknowledged for its interest for the results and its financial and technical support for part of this work. We wish to express our thanks to Dr P. Montmitonnet for helpful criticisms of this text.

3.3 Travaux complémentaires sur les substrats

Nous avons complété le travail précédent sur le polycarbonate par des travaux similaires sur deux matériaux massifs : le CR39[®] et le PMMA. Les duretés normales déterminées expérimentalement sont comparées avec les duretés normales calculées par le code de calcul. La méthode que nous proposons pour identifier la rhéologie d'un polymère étant dépendante de la géométrie de l'indenteur, nous avons également étudié l'influence de la forme des indenteurs sur ces paramètres.

3.3.1 Identification de la rhéologie du CR39[®]

Identification des paramètres

L'identification des paramètres rhéologiques du CR39[®] a été conduite de la même manière que celle du polycarbonate, pour deux coefficients de frottement de Coulomb, $\mu=0$ et $\mu=0,3$. Les paramètres élastiques nous ont été fournis par Essilor (tableau 3.7). Nous avons utilisé les courbes expérimentales force déplacement obtenues en nano-indentation pour les deux indenteurs : la pyramide Berkovich et l'indenteur conique de demi-angle $\theta=30^\circ$ et de rayon de pointe $\rho=600$ nm (figure 3.21). Les essais sont effectués à plusieurs vitesses de chargement. Rappelons que pour obtenir un essai d'indentation à déformation constante quelle que soit la pénétration, l'indenteur doit être pyramidal ou conique. L'indenteur conique à pointe sphérique ne permet donc pas d'avoir une déformation constante pour les premiers micromètres de pénétration. Un chargement à force normale exponentielle permet, d'autre part, de conduire l'essai d'indentation à une vitesse de déformation constante (pour les cônes et les pyramides). Le rapport entre la dérivée de la force normale par rapport au temps, \dot{F} , sur la force normale, F , doit être constant (Lucas *et al.* [52]), ce rapport est appelé la vitesse de chargement et est noté c :

$$c = \frac{\dot{F}}{F}. \quad (3.24)$$

Les paramètres rhéologiques et les défauts de pointe estimés sont indiqués dans le tableau 3.8.

Tout comme le polycarbonate, le frottement a peu d'influence sur la détermination de m et de K . Par contre, le coefficient d'érouissage dépend fortement du coefficient de frottement. Le défaut de pointe du cône équivalent à la pyramide Berkovich, est du même ordre de grandeur que celui du polycarbonate. Le défaut de pointe du cône aigu est, par contre, plus petit (pour le polycarbonate, $\rho=660$ nm et $\rho=640$ nm pour $\mu=0$ et $\mu=0,3$). Le fait que ce défaut de pointe dépende de la nature du matériau peut avoir pour origine des phénomènes d'adhésion entre la pointe de l'indenteur et le matériau. Ces phénomènes semblent toutefois avoir une influence limitée à une incertitude de quelques nanomètres sur la mesure de la pénétration. La détermination du rayon de pointe dépend essentiellement, surtout pour le cône aigu, du domaine de profondeur auquel on s'intéresse. Les profondeurs maximales pour le CR39[®] sont de $1,5 \mu\text{m}$, l'angle réel de l'indenteur étant supérieur à 30° pour ces pénétrations, on identifie donc un rayon de pointe plus faible pour le CR39[®] que pour le polycarbonate pour lequel les pénétrations sont de $2 \mu\text{m}$ environ et l'angle réel plus proche de 30° .

$E^* = \frac{E}{1-\nu^2}$	E	ν
2,5 GPa	2,1 GPa	0,4

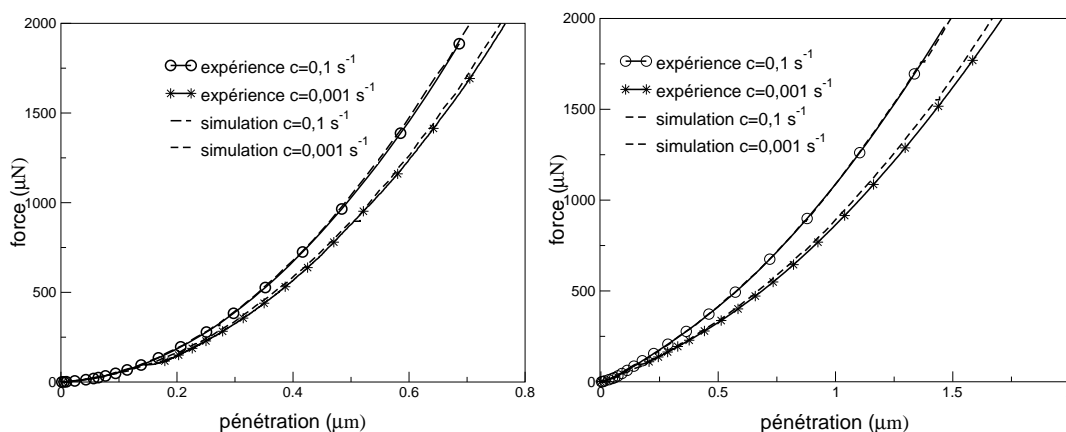
TAB. 3.7 – Paramètres élastiques du CR39[®].

frottement	m	K (MPa.s ^{-m})	$\rho_{\theta=70,3^\circ}$ (nm)	h_g	$\rho_{\theta=30^\circ}$ (nm)
$\mu=0$	0,077	146	455	8	500
$\mu=0,3$	0,078	145	455	4,5	530

TAB. 3.8 – Paramètres viscoplastiques et rayon de pointe des indenteurs pour le CR39®

Résultats et discussions

La rhéologie obtenue est comparée avec celle déduite des essais de compression de Cossart [29] sur le même matériau (figure 3.22). L'allure générale des courbes est la même. Le plateau viscoplastique est supérieur à celui observé en compression, ceci est attribué à l'effet de pression hydrostatique qui est beaucoup plus élevé en indentation qu'en compression. L'écroissage pour le frottement nul est supérieur à celui de la compression, par contre pour le frottement de 0,3, il est du même ordre de grandeur. L'écart entre la courbe obtenue par indentation avec un frottement de 0,3 est constant quelle que soit la déformation. Lors des simulations numériques avec le cône aigu, les niveaux de déformation plastique équivalent atteints sont de l'ordre de 0,6. Pour ces déformations, l'écroissage est déjà très marqué et les contraintes sont de 450 MPa environ.



(a) Indentation Berkovich, $\mu=0$, $\rho=455$ nm

(b) Indentation cône 30° , $\mu=0,3$, $\rho=530$ nm

FIG. 3.21 – Comparaison entre les courbes force-pénétration expérimentales et les courbes calculées par simulation numérique du CR39®.

Les contraintes aux faibles déformations sont plus grandes pour le CR39® que pour le polycarbonate (figure 3.23). L'écroissage est beaucoup plus précoce et marqué pour le CR39® que pour le polycarbonate. Pour les faibles déformations, la courbe contrainte déformation du polycarbonate est superposée à la courbe issue de l'essai de compression, ceci bien que la pression hydrostatique soit supérieure en indentation. Nous observerons le même comportement pour le PMMA. Ce phénomène est peut être lié à l'adoucissement de ces deux polymères, non pris en compte par le code de calcul. Par contre, la courbe contrainte déformation en compression du CR39® (figure 3.22), ne présente pas de phénomènes d'adoucissement, ce qui pourrait expliquer que les fortes pressions hydrostatiques en indentation se traduisent par un seuil plus élevé en indentation qu'en compression.

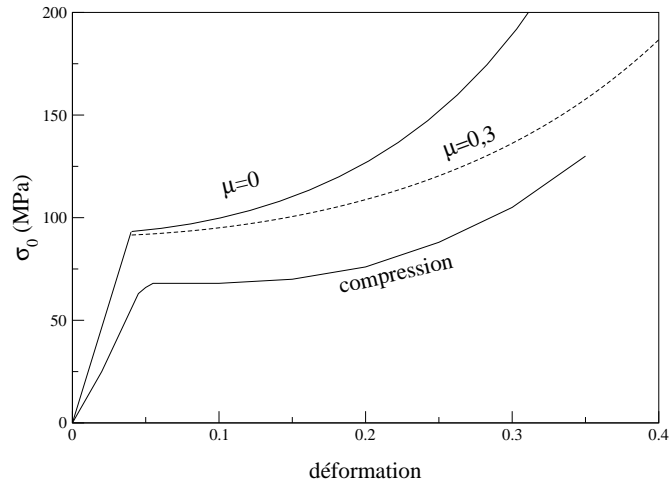


FIG. 3.22 – Rhéologie du CR39[®] déterminée par le présent travail et celle déterminée par Cossart [29] en compression, pour une vitesse de déformation de $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

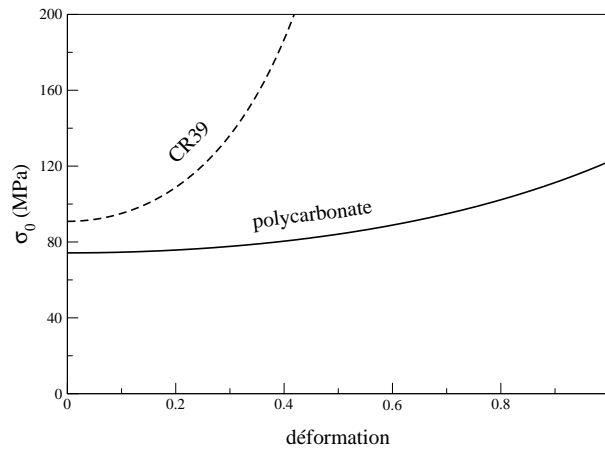


FIG. 3.23 – Rhéologie du CR39[®] et du polycarbonate pour $\mu=0,3$, pour une vitesse de déformation de $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

La dureté normale calculée en simulation numérique à partir du rayon de contact sous charge est comparée à la dureté normale expérimentale calculée avec la méthode décrite dans la section 3.1 (figure 3.24). Nous avons également inséré les duretés expérimentales du polycarbonate, comparaison qui n'est pas présente dans la proposition d'article de la section 3.2. Comme présenté dans l'article soumis à Journal of Materials Science [23], la déformation représentative pour un indenteur conique à pointe sphérique est proportionnelle à h/a . Pour être cohérent avec la définition suggérée par Tabor [69] pour des sphères : $\varepsilon_r = 0,2 \frac{a}{R}$, nous proposons un coefficient de 0,4, ce qui implique, pour les grandes pénétrations, une déformation deux fois plus grande que celle suggérée par Johnson [45] : $\varepsilon_r = 0,2 \tan \beta$, on obtient ainsi :

$$\varepsilon_r = 0,4 \frac{h}{a}. \quad (3.25)$$

Cette définition ne tient pas compte des travaux de la section 2.3. Nous intégrerons ces résultats dans le calcul de la déformation dans le chapitre suivant lors de la comparaison des duretés normales et des duretés rayure.

Pour les simulations avec le cône de demi-angle $70,3^\circ$, la dureté normale devient indépendante de la pénétration après un régime transitoire dû à la taille des éléments. Le rayon de pointe et le frottement n'ont pas d'influence significative sur la dureté. Nous n'avons donc représenté la dureté que pour une seule valeur de frottement. Lorsque la vitesse d'indentation passe de $c=0,1s^{-1}$ à $c=0,001s^{-1}$, la dureté calculée en simulation chute de 17 % pour le polycarbonate et de 24 % pour le CR39[®], la baisse du plateau viscoplastique en étant la cause. La baisse de dureté est plus importante pour le CR39[®], car la sensibilité à la vitesse de déformation est plus importante ($m=0,053$ pour le polycarbonate, $m=0,078$ pour le CR39[®]).

Pour l'indenteur de demi-angle 30° , la dureté calculée en simulation numérique augmente avec le niveau de déformation et se sature pour un niveau de déformation proche du niveau maximum imposé par cet indenteur : $0,4 \cot 30^\circ = 0,69$. Les petites variations de dureté sont dues à la discrétisation spatiale de la pièce et à l'incertitude numérique. Les duretés atteintes sont environ deux fois plus importantes pour le polycarbonate et trois fois plus importantes pour le CR39[®] que pour l'autre indenteur. Les déformations imposées étant plus grandes, l'écroutissage induit des contraintes importantes. On observe la même évolution de la dureté avec la vitesse de déformation, par contre le frottement joue ici un rôle important, puisque les duretés sont supérieures d'environ 60 MPa pour le polycarbonate avec un frottement de 0,3. La composante verticale de la cission de frottement vient s'ajouter à la composante verticale de la pression : pour une même pénétration, la force normale est donc plus importante, et par conséquent la dureté aussi. D'autre part, le rayon de contact est plus grand lorsque le contact est sans frottement, la dureté est donc plus élevée pour un contact avec frottement. Ces deux effets qui tendent à augmenter la dureté lorsque le frottement augmente sont contrebalancés par le coefficient d'écroutissage, plus élevé pour $\mu=0$. La consistance du matériau et donc la force normale augmentent pour un contact lubrifié. La dureté du CR39[®] est la même quel que soit le frottement car les trois effets précédents s'opposent. Lorsque l'angle de l'indenteur est important, la composante de la cission projetée sur l'axe vertical est faible ce qui explique que le frottement ait une faible influence pour les indentations avec le cône équivalent à l'indenteur Berkovich. Cette influence du frottement sur la dureté normale a été également mise en évidence en indentation par Briscoe [13] sur des polymères et par Ramond-Angélélis [61] en simulation numérique.

Les duretés mesurées avec l'indenteur $\theta=70,3^\circ$ pour le CR39[®] sont légèrement supérieures

à celles du polycarbonate (figure 3.24). Le plateau viscoplastique déduit de la simulation du CR39[®] est en effet au dessus de celui du polycarbonate (figure 3.23). Les duretés du CR39[®] aux fortes déformations deviennent bien supérieures à celles calculées pour le polycarbonate, le fort écrouissage du CR39[®] en étant la cause.

Les duretés calculées par simulation numérique sont supérieures à celles que l'on mesure expérimentalement. Pour la pyramide Berkovich, la dureté normale expérimentale est de 150 MPa environ à une vitesse de $0,1 \text{ s}^{-1}$, pour le polycarbonate et de 180 MPa pour le CR39[®], contre 175 MPa et 200 MPa en simulation numérique. Cet écart entre expérience et simulation est encore accentué lors de l'indentation avec le cône de demi-angle 30° . Expérimentalement pour le CR39[®], la dureté maximale est de 400 MPa, alors que l'on calcule des duretés qui peuvent atteindre 700 MPa, pour $c=0,1 \text{ s}^{-1}$ (figure 3.24). Ces différences peuvent avoir plusieurs origines :

- Une mauvaise estimation expérimentale du rayon de contact sous charge. Une erreur sur l'estimation du rayon de contact se traduit par une erreur deux fois plus grande sur la dureté. Il est actuellement impossible, avec les outils expérimentaux dont nous disposons, de connaître avec plus de certitude le rayon de contact sous charge.
- Une rhéologie mal modélisée. Nous avons souligné le fait que les polymères ont une composante élastique très marquée, et que le logiciel de simulation que nous utilisons est mal adapté pour décrire ce comportement. D'autre part, dans nos simulations numériques nous utilisons des indenteurs qui ont une géométrie simplifiée par rapport aux indenteurs utilisés expérimentalement. Cette approximation a des conséquences importantes, dont la plus notable est que l'on peut surestimer les paramètres rhéologiques que l'on identifie, notamment le facteur d'écrouissage h_g .

3.3.2 Etude de la rhéologie du PMMA

Identification des paramètres

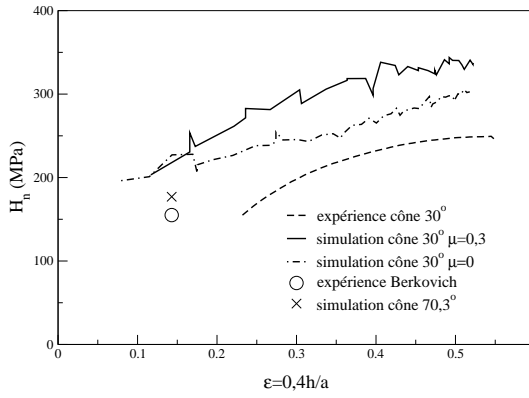
Les paramètres viscoplastiques du PMMA ont été déterminés pour un coefficient de frottement de Coulomb de 0,3, à partir des indentations avec la pyramide Berkovich et avec le cône de demi-angle 30° et de rayon de pointe 600 nm. A partir de cette identification, nous avons comparé les courbes expérimentales et de simulation numérique avec un cône de demi-angle 30° et de rayon de pointe équivalent de $1 \mu\text{m}$. Les conditions des essais expérimentaux sont précisées dans le tableau 3.9. Les paramètres élastiques fournis par Essilor sont indiqués dans le tableau 3.10.

	Berkovich	cône 30° $\rho=600 \text{ nm}$	cône 30° $\rho=1 \mu\text{m}$
$c \text{ (s}^{-1}\text{)}$	0,1 0,01 0,001	0,01	0,1 0,01 0,001

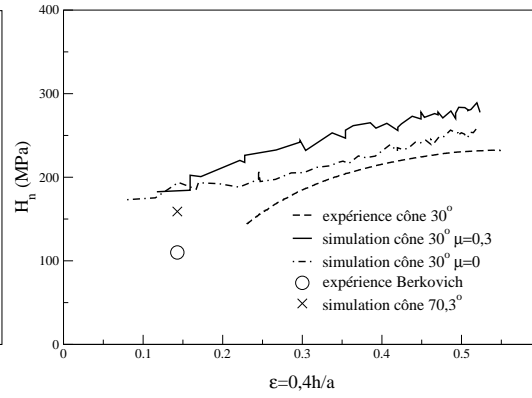
TAB. 3.9 – Essais de nanoindentation utilisés pour l'identification des paramètres viscoplastiques du PMMA.

$E^* = \frac{E}{1-\nu^2}$	E	ν
4,8 GPa	4,2 GPa	0,35

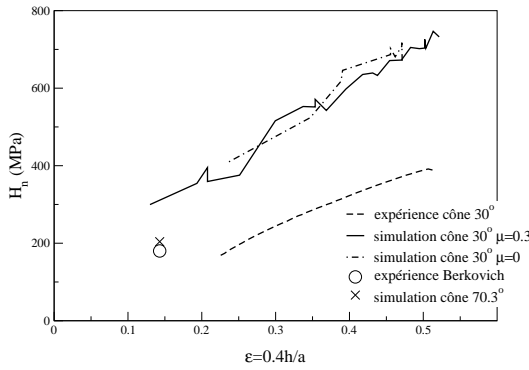
TAB. 3.10 – Paramètres élastiques du PMMA.



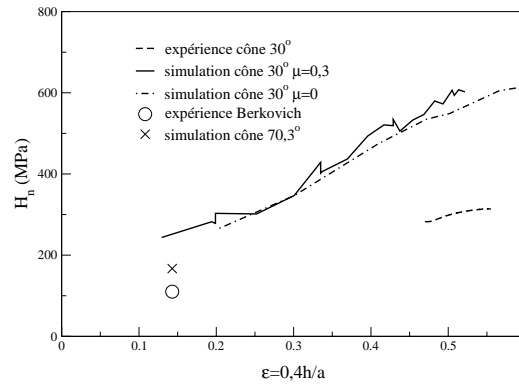
(a) Polycarbonate, $c=0,1 \text{ s}^{-1}$.



(b) Polycarbonate, $c=0,001 \text{ s}^{-1}$.



(c) Orma, $c=0,1 \text{ s}^{-1}$.



(d) Orma, $c=0,001 \text{ s}^{-1}$.

FIG. 3.24 – Comparaison entre les duretés expérimentales et les duretés calculées par simulation numérique du polycarbonate et du CR39®.

frottement	m	K (MPa.s ^{-m})	$\rho_{\theta=70,3^\circ}$ (nm)	h_g	$\rho_{\theta=30^\circ}$ (nm)
$\mu=0,3$	0,1	204	322	0,5	660

TAB. 3.11 – Paramètres viscoplastiques et rayon de pointe des indenters pour le PMMA.

Résultats et discussions

Les courbes force-pénétration calculées par simulation numérique pour le cône équivalent à la pyramide Berkovich sont parfaitement superposées aux courbes expérimentales pour les trois vitesses de chargement (figure 3.26(a)). Nous avons introduit un rayon de pointe de 322 nm, ce qui correspond à un défaut de pointe de 20 nm. La sensibilité à la vitesse de déformation est beaucoup plus élevée que celle du polycarbonate ou du CR39[®] (tableau 3.11). La consistance est également très importante. Le coefficient d'écroûissage est identifié à partir de la courbe expérimentale de la figure 3.26(b), pour l'indenteur de demi-angle 30°, de rayon de pointe 600 nm et pour une vitesse de chargement de 0,01 s⁻¹. Le rayon de pointe que l'on identifie pour que la courbe calculée par simulation soit superposée à la courbe expérimentale est de 660 nm. Cette valeur est proche des valeurs obtenues lors de l'identification des paramètres du polycarbonate, car il a été identifié pour des pénétrations équivalentes à celles du polycarbonate. Comme dans le cas du polycarbonate, la courbe obtenue en compression par Mauger [55] est légèrement au-dessus de celle que nous obtenons, ce qui est attribué à l'adoucissement qui n'est pas pris en compte dans la modélisation (figure 3.25). L'essai de compression n'a pas été mené à des déformations suffisamment importantes pour pouvoir observer l'écroûissage.

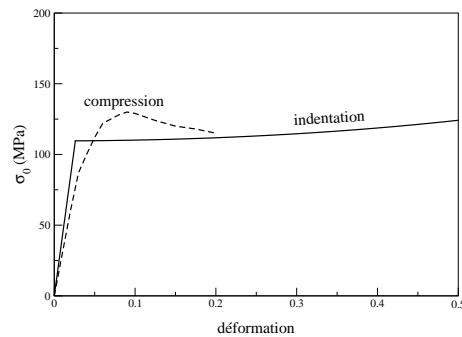


FIG. 3.25 – Rhéologie du PMMA déterminée par le présent travail et celle déterminée en compression, pour une vitesse de déformation de 5.10^{-3} s⁻¹.

La figure 3.26(c) met en évidence que les paramètres viscoplastiques calculés avec les deux autres indenteurs rendent compte correctement de la nano-indentation avec une autre géométrie d'indenteur ($\theta=30^\circ$, $\rho=1 \mu\text{m}$). Les courbes de simulation numérique sont légèrement décalées vers le bas car le défaut de pointe ou l'angle de l'indenteur ne sont pas estimés correctement. Néanmoins, pour les fortes pénétrations, les courbes expérimentales et de simulation sont 'parallèles' ce qui traduit que le coefficient d'écroûissage est correctement identifié. Il en est de même pour la sensibilité à la vitesse de déformation, on note en effet que le décalage entre les courbes expérimentales et de simulation est constant quelle que soit la vitesse de chargement. Ce résultat confirme que la rhéologie est estimée correctement.

Les duretés calculées par simulation numérique sont supérieures à celles estimées expérimentalement (figure 3.27). Les écarts sont de l'ordre de 50 % pour le cône de 1 μm , et de 20 % et 35 % pour la pyramide Berkovich. La représentation en h/a pour l'axe des abscisses (figure 3.27(b)) met en évidence que la caractéristique principale lors de l'indentation est le rapport entre la pénétration de l'indenteur et le rayon de contact (h/a) qui est proportionnel à la déformation moyenne imposée par l'indenteur. Les duretés calculées en simulation pour les indenteurs de demi-angle 30° et de rayon de pointe 600 nm et 1 μm sont parfaitement superposées. Les courbes expérimentales sont superposées pour les faibles déformations, l'écart maximum relevé est de 6 % pour les déformations de 0,5.

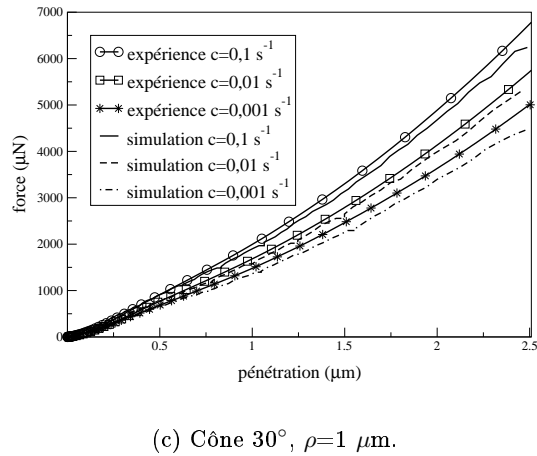
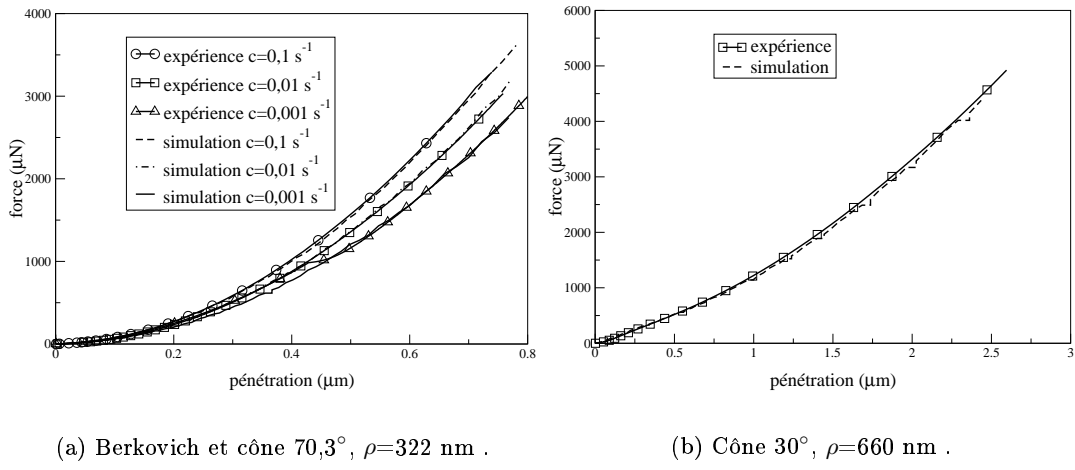


FIG. 3.26 – Comparaison entre les forces expérimentales et les forces calculées par simulation numérique pour le PMMA.

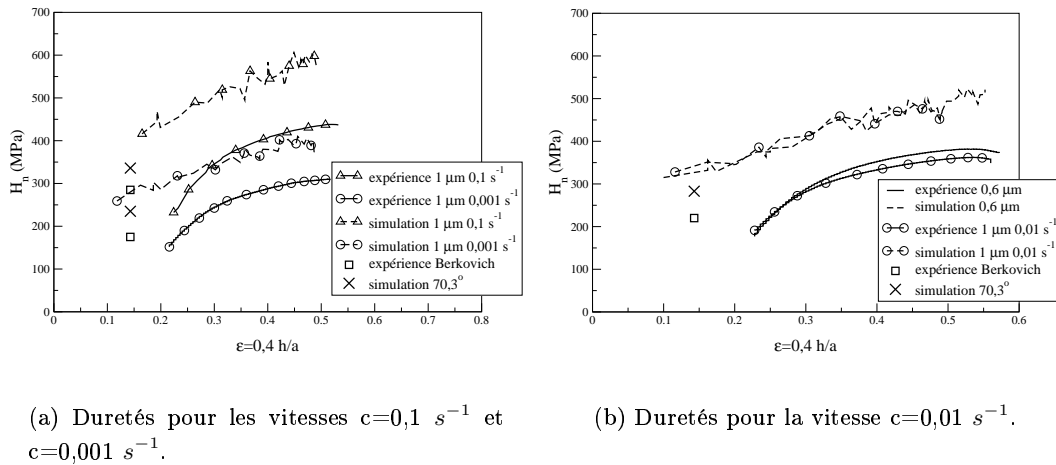


FIG. 3.27 – Comparaison entre les duretés expérimentales et les duretés calculées par simulation numérique pour le PMMA.

3.3.3 Influence de la forme des indenteurs

Nous avons utilisé un indenteur axisymétrique de demi-angle $70,3^\circ$ pour reproduire les essais d'indentation tridimensionnels effectués avec la pyramide Berkovich. Ramond-Angélélis [61] a montré par des comparaisons entre des simulations numériques bidimensionnelles et tridimensionnelles que la force d'indentation est surestimée en utilisant l'indenteur axisymétrique de révolution, l'ordre de grandeur de cet écart est de 6 % environ. Nous avons estimé par la suite, que la consistance K que l'on identifie est, par conséquent, sous évaluée, pour les simulations sur un polycarbonate sans frottement, la consistance K passe de 99 à 105 MPa.s^{-m}, d'où une erreur de 6 %.

L'identification de h_g avec un indenteur de rayon de pointe 600 nm et de demi-angle 32° , sur un polycarbonate avec un frottement de Coulomb de 0,3 montre que h_g est égal à 0,2 ; pour un demi-angle de 30° , on avait obtenu $h_g=0,5$. Un faible écart sur l'estimation de l'angle de l'indenteur entraîne donc une baisse importante de la valeur de la sensibilité à l'érouissage. Il est donc possible que h_g pour le CR39[®] ait été surestimé. D'autre part, nous avons vérifié qu'en faisant varier la valeur du rayon de pointe de l'indenteur cela avait peu de conséquences sur la détermination de h_g , ce qui s'explique par le fait que ce paramètre est identifié pour les fortes pénétrations.

Ces études mettent en évidence que la valeur des coefficients rhéologiques que l'on obtient est sensible à la géométrie des indenteurs utilisés en simulation numérique. Il est donc évident que la forme des indenteurs en simulation numérique doit être la plus proche possible de celle des indenteurs réels. La géométrie des indenteurs que l'on utilise lors des essais n'étant pas déterminée avec certitude, les paramètres rhéologiques ne peuvent donc pas être considérés comme définitifs, surtout en ce qui concerne la sensibilité à l'érouissage. Cela peut parfaitement expliquer les écarts de 50 % que l'on observe sur la dureté du CR39[®] entre l'expérience et le calcul numérique. Les figures 3.15, 3.22 et 3.25 montrent toutefois que les résultats obtenus sont assez cohérents avec ceux des essais rhéologiques.

3.4 Etude préliminaire sur les vernis

Dans cette partie, nous présentons, tout d'abord, avec la méthode de la section 3.2 une identification préliminaire des paramètres viscoplastiques de 3 vernis avec différents taux de charge, pour une même matrice. Pour ces identifications, nous considérons que le vernis est un matériau massif avec une épaisseur telle que les effets de bord sont négligeables. Nous verrons ensuite, dans quelle mesure cette hypothèse est valide pour des films minces. Cette méthode est robuste dans le cas où la profondeur de pénétration de l'indenteur est suffisamment importante. Pour que le film puisse être assimilé à un matériau massif, il faut que les effets du substrat ne soient pas ressentis pour ces pénétrations. Nous présentons enfin le cadre dans lequel l'identification de la rhéologie des vernis nous semble la plus pertinente à réaliser.

3.4.1 Identification préliminaire de la rhéologie de 3 vernis

Les résultats présentés concernent trois vernis utilisés pour protéger les verres organiques. Ces vernis sont appelés oa5, oa10 et oa20, le terme 'oa' désigne le fait que ces vernis sont déposés sur du CR39[®]. Les nombres 5, 10 et 20 sont relatifs au taux de charge du vernis, l'oa10, par exemple, a un taux de charge deux fois plus faible que l'oa20. Nous nous proposons de déterminer le comportement rhéologique de ces vernis. La démarche utilisée pour l'identification est celle présentée dans la section 3.2. Nous faisons donc deux hypothèses importantes :

- Le film est considéré comme un matériau massif : pour les pénétrations de l'indenteur que l'on considère, le substrat n'exerce aucune influence. Cette hypothèse sera étudiée plus en détail dans la section 3.4.2.
- La rhéologie de ces matériaux est encore très mal connue. Nous avons considéré que les modèles élastiques et viscoplastiques utilisés pour le polycarbonate ou le CR39[®] permettent de décrire également la rhéologie des vernis que l'on étudie.

L'identification se fait à partir des courbes expérimentales force déplacement obtenues en nanoindentation pour les deux indenteurs : la pyramide Berkovich et l'indenteur conique de demi-angle $\theta=30^\circ$ et de rayon de pointe $\rho=600$ nm, pour les vitesses de chargement indiquées dans le tableau 3.12.

Indenteur	Berkovich		cône 30° $\rho=600$ nm	
	oa5	$c=0,1 \text{ s}^{-1}$	$c=0,01 \text{ s}^{-1}$	$c=0,1 \text{ s}^{-1}$
oa10	$c=0,1 \text{ s}^{-1}$	$c=0,01 \text{ s}^{-1}$	$c=0,1 \text{ s}^{-1}$	$c=0,01 \text{ s}^{-1}$
oa20	$c=0,1 \text{ s}^{-1}$	$c=0,01 \text{ s}^{-1}$	$c=0,1 \text{ s}^{-1}$	$c=0,01 \text{ s}^{-1}$

TAB. 3.12 – Essais de nano-indentation utilisés pour l'étude des vernis.

Les grandeurs élastiques des matériaux ont été déterminées expérimentalement (source Essilor) à partir des courbes de charge avec la 'continuous stiffness'. Le module d'Young réduit, le module d'Young et le coefficient de Poisson sont indiqués dans le tableau 3.13. N'ayant pas d'information dans la littérature concernant le coefficient de Poisson des vernis, nous avons choisi le même coefficient de Poisson que celui du CR39[®], bien que la matrice des vernis ne soit pas du CR39[®].

matériau	$E^* = \frac{E}{1-\nu^2}$	E	ν
oa5	3,3 GPa	2,77 GPa	0,4
oa10	3,8 GPa	3,19 GPa	0,4
oa20	4,7 GPa	3,89 GPa	0,4

TAB. 3.13 – Paramètres élastiques des vernis.

Rappelons également que la loi de G'Sell Jonas est de la forme :

$$\sigma(\bar{\epsilon}, \dot{\epsilon}, T) = K e^{\frac{a}{T}} (1 - e^{-w\bar{\epsilon}}) e^{h_g \bar{\epsilon}^2} \dot{\epsilon}^m \quad (3.26)$$

Comme pour les identifications sur les substrats, la sensibilité thermique, a , est considérée nulle et le paramètre, w , décrivant les petites déformations est égal à 5000 (section 3.2).

Le coefficient de frottement de Coulomb est supposé égal à 0,2, valeur basée sur l'interprétation avec des modélisations analytiques du frottement apparent lors des expériences de rayage (section 2.5 chapitre 2).

Nous avons tout d'abord déterminé les paramètres m et K avec les indentations Berkovich avec la méthode décrite dans la section 3.2. L'identification du paramètre d'érouissage h_g avec le cône aigu est ensuite effectuée comme précédemment.

Sensibilité à la vitesse de déformation

Pour chaque vernis et pour chaque vitesse de chargement, nous avons effectué trois essais d'indentation Berkovich, afin de voir la reproductibilité des essais. Les courbes expérimentales de la dureté nominale (sans prise en compte du défaut de pointe) en fonction de la pénétration sont représentées sur la figure 3.28 :

- La dureté nominale décroît lentement. Pour les pénétrations de $0,3 \mu\text{m}$ et pour l'oa5 et l'oa 20, la dureté nominale pour $c=0,01 \text{ s}^{-1}$ est parfois supérieure à la dureté pour $c=0,1 \text{ s}^{-1}$. Nous avons donc utilisé ces courbes pour des intervalles de pénétration très restreints ($0,4 < h < 0,45$, pour l'oa5), bien que la dureté nominale ne soit pas encore complètement stabilisée.
- L'incertitude sur la dureté nominale pour chaque vitesse de chargement est faible (moins de 5 %). Par contre, l'écart entre les duretés pour les différentes vitesses est du même ordre de grandeur que l'incertitude sur la dureté nominale à chaque vitesse, ce qui est particulièrement visible pour l'oa20.
- La dureté nominale des matériaux augmente avec le taux de charge. Les charges ont comme prévu comme effet de durcir le matériau.

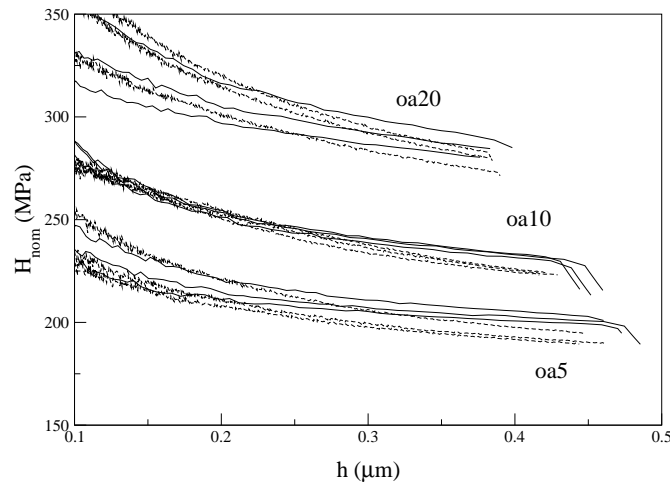


FIG. 3.28 – Evolution de la dureté nominale de l'indenteur Berkovich en fonction de la pénétration, pour les trois vernis et pour $c=0,1 \text{ s}^{-1}$ (lignes continues) et $c=0,01 \text{ s}^{-1}$ (lignes pointillées).

La sensibilité à la vitesse de déformation diminue lorsque le taux de charge augmente (tableau 3.14). Les vernis sont composés d'une partie polymérique qui est sensible à la vitesse de déformation et d'une partie minérale qui ne l'est pas (Mauger [55]). Lorsque le taux de colloïde augmente, le matériau serait donc proportionnellement moins sensible à la vitesse de déformation. Une autre hypothèse est que le taux de colloïde augmente le taux de réticulation et du même coup diminue la sensibilité du système à la vitesse de déformation.

Synthèse sur la sensibilité à la vitesse des différents matériaux

Nous avons rassemblé dans la figure 3.29 l'évolution de la sensibilité à la vitesse de déformation avec le rapport $\frac{\Delta H_{nom}}{H_{nom}}$ pour les trois vernis étudiés dans cette section ainsi que pour le polycarbonate, le CR39[®] et le PMMA pour un frottement non nul. Nous avons ajouté le point

matériau	m	K (MPa.s ^{-m})	h _g
oa5	0,050	138	28
oa10	0,033	138	35
oa20	0,026	162	16

TAB. 3.14 – Paramètres viscoplastiques des vernis estimés avec la méthode de la section 3.2. Le coefficient d'écroissance h_g a été obtenu pour ρ=600 nm.

supplémentaire (0,0). L'écart de dureté nominale est obtenu pour les vitesses de chargement c=0,1 s⁻¹ et c=0,01 s⁻¹. La relation théorique est linéaire et suit la loi suivante :

$$m = 0,0115 + 0,635 \frac{\Delta H_{nom}}{H_{nom}}. \quad (3.27)$$

Cette relation permet de déterminer l'ordre de grandeur de la sensibilité à la vitesse de déformation d'un matériau connaissant la dureté nominale de celui-ci pour deux essais d'indentation menés à des vitesses de chargement ayant un rapport de 10.

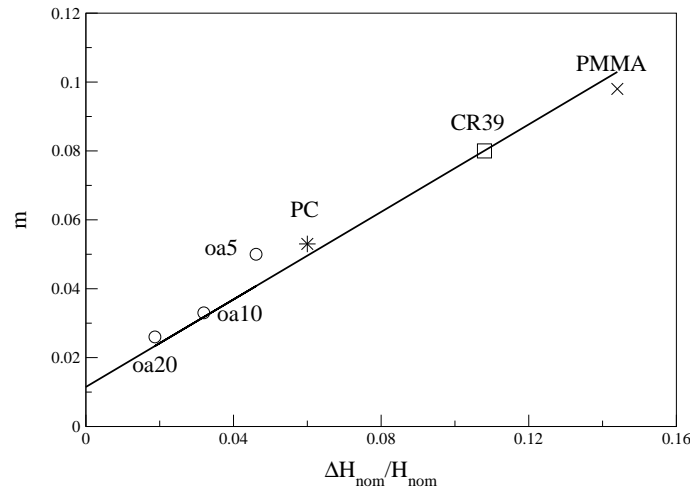


FIG. 3.29 – Evolution de la sensibilité à la vitesse de déformation avec le rapport $\frac{\Delta H_{nom}}{H_{nom}}$, pour c=0,1 s⁻¹ et c=0,01 s⁻¹, pour les différents matériaux étudiés.

Consistance

Le seuil de plasticité est déterminé par le produit $K \cdot \dot{\epsilon}^m$. Bien que la consistance K de l'oa5 et de l'oa10 soit la même, pour la gamme de vitesse de déformation qui nous concerne ici (10⁻² s⁻¹ et 10⁻³ s⁻¹) le plateau de l'oa10 est supérieur au plateau de l'oa5 (figure 3.30). En considérant que la vitesse de déformation est dix fois plus faible que le rapport \dot{P}/P (chapitre 2, section 2.4), le plateau de l'oa10 sera toujours supérieur au plateau de l'oa5 pour c < 10 s⁻¹, pour les indentations avec la pyramide Berkovich. La consistance de l'oa20 est supérieure à celle des deux autres vernis quelle que soit la vitesse de déformation. Plus le taux de charge est élevé, plus le plateau aux faibles déformations est important.

Coefficient d'écroissance

Expérimentalement les forces normales d'indentation sur les vernis ont été limitées à 3 mN. La pénétration maximale de l'indenteur est, par exemple, pour l'oa20 de 1,2 μm (figure 3.31). Le

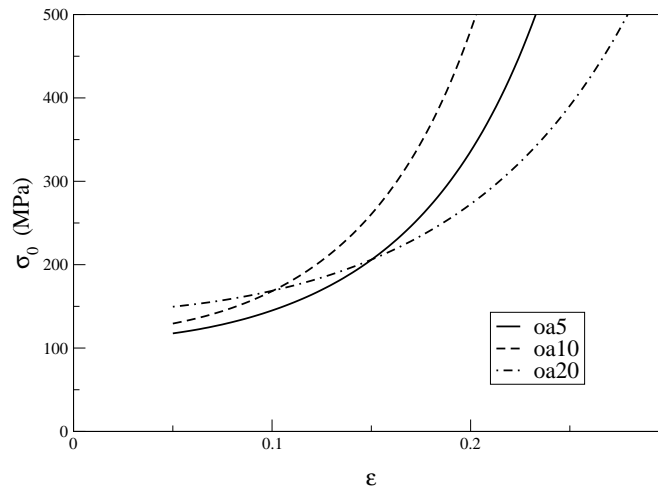


FIG. 3.30 – Tracé de la contrainte d’écoulement plastique en fonction de la déformation avec les paramètres du tableau 3.14 et pour une vitesse de déformation de $0,01 \text{ s}^{-1}$.

coefficient d’écrouissage pour chaque vernis est indiqué dans le tableau 3.14. Ce paramètre est très délicat à déterminer, nous avons utilisé les courbes force-pénétration pour des pénétrations comprises entre $0,75 \mu\text{m}$ et $1 \mu\text{m}$. Les pénétrations sont du même ordre de grandeur que le rayon de pointe, le coefficient d’écrouissage que l’on détermine dépend alors fortement de la valeur du rayon de pointe que l’on introduit dans les simulations. Ainsi, en augmentant le rayon de 600 nm à 640 nm , puis à 800 nm , pour l’oa10, le coefficient h_g passe de 35 à 27 puis à 13. Cette identification ne peut donc pas être considérée comme très fiable, car elle dépend de la valeur du rayon de pointe que l’on introduit. De plus, lors des simulations numériques avec le cône aigu, les niveaux de déformations plastiques équivalents atteints sont de l’ordre de 0,28, 0,26 et 0,32 pour respectivement l’oa5, l’oa10 et l’oa20. On remarque tout d’abord que le niveau de déformation de l’oa10 est inférieur à celui de l’oa5. Pour ces déformations, les contraintes sont les plus faibles pour l’oa20 et les plus fortes pour l’oa10 (figure 3.31). D’un point de vue physique, il est difficile à admettre que l’oa5 puisse s’écrouir plus que l’oa20.

Cet exemple met en évidence l’importance de préciser la pénétration minimale nécessaire pour identifier les paramètres avec la méthode que nous proposons.

Dureté de l’oa10

Nous avons choisi de présenter les résultats de dureté pour l’oa10. Nous étudierons ce matériau dans le chapitre suivant relatif à la rayure. Les duretés Berkovich et du cône équivalent sont parfaitement superposées (figure 3.32). Pour le cône de demi-angle 30° , la simulation numérique surestime la dureté expérimentale au maximum de 100 MPa. Pour une vitesse de chargement $c=0,1 \text{ s}^{-1}$, la dureté expérimentale est de 1000 MPa, pour une déformation de 0,4. Le caractère protecteur du vernis est mis en évidence par une dureté largement supérieure à celle du CR39[®] dans les mêmes conditions : 350 MPa.

3.4.2 Profondeur nécessaire pour identifier les paramètres

La figure 3.7(a) relative au cône de demi-angle $70,3^\circ$ sur le polycarbonate montre que la dureté nominale expérimentale est constante pour les pénétrations supérieures à $0,2 \mu\text{m}$. Pour les faibles pénétrations, les courbes expérimentales sont perturbées principalement par

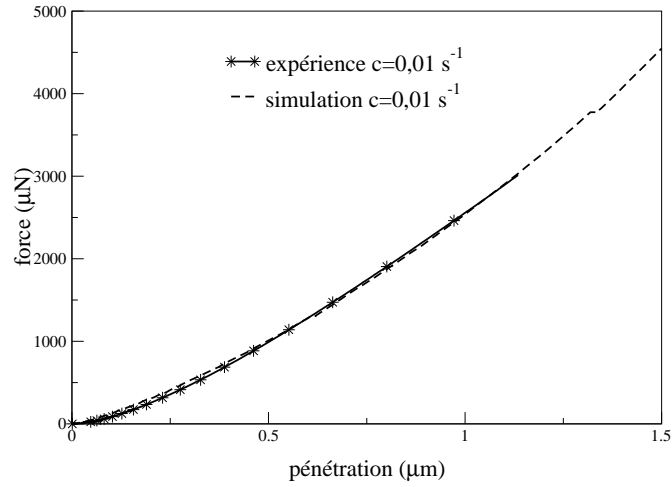


FIG. 3.31 – Comparaison de la courbe expérimentale et de la courbe obtenue par simulation numérique pour l'indenteur conique de demi-angle 30° et de rayon de pointe 600 nm, oa20.

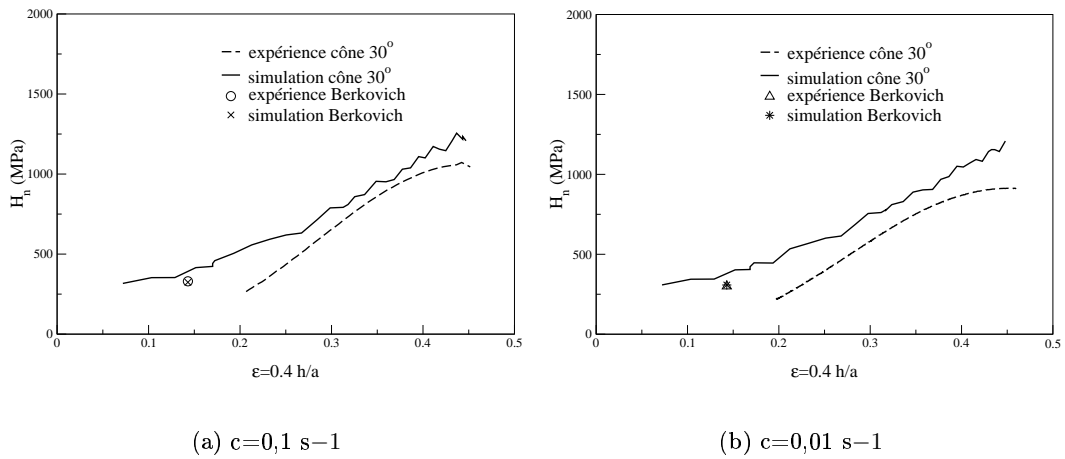


FIG. 3.32 – Comparaison entre les duretés expérimentales et les duretés calculées par simulation numérique pour l'oa10.

le défaut de pointe. De même, on attribue les fluctuations de dureté nominale des courbes obtenues par simulation numérique à une mauvaise discrétisation spatiale : les éléments sont trop grands pour les faibles pénétrations. Dès les pénétrations de $0,2 \mu\text{m}$, nous avons vérifié que les duretés expérimentales et calculées par simulation varient de moins de 1 % lorsque la pénétration augmente. Une pénétration de $0,3 \mu\text{m}$ maximum est donc suffisante pour identifier les paramètres avec les indentations avec la pyramide Berkovich.

Le paramètre d'écroûissage de la loi de G'Sell Jonas : h_g est lié à l'écroûissage aux grandes déformations. L'indenteur de demi angle 30° et de rayon de pointe 600 nm permet d'identifier ce paramètre pour les fortes pénétrations. Les courbes force-pénétration obtenues en simulation numérique (figure 3.33) sont très similaires pour $h_g=0,4$ et $h_g=0,9$, pour les pénétrations inférieures à $0,9 \mu\text{m}$. Il est donc délicat d'identifier ce paramètre pour ces faibles pénétrations. Entre $h=1 \mu\text{m}$ et $h=1,5 \mu\text{m}$, on observe plus nettement l'influence de h_g . Cette influence est encore plus marquée pour les pénétrations allant jusqu'à $2 \mu\text{m}$. La pénétration minimale de l'indenteur aigu pour identifier h_g est donc de $1,5 \mu\text{m}$, nous obtiendrions plus de précision pour des pénétrations plus grandes. Il devient maintenant évident que les coefficients d'écroûissage proposés pour les vernis dans la section précédente ne peuvent pas être considérés comme très fiables.

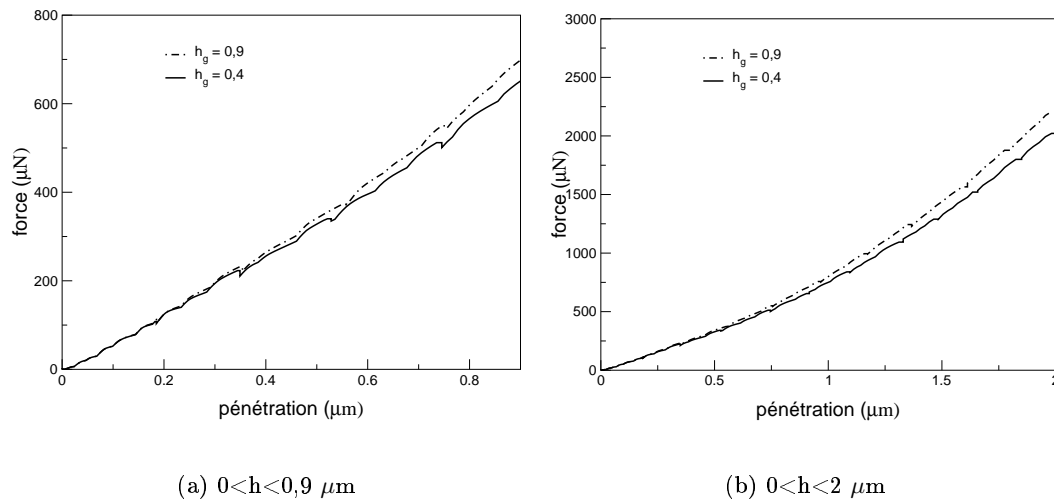


FIG. 3.33 – Courbes force-pénétration obtenues en simulation numérique pour une rhéologie proche d'un polycarbonate, cône 30° , $\rho=600 \text{ nm}$, $c=0,1 \text{ s}^{-1}$.

3.4.3 Influence du substrat

Pour des indentations sur des matériaux métalliques, les déformations sont localisées autour de l'indenteur, la règle d'usage est de considérer que le substrat ou les effets de bord n'ont plus d'influence pour un rapport entre la pénétration de l'indenteur et la hauteur de l'échantillon inférieur à $0,1$. Les matériaux que nous étudions ont des propriétés élastiques très importantes. Lors de l'indentation des polymères, les déformations élastiques s'étendent donc dans un volume très grand autour de la pointe de l'indenteur. En usage courant, les vernis sont déposés sur un substrat mou de type polycarbonate ou CR39[®], avec une épaisseur de $3 \mu\text{m}$ environ. Pour vérifier l'influence du substrat, nous simulons l'indentation de matériaux revêtus de films minces sur le code de calcul commercial axisymétrique multimatériaux Forge2[®]. La rhéologie du substrat est variable : verre minéral, CR39[®] et une rhéologie identique à celle du film (tableau

3.15). La rhéologie du film est celle obtenue par la méthode de la section 3.4.1.

TAB. 3.15 – Paramètres rhéologiques des matériaux utilisés en simulation multimatériaux.

	E (GPa)	ν	m	K (MPa.s ^{-m})	h_g
vernis	3,89	0,4	0,047	188	10
verre minéral	70	0,23	0,01	3600	0
CR39 [®]	2,1	0,4	0,078	145	4,5

Indentations avec l'indenteur Berkovich

Dans cette section, par commodité nous appellerons dureté le rapport F/h^2 . La représentation graphique (figure 3.34) de la dureté en fonction de h/e , e étant l'épaisseur du film, permet d'avoir des courbes constantes quelle que soit la pénétration de l'indenteur, lorsque le substrat n'est pas sollicité. Dans cette représentation, les courbes de dureté sont superposées quelle que soit l'épaisseur du film e . Nous avons vérifié ce fait en simulation numérique avec une épaisseur de film de $3 \mu\text{m}$ et de $5 \mu\text{m}$.

Lorsque le substrat est le même que le vernis (ce qui équivaut à une indentation sur un matériau massif), la dureté devient constante ($h/e > 0,03$) après un régime intermédiaire, dû principalement à la trop grande taille des éléments. Ce phénomène peut être atténué en diminuant la taille des mailles au contact de l'indenteur, mais il ne peut pas être supprimé totalement.

Dans le cas où le substrat est du CR39[®], c'est à dire un matériau plus mou que le vernis, la dureté est tout d'abord confondue avec la dureté du matériau massif et à partir de $h/e=0,07$, elle décroît progressivement. L'écart par rapport au matériau massif est de 13 % pour $h/e=0,16$, soit $h=0,5 \mu\text{m}$ environ pour $e=3 \mu\text{m}$.

Lorsque le substrat (verre minéral) est plus dur que le vernis, la dureté du vernis est, dès les faibles pénétrations, constante ($h/e < 0,08$), mais supérieure à la dureté du vernis pris comme matériau massif. Ensuite, la dureté augmente et est 23 % supérieure à la dureté du matériau massif pour $h/e=0,16$.

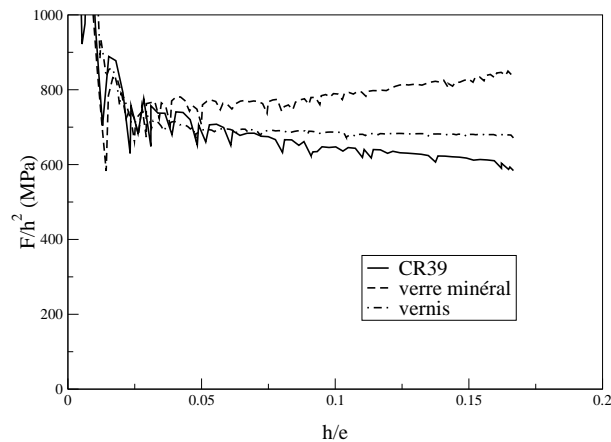


FIG. 3.34 – Evolution de F/h^2 en fonction de h/e pour l'indenteur équivalent au Berkovich.

Nous pouvons conclure, tout d'abord que la condition $h/e < 0,1$, admise pour les métaux pour ne pas avoir d'influence du substrat, n'est pas satisfaisante pour des indentations sur des matériaux à forte composante élastique. Lorsque le film est mou et pour des indentations Berkovich, il est donc important de bien choisir le substrat sur lequel le vernis sera déposé. Un substrat dont la rhéologie est proche de celle du vernis est préférable à un substrat très dur (verre minéral). D'un point de vue expérimental, nous recommandons de déposer un vernis sur l'épaisseur la plus grande possible, $5 \mu\text{m}$ par exemple (sans que la nature du vernis s'en trouve modifiée), sur un substrat CR39[®]. Dans ces conditions, la pénétration maximum que l'on puisse atteindre est de $0,35 \mu\text{m}$. Cette profondeur est compatible avec la valeur de $0,3 \mu\text{m}$ minimum nécessaire pour identifier les paramètres viscoplastiques avec cet indenteur (section 3.4.2). Dans la section 3.4.1, nous avons identifié K et m pour $h < 0,4$ et $e = 3 \mu\text{m}$ ($h/e < 0,133$). Pour ces pénétrations le substrat CR39[®] est déjà sollicité. Les valeurs de m et K du tableau 3.14 sont donc entachées d'une certaine erreur.

Indentations avec l'indenteur aigu

Pour cet indenteur, la dureté (F/h^2) décroît continûment lorsque la pénétration augmente (figure 3.35). La dureté calculée dans le vernis déposé sur le verre minéral est supérieure à la dureté du matériau massif (30 % pour $h = 1,5 \mu\text{m}$). Elle est plus faible pour le vernis déposé sur le CR39[®] (14 % pour $h = 1,5 \mu\text{m}$). Nous retrouvons la même influence du substrat que pour les indentations avec l'autre indenteur. Dans ce cas, les déformations étant plus localisées, l'influence du substrat est moins importante, pour $h = 0,5 \mu\text{m}$ ($h/e = 0,16$) les écarts de dureté par rapport à la dureté du matériau massif sont de 8 % et de 6 % pour le substrat minéral et le substrat CR39[®] (23 % et 13 % pour $h/e = 0,16$ pour le cône équivalent à la pyramide Berkovich).

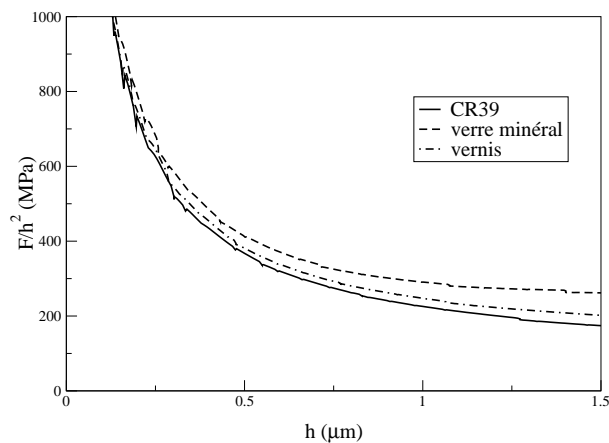


FIG. 3.35 – Evolution de F/h^2 en fonction de h pour l'indenteur aigu, $e = 3 \mu\text{m}$, $\theta = 30^\circ$, $\rho = 600 \text{ nm}$.

Le substrat verre minéral influence nettement plus le comportement du vernis que le substrat CR39[®]. Pour identifier le coefficient d'érouissage, il est nécessaire de faire pénétrer l'indenteur de $1,5 \mu\text{m}$ (section 3.2). Pour cette pénétration, l'erreur commise sur la dureté est de 14 % avec le substrat CR39[®]. L'incertitude sur l'identification de h_g est donc non négligeable avec un code de calcul monomatériau. Ces résultats montrent clairement l'intérêt soit de déposer des vernis sur des couches plus épaisses, soit d'identifier h_g avec un code de calcul multimatériaux.

3.5 Conclusions

Nous avons développé une méthode permettant de déterminer les paramètres de la loi de G'Sell Jonas à partir d'essais de nano-indentation en utilisant deux indenteurs : une pyramide Berkovich et un indenteur aigu qui impose des grandes déformations. Nous avons identifié les paramètres viscoplastiques de trois matériaux massifs : le polycarbonate, le CR39[®] et le PMMA. Les rhéologies équivalentes obtenues pour le polycarbonate et le CR39[®] sont cohérentes avec les courbes contrainte déformation en compression issues de la littérature. Par contre, les duretés calculées par simulation numérique sont supérieures aux duretés estimées expérimentalement. L'écart de l'ordre de 20 ou 30 % pour les indentations avec la pyramide Berkovich ou son cône équivalent est lié à une mauvaise estimation du rayon de contact réel ou bien à une mauvaise détermination de la consistance et de la sensibilité à la vitesse de déformation. Pour le cône aigu, ces écarts s'expliquent par une mauvaise modélisation de la forme de l'indenteur réel qui est encore mal connue. L'angle que l'on utilise en simulation est en effet probablement plus faible que celui du cône équivalent à l'indenteur réel, ce qui conduit à surestimer la valeur du coefficient d'érouissage et la dureté normale pour les grandes déformations.

Nous avons montré clairement que lors de l'indentation de polymères avec des pointes aiguës, on induit des phénomènes d'érouissage que nous avons quantifiés par l'intermédiaire du coefficient d'érouissage. Bien que de manière surprenante, le coefficient d'érouissage du vernis comportant le plus fort taux de charge soit plus faible que la valeur du vernis comportant le moins de charge, les valeurs pour le polycarbonate et le PMMA sont les mêmes ($h_g < 1$) et inférieures aux valeurs obtenues pour les polymères thermodurcissables (orma, $h_g \simeq 5$; vernis, $h_g \simeq 15-35$). Ce résultat montre l'effet de la réticulation et de sa densité sur l'érouissage.

La pression hydrostatique est la même pour le cône de demi-angle $70,3^\circ$ et le cône aigu, l'augmentation des contraintes (ou de la dureté) lorsque l'angle de l'indenteur diminue est donc bien un effet de l'érouissage.

L'analyse préliminaire menée sur trois vernis montre que pour utiliser la méthode d'identification que nous avons présentée, il est indispensable de prendre en compte le substrat. L'identification doit être menée sur un code de calcul multimatériaux, avec des épaisseurs de vernis les plus grandes possible.

Chapitre 4

Simulation numérique de la rayure

Table des matières du chapitre

4.1	Condition des simulations numériques avec Forge3[®]	122
4.1.1	Présentation générale du code de calcul	122
4.1.2	Maillage et taille du domaine	123
4.2	Rayure de matériaux élastiques parfaitement plastiques	130
4.2.1	Introduction	131
4.2.2	The finite element model	132
4.2.3	Results and discussion	134
4.2.4	Conclusions	147
4.3	Rayure des substrats	148
4.3.1	Résultats expérimentaux	148
4.3.2	Calculs numériques	149
4.3.3	Dépouillement des calculs	150
4.3.4	Pyramide Berkovich et cône équivalent	153
4.3.5	Rayure avec la pyramide Berkovich face en avant	160
4.3.6	Rayure avec le cône aigu	166
4.4	Rayure sur un vernis	178
4.4.1	Simulations numériques	178
4.4.2	Résultats et discussions	179
4.5	Comportement en simulation des trois matériaux	184
4.6	Dureté normale et dureté rayure	185
4.6.1	Déformation représentative	185
4.6.2	Vitesse de déformation	188
4.6.3	Dureté	188
4.7	Conclusions	190

Dans un premier temps, nous présentons le logiciel de calcul avec lequel nous avons simulé le processus de rayage. Renon [62] donne plus de détails sur les méthodes numériques utilisées dans Forge3[®]. Nous étudions l'effet des conditions des simulations : cinématique de l'indenteur, taille du domaine et taille des mailles au contact de l'indenteur sur la précision des résultats souhaitée et les temps de calcul.

Nous présentons ensuite une analyse de la rayure de matériaux élastiques parfaitement plastiques avec un indenteur conique de révolution. Nous faisons varier le module d'Young de ces matériaux pour étudier l'influence de l'élasticité sur l'aire de contact sous charge et du frottement apparent. Ces simulations seront comparées à des simulations similaires effectuées en indentation et à des essais expérimentaux sur différents matériaux avec une pyramide Berkovich. Cette étude publiée dans la revue *Wear* (Bucaille *et al.* [24]), nous permettra de mieux comprendre les effets de la rhéologie sur le comportement en rayure, dans le cas de matériaux dont la rhéologie est simple.

Nous utilisons ensuite les résultats de l'identification de la rhéologie du polycarbonate, du CR39[®] et d'un vernis (oa10) pour étudier leur comportement en rayure. Les indenteurs utilisés sont : la pyramide Berkovich et le cône de demi-angle 30° et de rayon de pointe 600 nm. On fait varier la force normale et la vitesse de rayage. Ces simulations sont confrontées aux résultats expérimentaux.

Suite au travail concernant le niveau de déformation moyen en indentation et en rayure pour des matériaux élastiques parfaitement plastiques, nous définissons une déformation représentative pour les polymères. Ceci nous permet de comparer les duretés normales et les duretés rayure pour le polycarbonate et le CR39[®].

4.1 Condition des simulations numériques avec Forge3[®]

4.1.1 Présentation générale du code de calcul

Le logiciel Forge3[®] est un logiciel de calcul par éléments finis tridimensionnel initialement conçu pour simuler des problèmes de forgeage. Les équations de la mécanique (Principe des Puissances Virtuelles) sont formulées en vitesse et en pression. L'élément choisi pour la mise en oeuvre de la méthode de discrétisation est l'élément mixte tétraédrique P1+/P1 qui semble être un bon compromis entre précision et temps de calcul. 'P1' signifie que l'on interpole la vitesse et la pression sur un côté de l'élément par un polynôme du 1er degré. Le + indique que l'on ajoute un degré de liberté au centre de l'élément pour interpoler la vitesse. Forge3[®] est un logiciel capable de résoudre des problèmes non-linéaires. La méthode utilisée pour résoudre de tels problèmes est la méthode de Newton-Raphson.

Le corps déformable est discrétisé à l'aide de tétraèdres. Les noeuds du maillage représentent des points matériels (formulation Lagrangienne), et donc le maillage se déforme suivant les sollicitations induites par le procédé simulé. Un maillage trop déformé ne permet plus de résoudre correctement les équations issues de la discrétisation du Principe des Puissances Virtuelles. Pour pouvoir prendre en compte les grandes déformations, on est donc amené à remailler le domaine déformé. Dans le code, cette étape est réalisée automatiquement. Lors du remaillage les variables stockées aux noeuds et pour chaque élément sont transportées vers le nouveau maillage. Ce transport induit systématiquement des modifications des grandeurs plus ou moins importantes, selon le raffinement du nouveau maillage. Le logiciel Forge3[®] permet de discrétiser finement certaines zones du maillage. Ces zones sont appelées des boîtes. Au cours

des remaillages, ces boîtes parallélépipédiques ou cylindriques peuvent se déplacer avec l'outillage.

La prise en compte du contact est un problème excessivement complexe, les équations du contact induisent de très fortes non-linéarités et sont difficiles à discrétiser. Il existe plusieurs méthodes numériques pour imposer les conditions de contact. Dans Forge3[®], on utilise une pénalisation nodale explicite. Les noeuds du maillage sont autorisés à pénétrer dans l'outil d'une certaine distance. Au delà de cette distance, une force répulsive est activée sur les noeuds et stoppe leur pénétration. Le code permet de prendre en compte les lois de frottement de Coulomb, de Tresca et une dépendance du frottement en fonction de la vitesse.

Les lois de comportement disponibles dans le code sont de type viscoplastique (Norton-Hoff) et élasto-viscoplastiques (Prandtl-Reuss). Dans le cas élasto-viscoplastique, le critère de plasticité est celui de von Mises.

4.1.2 Maillage et taille du domaine

Choix d'une cinématique lors des simulations de rayage

D'un point de vue expérimental, l'essai de rayure se décompose en deux étapes principales : une indentation normale au milieu d'un échantillon suivie d'un déplacement tangentiel de l'indenteur dans le matériau en gardant une force normale constante. Pour les simulations numériques de l'essai de rayure, nous avons choisi un domaine parallélépipédique rectangle (figure 4.10). Le plan parallèle à la direction de rayage et passant par l'axe de révolution de l'indenteur étant un plan de symétrie (plan $x=0$), les simulations sont effectuées sur une moitié du domaine. Le maillage est stoppé dans les deux autres directions par deux autres plans de symétrie $y=0$ et $z=0$. Les noeuds du maillage sont libres de se déplacer dans les plans de symétrie, mais ils ne peuvent en sortir.

Nous avons comparé deux techniques pour la cinématique de l'indenteur lors des simulations numériques :

- Cinématique 1 : on utilise la même cinématique que celle utilisée expérimentalement : une indentation suivie de la rayure. Une première simulation consiste en un déplacement vertical de l'indenteur jusqu'à la pénétration souhaitée. Afin de s'affranchir des effets de bords, il est nécessaire d'indenter à une grande distance de la surface libre. On impose ensuite un déplacement selon l'axe y à pénétration constante.
- Cinématique 2 : La position initiale de l'indenteur est à l'extrémité du domaine, l'indenteur se déplace ensuite selon l'axe y (figure 4.3).

La deuxième technique offre deux avantages par rapport à la première puisque l'on ne simule qu'une seule opération et que l'on diminue la taille du domaine. La première technique permet tout de même de simuler l'indentation et la rayure et de comparer le comportement du matériau dans ces deux modes de sollicitation.

La rhéologie du matériau est celle identifiée pour un polycarbonate pour un frottement nul ($K=99 \text{ MPa}\cdot\text{s}^{-m}$, $m=0,046$ et $h_g=0,8$). Le module d'Young est de 2,4 GPa et le coefficient de Poisson de 0,3. L'indenteur est le cône de demi-angle 30° et de rayon de pointe 600 nm. La pénétration de l'indenteur en rayage est de 500 nm, la vitesse d'indentation et de rayage est constante et égale à $10 \mu\text{m/s}$. Le frottement imposé est nul.

La vitesse de l'indenteur étant constante lors de l'indentation, la vitesse de déformation moyenne que l'on impose décroît lorsque la pénétration augmente. Par contre lors du rayage, la

vitesse et la pénétration de l'indenteur étant constantes, la vitesse de déformation moyenne est constante. Il faut donc rester prudent lors de la comparaison de ces deux essais car les vitesses de déformation ne sont pas strictement les mêmes. On remarque sur la figure 4.1 que les isovaleurs des vitesses de déformation sont malgré tout du même ordre de grandeur.

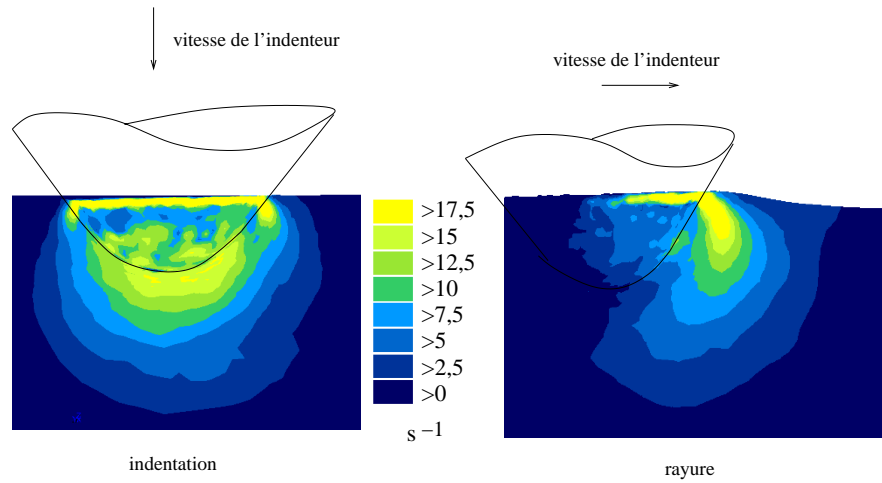


FIG. 4.1 – Comparaison des vitesses de déformation généralisée obtenues en simulation de l'indentation et de la rayure d'un polycarbonate à frottement nul, selon une coupe transversale ($x=0$), $v=10 \mu\text{m/s}$.

En indentation, un léger bourrelet se forme sur le pourtour de l'indenteur, ce bourrelet est très nettement accentué lorsque l'on déplace ensuite tangentiellement l'indenteur (figure 4.2). En parallèle, les forces tangentielles et normales croissent puis se stabilisent. La dureté augmente de 45 %, lorsque l'on raye le matériau (tableau 4.1). Nous verrons dans la section 4.2 que, pour des matériaux sans écrouissage ni viscosité (même K et E , mais $h_g=0$ et $m=0$, soit $X=10$), la dureté n'augmente que de 10 % environ lorsque l'on raye le matériau. L'indice de viscosité étant faible, l'augmentation de la dureté que l'on relève ici ne peut donc pas être uniquement liée à un changement dans le mode de déformation, mais bien à une augmentation de la déformation moyenne ce qui augmente les niveaux de contrainte grâce à l'écrouissage. Nous confirmons ici pour un matériau écrouissable les résultats exposés dans la section 2.3 pour des matériaux parfaitement plastiques : le niveau de déformation en rayure est supérieur à celui en indentation. En arrière de l'indenteur, le retour élastique est de l'ordre de 20 %. Le profil de rayage est strictement le même lors de la simulation avec la cinématique 2. Les forces normales et tangentielles et la dureté sont également les mêmes pour les cinématiques de rayage 1 et 2 (tableau 4.1).

	$P/2, W/2 (\mu\text{N})$	$Ft/2 (\mu\text{N})$	aire de contact projetée (μm^2)	dureté (MPa)
indentation	178		0,580	307
cinématique 1	222	107	0,500	444
cinématique 2	221	107	0,496	441

TAB. 4.1 – Comparaison de la dureté et des forces normales et tangentielles pour l'indentation et la rayure en régime permanent d'un polycarbonate en simulation numérique. La dureté est calculée avec l'aire de contact projetée.

La comparaison du profil de rayage et de quelques grandeurs mécaniques montrent clairement,

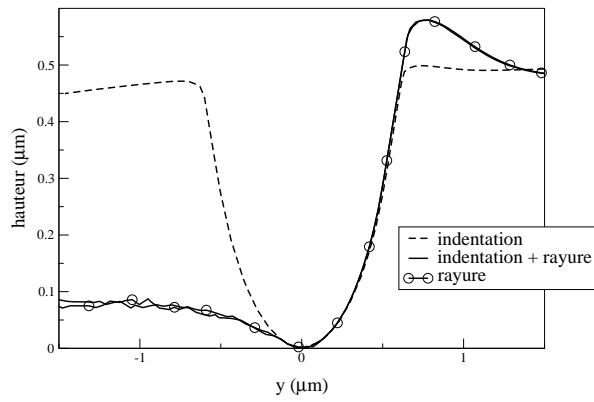


FIG. 4.2 – Comparaison des profils de rayage et d’indentation, dans le plan $x=0$.

sur un cas particulier, que les deux types de cinématique sont équivalentes sur le plan des résultats obtenus. Par contre, le temps de calcul et la mise en place des calculs est beaucoup plus rapide lorsque l’indenteur a un déplacement uniquement tangentiel (cinématique 2). Dans les travaux que nous allons présenter, nous utiliserons donc, lors des simulations numériques, la cinématique 2.

Choix d’une taille de domaine

La taille du domaine doit être suffisamment grande devant la pénétration de l’indenteur et la largeur de rayure afin que les effets de bords aient peu d’influence sur les résultats observés. Dans les sections 2.3 et 4.2 nous proposons une taille de domaine pour des simulations de rayage avec un indenteur de demi-angle $70,3^\circ$ sur des matériaux élastiques parfaitement plastiques avec un index d’indentation $X=60$. Nous présentons ici un travail similaire avec un indenteur conique de demi-angle 30° et de rayon de pointe 600 nm sur un matériau dont la composante élastique est plus grande : un polycarbonate ($K=99\text{ MPa}\cdot\text{s}^{-m}$, $m=0,046$, $h_g=0,8$, $E=2,4\text{ GPa}$, $\nu=0,3$, frottement nul). Nous nous proposons de définir la largeur, la hauteur et la longueur optimales, pour une pénétration de l’indenteur donnée, afin de réduire les effets de bord. Les forces normales et tangentielles appliquées sur l’indenteur (figure 4.3) ainsi que le profil de rayure dans le plan $x=0$ doivent devenir constants après une certaine course, de valeur indépendante de la dimension du domaine. La pénétration de l’indenteur est de 500 nm , la largeur de rayure est de 720 nm environ.

Pour une largeur de domaine fixée $x=7\text{ }\mu\text{m}$ ($y=20\text{ }\mu\text{m}$, $z=5\text{ }\mu\text{m}$), nous avons comparé deux simulations. Dans la première, nous avons supposé que le plan $x=7\text{ }\mu\text{m}$ est un plan de symétrie, pour bloquer les noeuds dans la largeur (figure 4.3). Pour la deuxième simulation nous avons supposé que ce plan est un bord libre. Les forces normales et tangentielles dans les deux cas sont très proches, l’écart est au maximum de 1% ($F_t/2=103\text{ }\mu\text{N}$ et $W/2=215\text{ }\mu\text{N}$). Les profils sont également parfaitement superposés. Pour ce matériau, une largeur de domaine dix fois supérieure à la largeur de rayure est donc suffisante pour limiter les effets de bords.

Pour observer l’influence de la longueur du domaine, nous avons lancé une simulation avec une longueur de rayage aussi grande que la longueur du domaine selon l’axe y . On observe l’évolution des forces et du profil de rayage pour différentes positions de l’indenteur ($y=6\text{ }\mu\text{m}$, $y=8\text{ }\mu\text{m}$, $y=8,5\text{ }\mu\text{m}$, $y=9\text{ }\mu\text{m}$ et $y=9,5\text{ }\mu\text{m}$, figure 4.4). Le domaine est limité par les plans $x=15\text{ }\mu\text{m}$, $y=10\text{ }\mu\text{m}$, $z=10\text{ }\mu\text{m}$. Les forces augmentent progressivement et atteignent ensuite un régime stationnaire à partir d’une longueur de rayage égale à $3\text{ }\mu\text{m}$ (figure 4.4(a)). Lorsque l’indenteur est à $1\text{ }\mu\text{m}$ du

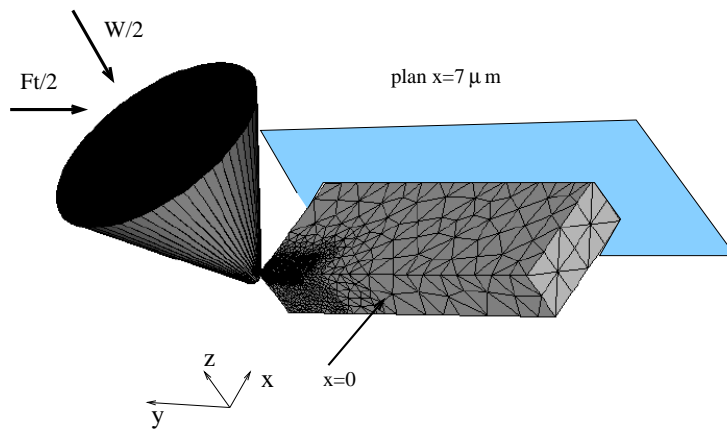


FIG. 4.3 – Ajout d'un plan de symétrie $x=7 \mu\text{m}$, pour étudier l'influence de la largeur du domaine.

plan de symétrie ($y=10 \mu\text{m}$), la force tangentielle commence à chuter. On remarque en effet que la hauteur du bourrelet frontal est plus faible à partir de cette longueur. Pour des longueurs de rayage inférieures à $8,5 \mu\text{m}$, le profil du bourrelet frontal n'est pas modifié. Par contre, la hauteur de la surface libre dépend de cette distance par rapport au plan de symétrie : pour $y=8,5 \mu\text{m}$, la surface libre est 4 % plus faible que pour $y=6 \mu\text{m}$. Cet écart est deux fois plus faible pour $y=8 \mu\text{m}$. Une distance de $2 \mu\text{m}$ par rapport à l'extrémité du domaine est donc suffisante pour limiter cet effet de bord. Pour obtenir un régime permanent des forces sans effet de bord, une longueur de rayage de $5 \mu\text{m}$ est donc une valeur minimale, soit environ dix fois la pénétration. Lors des simulations avec frottement, nous observerons dans les sections suivantes que le régime permanent (forces constantes) est atteint pour des longueurs de rayage plus grandes.

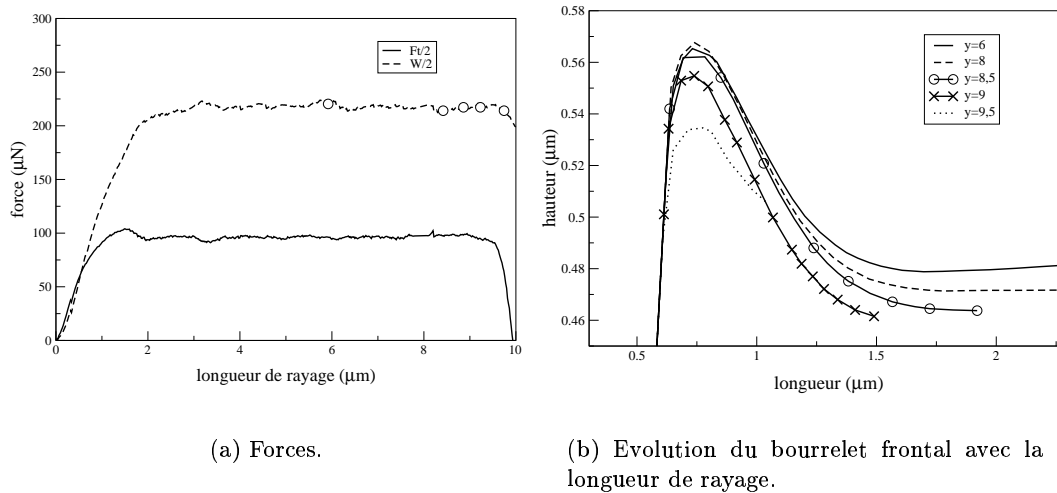
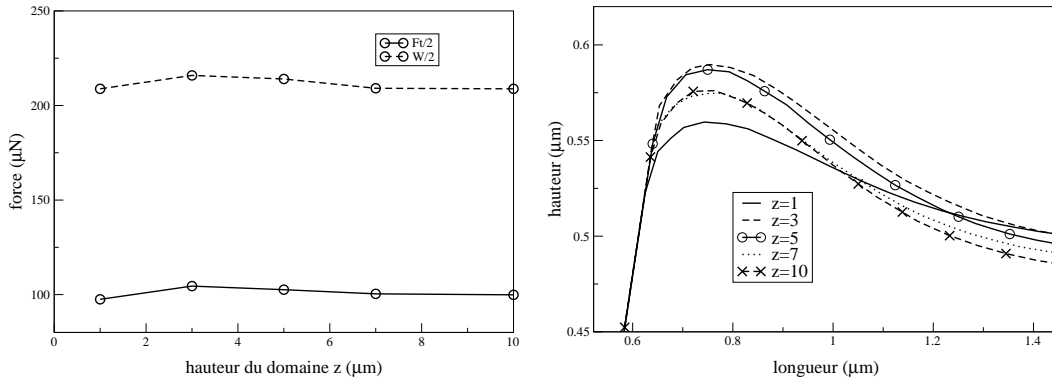


FIG. 4.4 – Evolution des forces et du profil de rayage pour l'étude de l'influence de la longueur du domaine.

Pour déterminer la hauteur de domaine optimale, nous avons effectué plusieurs simulations numériques en changeant la hauteur du domaine : $1 \mu\text{m}$, $3 \mu\text{m}$, $5 \mu\text{m}$, $7 \mu\text{m}$, $10 \mu\text{m}$ (dimensions selon x et y : $7 \mu\text{m}$ et $20 \mu\text{m}$). Les forces sont les plus faibles pour la hauteur de domaine égale à $1 \mu\text{m}$, le maximum est pour une hauteur de $3 \mu\text{m}$, ensuite les forces décroissent sensiblement. L'écart maximum relevé est de 5 %. L'influence de la base sur le profil est très nette pour une hau-

teur de domaine égale à $1 \mu\text{m}$, pour les hauteurs supérieures les profils sont similaires. Les profils se décalent vers le bas lorsque la hauteur du domaine augmente, l'écart maximal reste néanmoins faible et de l'ordre de 4 %. Une hauteur de domaine égale à $3 \mu\text{m}$, soit environ 6 fois la pénétration, est la hauteur minimale que l'on puisse choisir pour avoir des effets de bord inférieurs à 4 %.



(a) Evolution des forces en fonction de la hauteur du domaine.

(b) Evolution du bourrelet frontal avec la hauteur du domaine.

FIG. 4.5 – Evolution des forces et du profil de rayage pour l'étude de l'influence de la hauteur du domaine.

Dans le tableau 4.2, nous avons précisé les dimensions minimales du domaine que l'on obtient pour ne pas avoir d'effets de bord. Ces dimensions ont été obtenues dans des conditions particulières : pas de frottement, rayage sur polycarbonate, pénétration de l'indenteur $\theta=30^\circ$, $\rho=600 \text{ nm}$ de $0,5 \mu\text{m}$, pour avoir des écarts sur les forces ou sur le profil du bourrelet frontal inférieurs à 5 %. Nous recommandons, dans le cas de simulation sur des matériaux dont la composante élastique est plus grande, et avec du frottement, d'augmenter ces valeurs. Pour déterminer les dimensions minimales du domaine lors d'une simulation, on utilisera le tableau 4.2 où l'on précise les rapports entre :

- la largeur du domaine et la demi-largeur de rayure, a_c ;
- la longueur du domaine et la demi-largeur de rayure, a_c ;
- la hauteur du domaine et la pénétration de l'indenteur.

	largeur (μm)	longueur (μm)	hauteur (μm)
dimensions minimales	7 ($\sim 10 * a_c$)	5 ($\sim 7 * a_c$)	3 ($\sim 6 * h$)
dimensions choisies	10	20	10

TAB. 4.2 – Dimensions minimales du domaine nécessaires pour des simulations de rayage sur un polycarbonate, avec une pénétration de l'indenteur $\theta=30^\circ$, $\rho=600 \text{ nm}$ de $0,5 \mu\text{m}$.

Le fait d'augmenter la taille du domaine ne modifie pas considérablement le temps de calcul ou le nombre de noeuds. Ces deux paramètres dépendent essentiellement de la finesse de la discrétisation que l'on impose autour de l'indenteur. Celle-ci reste identique lorsque l'on augmente, par exemple, la hauteur du domaine. On ajoute uniquement, loin de l'indenteur, des éléments supplémentaires qui ont une taille très grande. Leur nombre reste très faible par rapport au

nombre des éléments présents dans les boîtes de remaillage. La taille des mailles au contact proche de l'indenteur est par contre d'une plus grande importance. Il est important de trouver un bon compromis entre le temps de calcul et les nombre d'éléments d'une part, et de l'autre la précision des résultats que l'on recherche. C'est ce que nous avons étudié dans la section suivante.

Choix d'une taille de maille

Le logiciel Forge3[®] offre la possibilité de mailler finement certaines zones. Ces zones, appelées des boîtes, sont dans notre cas parallélépipédiques et se déplacent avec l'indenteur lors des remaillages successifs (figure 4.6). Nous avons maillé de façon fine le volume proche de l'indenteur où les déformations sont les plus grandes. Afin d'augmenter progressivement la taille des mailles lorsque l'on s'éloigne de l'indenteur, nous avons empilé ces boîtes, comme on emboîte des poupées russes, en doublant à chaque fois la taille des mailles dans chaque boîte (figure 4.6). Afin de limiter le nombre de noeuds et de tétratèdres, le sillon résiduel laissé par l'indenteur est maillé plus grossièrement que la zone en contact avec l'indenteur. Dans la section 4.2, nous verrons que cela a peu d'influence sur la géométrie du sillon résiduel, par contre lors du passage d'une taille fine à une taille plus grosse, on perd des informations sur les valeurs stockées par élément ou à chaque noeud. Ce qui explique, par exemple, que les déformations plastiques équivalentes soient plus faibles dans le sillon résiduel que sous l'indenteur (figure 4.17, section 4.2). Nous insistons sur le fait que ceci est lié au remaillage et n'a aucune origine mécanique.

Comme nous l'avons étudié dans la section précédente, nous allons analyser l'influence de la taille de maille dans la boîte la plus proche de l'indenteur. Les conditions dans lesquelles sont réalisées les simulations sont les mêmes que dans la section précédente : indenteur $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm, pénétration : $0,5 \mu\text{m}$, matériau équivalent à un polycarbonate sans frottement ($K=99$ MPa.s^{-m}, $m=0,046$, $h_g=0,8$, $E=2,4$ GPa, $\nu=0,3$). La taille du domaine est selon x égale à $7 \mu\text{m}$, selon y égale à $20 \mu\text{m}$ et selon z égale à $3 \mu\text{m}$. Nous avons lancé neuf simulations numériques avec les tailles de maille indiquées dans le tableau 4.3. Lorsque l'on augmente la taille de maille de $0,04 \mu\text{m}$ à $0,14 \mu\text{m}$, le temps de calcul est divisé par six, le nombre de noeuds et de tétraèdres est divisé par trois.

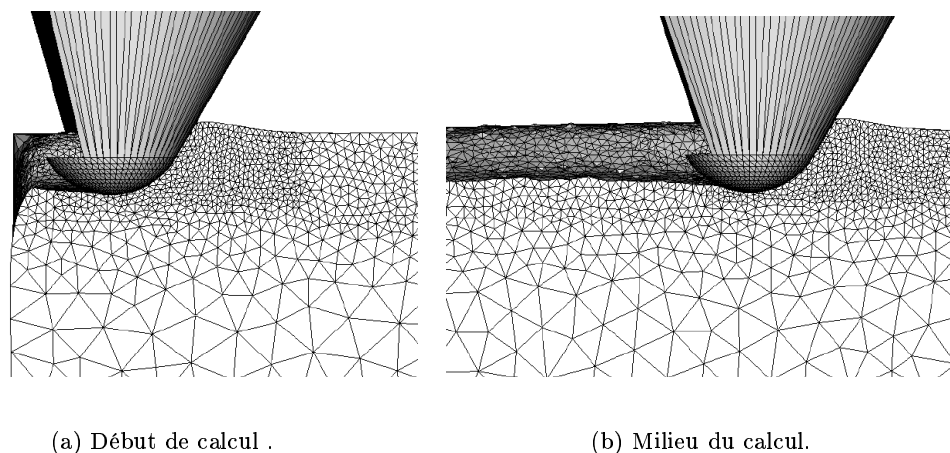


FIG. 4.6 – Boîte de remaillage, la plus petite taille de maille est de $0,06 \mu\text{m}$.

La taille de maille a une influence relativement faible sur les valeurs des forces tangentielles et normales (figure 4.7). Les écarts sont au maximum de 9 % pour la force tangentielle et de 5

taille de maille (μm)	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09	0,10	0,12	0,14
temps de calcul (heures)	35	25	19	16	13,6	12,6	11	7,7	5,8
noeuds maximum	11 000	10 000	8 500	7 300	6 700	6 200	5 500	4 600	4 000
tétraèdres maximum	44 700	37 000	30 000	28 400	23 700	23 400	20 800	16 200	13 000
aire de contact projetée	0,5	0,49	0,475	0,464	0,448	0,436	0,417	0,390	0,402
dureté (MPa)	432	442	458	475	495	515	546	579	568

TAB. 4.3 – Caractéristiques des simulations pour différentes tailles de maille.

% pour la force normale. Globalement, le profil de rayage est moins bien décrit avec une taille de $0,14 \mu\text{m}$: si la taille du bourrelet frontal n'est que 2 % plus faible avec une discrétisation grossière (figure 4.8(b)), par contre, la géométrie du profil de rayage en arrière de l'indenteur est fortement modifiée par une augmentation de la taille de maille au contact (figure 4.8(a)). La forte composante élastique du polycarbonate induit un contact partiel du matériau sur l'arrière de l'indenteur. Ce contact arrière devient presque inexistant pour une taille de maille de $0,14 \mu\text{m}$, l'aire de contact projetée chute ainsi de 20 % et la dureté rayure augmente de 30 % (tableau 4.3). Un écart de 10 % sur la dureté est obtenu pour une taille de maille de $0,07 \mu\text{m}$. Pour une taille égale à $0,04 \mu\text{m}$, la dureté ne semble pas encore stabilisée et deviendrait encore plus faible pour des tailles de maille plus faibles. Les temps de calcul deviendraient alors très grands, d'autant plus que les simulations avec frottement augmentent fortement les temps de calcul. Nous venons de montrer que la discrétisation au contact de l'indenteur est de toute première importance. Par contre, il ne semble pas nécessaire d'étudier plus encore cette influence pour des tailles de maille encore plus faibles.

Le critère qui nous semble le plus approprié pour choisir la taille de maille de la plus petite boîte est le nombre de noeuds en contact sur la partie avant de l'indenteur dans le plan $x=0$. Dans le cas particulier que nous avons traité, il y a environ 6 et 22 noeuds en contact pour des tailles de maille respectives de $0,14 \mu\text{m}$ et $0,04 \mu\text{m}$. Pour une résolution très précise, on choisit d'avoir 20 noeuds en contact. Connaissant la forme de l'indenteur ainsi que la pénétration, on peut donc en déduire la taille de maille de la plus petite boîte. Cette taille de maille conditionne le nombre de noeuds total du domaine. Cette taille doit être modifiée en fonction du nombre de noeuds du domaine au début du calcul. A titre d'exemple, pour 11 000 noeuds (taille de $0,04 \mu\text{m}$, en fin de calcul), le remaillage nécessite 16 minutes de calcul ; avec 46 remaillages pour une simulation complète, cela fait environ 1/3 du temps de calcul total. Le nombre de noeuds du maillage initial pour ce calcul est de 3 500 noeuds. Il est donc prudent de se fixer une limite pour le nombre de noeuds du domaine initial, ce qui a une répercussion sur la taille de maille de la plus petite boîte.

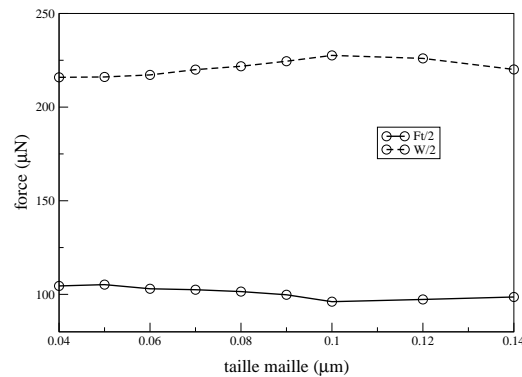
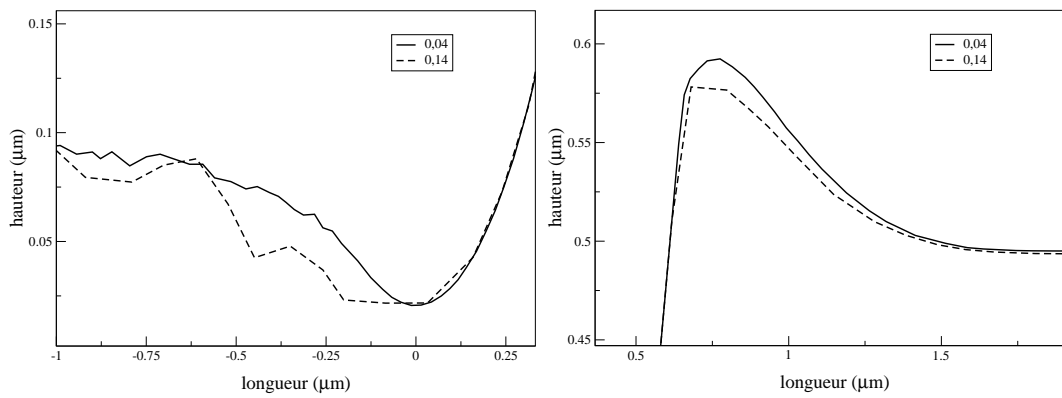


FIG. 4.7 – Influence de la taille de maille sur les forces.



(a) Partie inférieure du profil. Mise en évidence du retour élastique

(b) Bourrelet frontal

FIG. 4.8 – Comparaison des profils de rayure pour deux tailles de mailles différentes.

4.2 Rayure de matériaux élastiques parfaitement plastiques

Wear, 249 (5-6), pp 422-432, 2001

Soumis en novembre 2000, accepté en février 2001.

Mechanical analysis of the scratch test on elastic and perfectly plastic materials with the three-dimensional finite element modeling

J.L. Bucaille^a, E. Felder^{a,*}, G. Hochstetter^b

^a Centre de Mise en Forme des Matériaux, Ecole des Mines de Paris, 06904 Sophia Antipolis, France

^b Essilor International, 94106 Saint Maur des Fossés, France

* Corresponding author, felder@cemef.cma.fr, 00 334 93 95 74 28

Abstract

Scratch test provides a convenient mean to study mechanical properties of thin coatings. The mechanical analysis of this test is very intricate, especially for polymers, for which a large elastic part accompagnies the plastic deformation. Most existing models describe the ploughing of a rigid-plastic body by a rigid indenter. This paper describes a numerical study of the behavior of elastic-plastic materials during a scratch test. Simulations have been performed with a three dimensional finite element code, the indenter is a cone of semi angle 70.3 degree and the contact is frictionless. The scratched material is elastic-perfectly plastic, with a constant flow stress σ_0 . For small Young's modulus, a sinking-in under load and an elastic recovery at the rear face of the indenter have been observed. In order to take into account this elastic recovery, we have suggested a new model of the apparent coefficient of friction. For high Young's modulus, the deformation is mainly plastic, the behavior was close to the behavior of a metal, frontal and lateral pile-up pads have been observed. The scratch hardness and the shape ratio have been compared with results obtained in normal indentation under the same conditions : geometry under load is similar, but the deformation level is higher for scratch than for indentation. We have found a good agreement

for the shape ratio between our numerical results and scratch experiments performed by other authors with a Berkovich pyramid on elastic-plastic materials.

Keywords : scratch, indentation, hardness, elastic-plastic deformation

Symbols

ε_r	:	representative value of strain
ε_{eq}	:	equivalent plastic strain
ε_{eq}^c	:	critical value of the equivalent plastic strain
ε_v	:	volume average deformation
F_t	:	tangential force
W	:	ploughing force
μ_0	:	apparent coefficient of friction, $\mu_0 = \frac{F_t}{W}$
E	:	Young's modulus
σ_0	:	yield stress
X	:	rheological factor
H_s	:	scratch hardness
H_v	:	Vickers hardness
p	:	local contact pressure
q	:	parameter in the calculation of the scratch hardness
θ	:	semi apical angle of the conical indenter
α	:	angular parameter of the rear contact area
a_l	:	lateral contact radius
a_f	:	frontal contact radius
h	:	penetration depth
h_c	:	contact depth
h_a	:	depth defined with $h_a = a_l \cot \theta$

4.2.1 Introduction

Scratch test is mainly used to study mechanical properties of materials near their surface. Understanding of this test is of great interest to both academic and industrial communities. The scratch hardness and surface deformation mechanisms of materials depend in particular on the rheology of the material, the friction at the interface and the indenter geometry. Optical observations of the residual groove and the measure of the apparent coefficient of friction, $\mu_0 = \frac{F_t}{W}$, the ratio of ploughing force, F_t , to normal force, W , are important to understand what it occurs during a scratch test (figure 4.9). Authors have first studied mechanical behavior of metals during a scratch test (Brookes *et al.* [18] and Childs [27]). Goddard and Wilman [37] have suggested analytical models for the ploughing, adhesion and apparent coefficients of friction of several indenters ploughing along a surface of metal. Three dimensional models of the ploughing of a rigid-plastic material by a hard pyramid have been proposed (Gilormini and Felder [36], Torrance [73] and de Vathaire *et al.* [30]). All these studies concern scratch on metals. Polymers coating are more and more often used to increase scratch resistance in many applications : paintings for automobile industry or optical devices. So, surface deformation mechanisms on polymers have been investigated for about ten years (Ni and Le Faou [57] and Briscoe *et al.* [13] [16]). Because of the large elastic recovery of this kind of materials, analysis of this test is far more difficult than for metals. To compute scratch hardness, Briscoe *et al.* [16] have considered that for all scratch conditions (scratch speed, angle of the indenter) the elastic recovery is complete at the rear face of the indenter (figure 4.9). Gauthier and Schirrer [35] have built a new apparatus to evaluate the real contact area under load. Jardret *et al.* [44] have suggested a model of the

apparent coefficient of friction in order to compute a mean contact pressure for a wide range of elastoplastic materials.

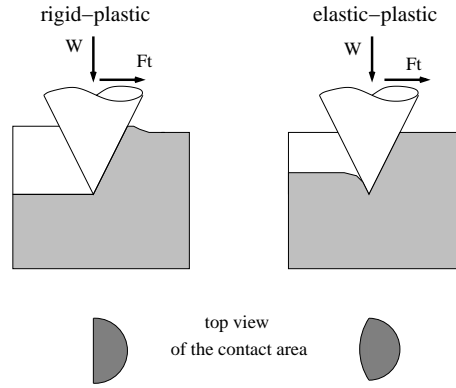


FIG. 4.9 – Contact area for rigid and elastic-plastic materials.

In this paper, the influence of the rheology during the scratch test was studied, the material was modeled with an elastic perfectly plastic rheology. This test was modeled with a three dimensional finite element code : Forge3[®]. Its automatic remeshing procedure allows to simulate such a test with high deformations. The contact between the indenter and the material is frictionless, and the indenter is a cone of semi apical angle 70.3 degree. This indenter is the equivalent cone of equal volume for a given penetration depth of the Berkovich and Vickers pyramids. Scratch tests on elastoplastic materials have been performed by Jardret *et al.* [44] by using the Berkovich indenter. Ramond-Ang  l  lis [61] has used the equivalent cone to model indentation on elastoplastic material with a two dimensional finite element code. Results of the present work have been compared with those obtained by these authors. We have suggested a new model of the apparent coefficient of friction which take into account the elastic recovery at the rear face of the indenter for materials which have a small Young’s modulus. This model has been used to compute a hardness value with the real contact area.

4.2.2 The finite element model

Rheology

The rheology of the material is modeled with two parameters : the Young’s modulus E , and the yield stress σ_0 , there is no strain hardening. This model is close to the rheology of elastoplastic materials. There is no strain rate dependance, the indenter speed has no influence on the results. The plastic part of the deformation is based on the von Mises yield criterion and flow rule. The contact between the indenter and the mesh is frictionless. The yield stress is fixed equal to 1 GPa, the Poisson’s ratio is equal to 0.3 and the Young’s modulus is taken between 2.793 GPa to 2793 GPa (table 4.4).

TAB. 4.4 – Young’s modulus and rheological factors used in the numerical simulations of scratch.

X	1	5	10	20	30	60	80	100	200	1000
E (GPa)	2.793	13.96	27.93	55.86	83.80	167.6	223.4	279.3	558.6	2793

The behavior in indentation depends on the rheological factor (Johnson [45]) :

$$X = \frac{E}{\sigma_0} \cot \theta \quad (4.1)$$

where θ is the semi apical angle of the cone, its value is equal to 70.3 degree. The rheological factor represents schematically the ratio between the deformation imposed by the indenter ($\varepsilon \sim \cot \theta$) and the part of the elastic deformation ($\varepsilon_e = \frac{\sigma_0}{E}$). For some values of the rheological factor close to 10, the behavior of the material during indentation or scratch is mainly elastic : the elastic recovery is in this case important, it can be compared to the behavior observed during indentation or scratch on polymers. For rheological factors higher than 100, the deformation is mainly plastic, it is closed to the behavior of a metal.

These parameters are the same as those chosen by Ramond-Ang el elis [61] to model the indentation of elastic perfectly-plastic materials with a two dimensional finite element code.

Mesh and kinematic

The finite element mesh for the simulations of scratch is shown in figure 4.10. The domain is a right angled parallelepiped. The figure 4.10 shows the half of the mesh corresponding to the region $x \geq 0$, the plane $x=0$ is a symmetry plane. The displacement of the mesh in the other directions is stopped by two planes $y=0$ and $z=0$ which are also considered as symmetry planes. The indenter moves along the y axis, its penetration depth is constant during the simulation and is equal to 3 mm. The size of the domain must be large enough so that boundary effects do not influence the results. Classically, the distance of the indentation from the edge of the specimen should not be less than 3 to 4 times the diameter of the indentation (in our case the scratch width is about 16 mm). The thickness of the specimen should be at least 8 or 10 times the depth of the indentation (Tabor [70]). During preliminary simulations, the size of the domain was varied (table 4.5, $X=60$). For three different sizes, normal and tangential forces and the scratch width varied less than 6 per cent. So, in order to limit the CPU time we have decided to choose the smaller size of the domain : 35 mm along the x axis, 220 mm along the y axis and 25 mm along the z axis. This analysis shows that a distance of the indentation from the edge of the specimen equal to 1.5 times the diameter of the indentation is large enough to induce small boundary effects. As Tabor [70] has suggested, the thickness of the specimen is 8 times the depth of the indentation.

TABLE 4.5 – Sizes of the domain for the preliminary simulations of scratch for $X=60$.

x (mm)	y(mm)	z(mm)
35	220	25
50	200	25
70	250	35

The indenter speed is equal to 10 mm/s. The scratch length is chosen in order that the normal and tangential forces applied on the indenter reach a steady state. The elements of the domain are three dimensional meshes with four nodes tetrahedrons. Far from the indenter, the tetraedrons have a typical length about 5 mm. With the Forge3[®] software parallelepiped boxes are used, in which the mesh is refined. Two mesh boxes were used : the first one is in front of the indenter, the size inside this box is equal to 1 mm, so that ten nodes are at least in contact with the indenter. This box allows to describe the deformation and the contact geometry with sufficient accuracy. A second mesh box describes the residual scratch, the mesh size inside this box is equal to 3 mm. These boxes move with the indenter. We have not studied the influence of the size of the elements inside these boxes on the forces and on the scratch width. The simulations require 4 000 nodes and 13 000 elements. To simulate one scratch, it requires

between 24 and 54 hours of CPU time.

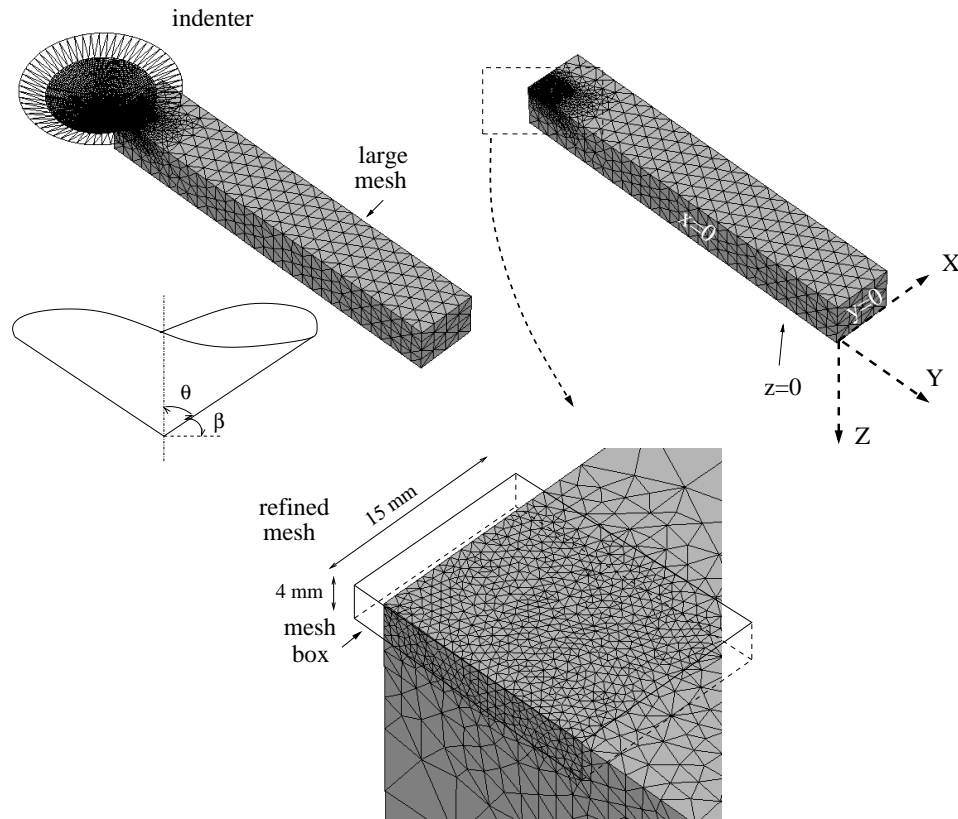


FIG. 4.10 – Three dimensional view of the indenter and the mesh for the simulations of scratch.

For each time increment, normal and tangential forces are computed. At the end of the simulation, the residual morphology is also measured. A post processing procedure gives the mean of several geometrical parameters such as the scratch width and the pile-up height. The definition of these geometrical parameters will be provided later.

4.2.3 Results and discussion

The apparent coefficient of friction

For a conical indenter and for a frictionless contact, the apparent coefficient of friction, $\mu_0 = \frac{F_t}{W}$, is given by Goddard and Wilman [37] :

$$\mu_0 = \frac{2}{\pi} \cot \theta \quad (4.2)$$

where θ is the semi angle of the indenter. This model assumes that :

- the contact pressure is constant at the interface;
- the contact radius is constant at the front and on the side of the indenter;
- there is no elastic recovery at the rear face of the indenter.

The apparent coefficient of friction in the numerical simulation increases as the rheological factor increases and reaches the theoretical value given by the equation 4.2 (figure 4.11). For the high values of the rheological factor ($X \geq 80$), the analytical model is valid. On the other

hand, for the small values of X , the apparent coefficient of friction is lower than the theoretical value ($\mu_0 = 0.228$). For small X , the mesh is in contact with the indenter at the rear face of the indenter, due to a large elastic recovery especially at the rear and on the side of the indenter (figure 4.12). In scratch on polymers, the rheological factor is smaller than 80, so it seems obvious that the equation 4.2 cannot model the apparent coefficient of friction. Evans [31] has also shown the large influence of the elastic recovery at the rear face of the indenter for scratch on polymers.

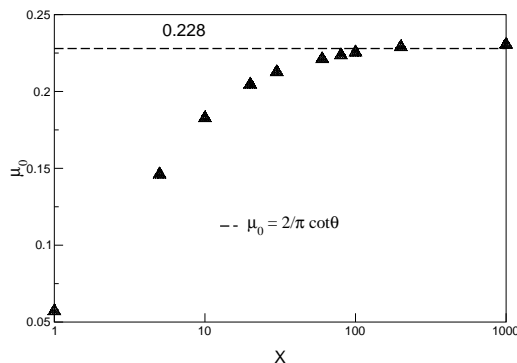


FIG. 4.11 – Variation of the apparent coefficient of friction as a function of the rheological factor (simulation).

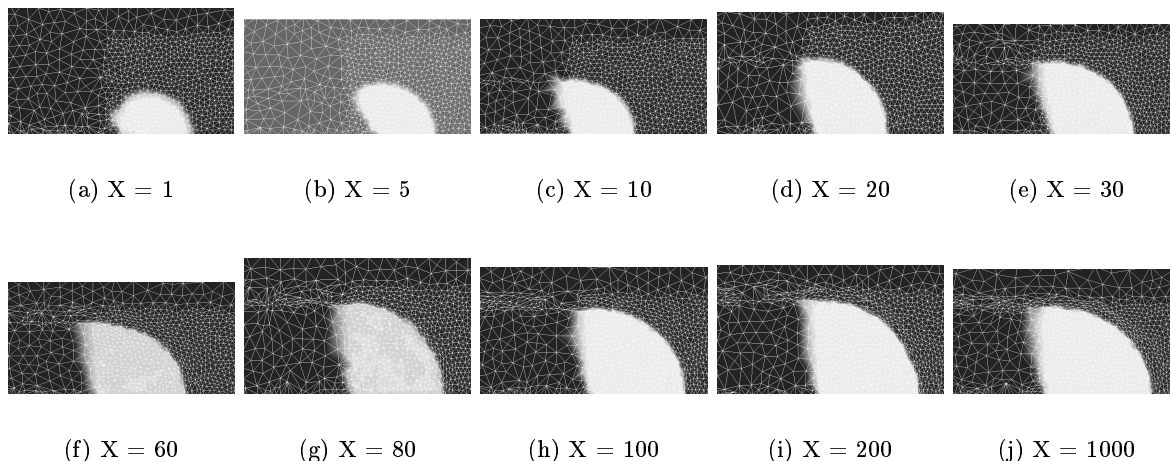


FIG. 4.12 – Top view of the contact area between the indenter and the mesh (simulation). All the figures have the same scale.

The elastic recovery appears mostly on the side of the indenter (figure 4.12). We have to improve the model of the apparent coefficient of friction considering such an elastic recovery. First, consider the contact in front of the indenter. The frontal and lateral contact radius both increase as the rheological factor increases (figures 4.13 and 4.14). The contact radius in the front face of the indenter, a_f , is quite close to the lateral contact radius, a_l . For small rheological factors, the frontal contact radius is a little higher than the lateral contact radius. It is the opposite for the large values of X . So, it seems valid to consider that the apparent contact area in the front face of the indenter is given by the following equation : $\frac{\pi}{2}a^2$, with $a \simeq a_f \simeq a_l$.

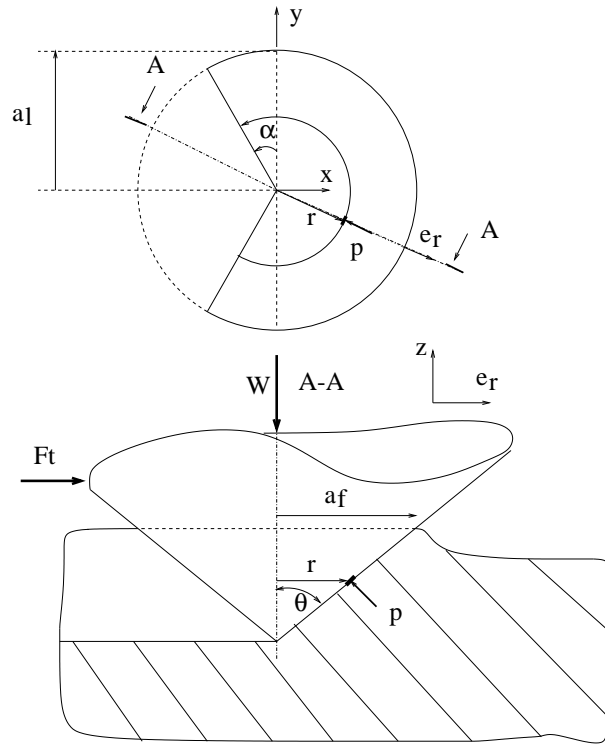


FIG. 4.13 – Schematic representation of the elastic recovery at the rear face of the indenter.

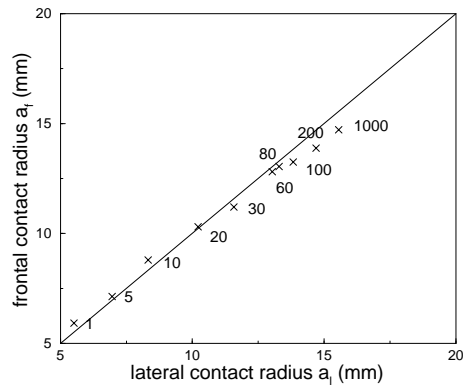


FIG. 4.14 – Comparison between the frontal and the lateral contact radius for several values of the rheological factor X (simulation).

In order to model the rear contact area, we introduce an angular parameter α (figure 4.13). If the contact pressure is assumed to be constant, the normal and tangential forces are :

$$W = p a^2 \left(\alpha + \frac{\pi}{2} \right) \quad (4.3)$$

$$F_t = p a^2 \cot \theta \sin \left(\alpha + \frac{\pi}{2} \right) \quad (4.4)$$

The apparent coefficient of friction is consequently :

$$\mu_0 = \frac{F_t}{W} = \cot \theta \frac{\sin(\alpha + \frac{\pi}{2})}{\alpha + \frac{\pi}{2}} \quad (4.5)$$

For a full elastic recovery ($\alpha = \frac{\pi}{2}$), μ_0 is equal to zero, and as the angle α decreases, the apparent coefficient of friction tends to $\frac{2}{\pi} \cot \theta$. The values of α for $X \leq 30$ are obtained with the results of the numerical simulations (table 4.6).

TAB. 4.6 – α angle obtained with the results of the numerical simulations.

X	1	5	10	20	30	60 → 1000
$\alpha(^{\circ})$	78	33	17	13	12	$\simeq 0$

The apparent coefficient of friction computed with the equation 4.5 is in good agreement with the apparent coefficient of friction obtained with the numerical simulation, except for $X=1$, where the contact area is not clearly defined (figure 4.15). For this indenter and this kind of rheology, this model gives a good estimation of the apparent coefficient of friction.

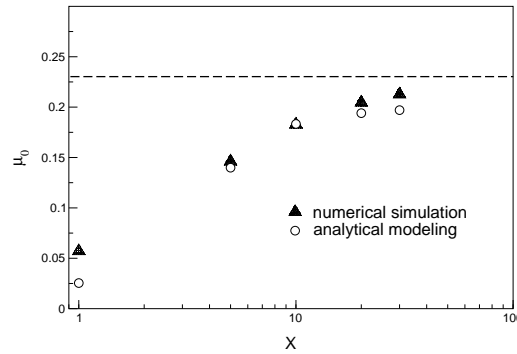


FIG. 4.15 – Comparison between the apparent coefficient of friction computed with equation 4.5 and the one obtained with the numerical simulations.

We have performed a few simulations of scratch with a coefficient of friction. Such simulations are difficult, due to numerical problems : elements at the contact of the indenter are too much degenerated. This is the reason why we do not discuss more precisely about it. It has shown that friction increases the frontal and lateral contact radius. The apparent coefficient of friction increases as friction increases. We have also observed that near the contact of the indenter, plastic deformations increase. Simulations have not been performed with thermomechanical parameters, but as friction increases, heating in the material is then much higher.

Deformation and material flow

For conical indenters, the representative strain defined by Tabor [69] is proportional to $\cot \theta$, where θ is the semi apical angle of the indenter. In indentation on ductile metals, Johnson [45] has suggested a value of the representative strain :

$$\varepsilon_r = 0.2 \cot \theta \quad (4.6)$$

This relationship gives an average of the strain imposed by the indenter in indentation. Briscoe *et al.* [16] have considered that this formula was also valid for scratch, but the

proportionality constant may be different for elastoplastic materials such as polymers. In order to study deformations for different values of X , a deformation level in simulation is defined. For each element of the mesh, the equivalent plastic strain is defined as :

$$\varepsilon_{eq} = \int_0^t \left[\frac{2}{3} \dot{\varepsilon} : \dot{\varepsilon} \right]^{1/2} dt, \quad (4.7)$$

where $\dot{\varepsilon}$ is the plastic strain rate tensor.

As the scratch length increases, the volume plastically deformed has to increase. Figures 4.16(a) and 4.16(b) show that this volume remains almost constant as the scratch length increases. In fact, only elements near the indenter have a significant value of equivalent plastic strain. In the groove, behind the indenter, values of the equivalent plastic strain fall to zero after several time increments (figure 4.17). The software often remeshes the domain. At each remeshing procedure, the value of the equivalent plastic strain of each element is transported to a new element, this transport implies some lost in the value of the equivalent plastic strain. So, for simulation of scratch, for which there is about 1 remeshing procedure for eight time increments (600 times increments for a complete simulation), equivalent plastic strain falls quickly from 1.8 to 0.2 (figure 4.17). Furthermore, in order to reduce the CPU time, elements in the groove of the scratch are larger than those in contact with the indenter. We can notice that this drop in the value of the equivalent plastic strain has no consequences on the geometry of the groove. This problem is only due to the remeshing procedure of the software, it has no physical meaning.

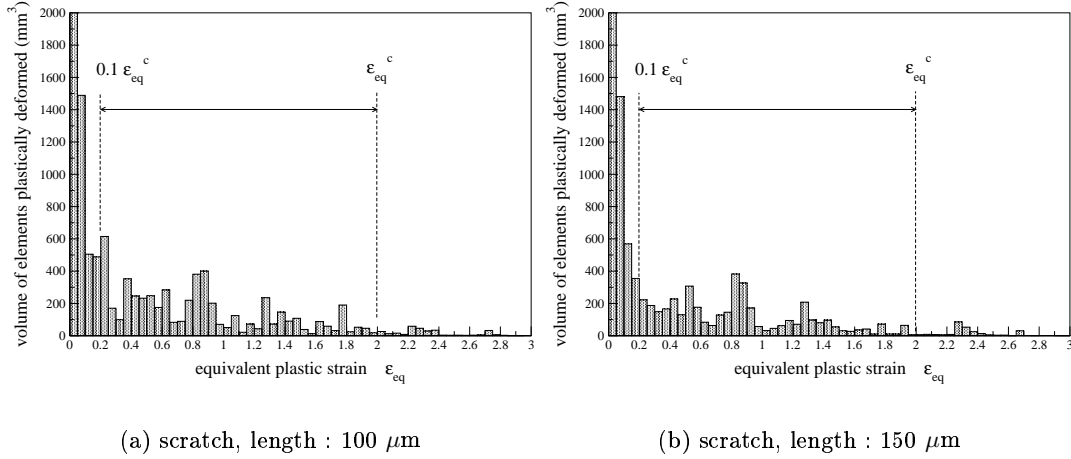


FIG. 4.16 – Volume of elements plastically deformed as a function of the equivalent plastic strain, $X=100$ (simulation).

We have defined a deformation which is independant of the scratch length. A mean value of the deformation level is computed, this value is called the volume average deformation, ε_v :

$$\varepsilon_v = \frac{\sum_{elt} \varepsilon_{eq}^{elt} \cdot V^{elt}}{\sum_{elt} V^{elt}} \quad 0.1 \varepsilon_{eq}^c \leq \varepsilon_{eq}^{elt} \leq \varepsilon_{eq}^c, \quad (4.8)$$

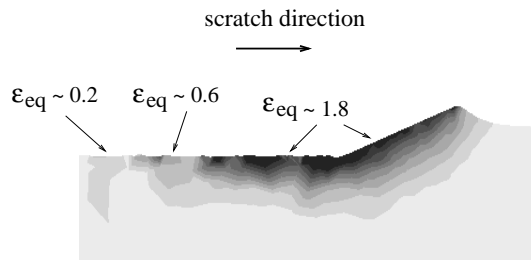


FIG. 4.17 – Equivalent plastic strain in the plane $x=0$, $X=100$. For more legibility, the indenter has been removed (simulation).

where 'elt' are the elements of the mesh for which the equivalent plastic strain is lower than the critical value of the equivalent plastic strain, ε_{eq}^c , and is ten per cent higher than the critical value of the equivalent plastic strain (table 4.7). V^{elt} and ε_{eq}^{elt} are respectively the volume and the equivalent plastic strain of one element.

We have precised that equivalent plastic strains are lower in the residual groove than at the tip of the cone because of numerical problems. So, small equivalent plastic strains have not to be taken into account in the computation of ε_v . This is the reason why plastic strains lower than $0.1\varepsilon_{eq}^c$ are not considered (equation 4.8). Maximum value of ε_{eq} computed by the software varies as the scratch length increases. For example, for $X=100$, $\varepsilon_{eqmax}=2.8$, 6.2 and 3.5 as scratch length is equal to 50, 100 and 130 mm. These changes are only due to numerical computation. The maximum strain has to be quite constant as the scratch length increases. We have decided not to consider elements for which ε_{eq} is too high. We have not taken into account elements for which ε_{eq} is higher than ε_{eq}^c . Figure 4.16 shows the volume of elements chosen to compute ε_v , for $X=100$. This procedure allows to have a constant ε_v as the scratch length increases. In the other hand, ε_{eq}^c is chosen arbitrarily, and the value of ε_v depends of the value of ε_{eq}^c . This procedure will have to be improved in order not to depend on the choice of ε_{eq}^c .

The volume average deformation, ε_v , was computed with the equation 4.8; for each simulation, the volume average deformation has been computed for six time increments, the mean value and the error bar are plotted in figure 4.18. These points are fitted by a logarithmic regression for $X \leq 200$. For rheological factors higher than 200, the volume average deformation is quite constant. It has been confirmed with a simulation with a rheological factor equal to 500. The choice of the critical value of the equivalent plastic strain determines the level of the volume average deformation. For example at $X=30$, as the critical value of the equivalent plastic strain is increased from 1 to 2.5, the volume average deformation increases to 50 per cent. It means that we must not focus on the value of the volume average deformation, but rather consider its evolution versus the rheological factor X .

The volume average deformation increases as the rheological factor increases, for $X \leq 200$ (figure 4.18) : the deformation level is twice as large for $X=100$ than for $X=10$. It confirms that the deformation level depends on the scratched material. As the elastic part of the deformation becomes small compared to the deformation imposed by the indenter ($X > 200$), ε_v remains constant. For metals ($X > 200$), the deformation depends only on the geometry of the indenter. Values of deformation are larger than the value suggested by Johnson [45] (figure 4.18) in indentation : these values are not obtained in the same manner and can not be compared.

So, deformation in scratch depends on the geometry of the indenter and it also depends on the rheology of the material. In order to take this fact into account, we suggest the following

TAB. 4.7 – Critical value of the equivalent plastic strain. This equivalent plastic strain is used to compute the volume average deformation.

X	1	5	10	20	30	60	80	100	200	500	1000
ε_{eq}^c	0.1	0.5	1	1	1.5	2	2	2	2	2.5	2.5

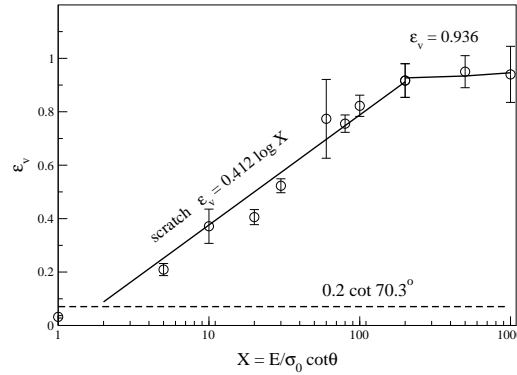


FIG. 4.18 – Volume average deformation computed with equation 4.8 as a function of the rheological factor (simulation).

formulas, obtained with the results plotted in figure 4.18 and for a Berkovich indenter or its equivalent cone :

$$\varepsilon_v = 1.15 \log\left(\frac{E}{\sigma_0} \cot \theta\right) \cdot \cot \theta \quad X \leq 200 \quad (4.9)$$

$$\varepsilon_v = 2.61 \cot \theta \quad X > 200 \quad (4.10)$$

Similar analysis has been made by Bucaille *et al.* [20] in indentation. The volume average deformation also increases as the rheological factor increases and the deformation level is about 1.74 higher in scratch than in indentation.

The behavior of the material depends on the rheological factor (figure 4.19). For $X \geq 20$, a frontal pile-up pad is created, its height increases as X increases. The material piles up in front of the indenter and turns around it. As the material is in contact with the indenter we have observed that the flow of the material both sinks under the indenter and turns over it. This explains why, for these rheological factors, the lateral contact radius is a little smaller than the frontal contact radius (figure 4.14). The vertical component of the shear stress at the interface of the indenter is always directed downwards, even if a pile-up pad is observed. This kind of behavior has already been observed during scratch tests on metals (Brookes *et al.* [18]). This behavior is called the ductile ploughing (Briscoe *et al.* [16]).

For $X \leq 5$, the behavior is completely different : in front of the indenter, the material sinks in, a depression is created. This effect is due to the important elastic behavior of the material for such rheological factors. The elastic recovery is observed along the x and z axis (figure 4.20). In the groove, the elastic recovery is not high enough to resume contact with the indenter, except for $X=1$ (figure 4.19). So, the contact at the rear of the indenter will be mainly on the side of the groove (figure 4.12). For $X=5$ and $X=10$, this behavior is called by Briscoe *et al.* [16] the ductile viscoelastic-plastic ploughing. The residual groove exhibits a lateral pile-up pad, except

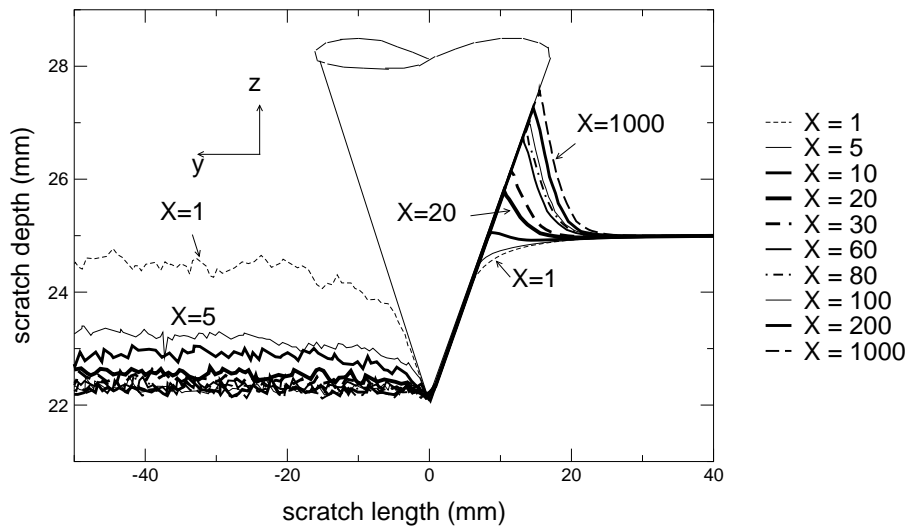


FIG. 4.19 – Side view of the scratch in the plane $x=0$ for X varying from 1 to 1000 (simulation). The scale along the x axis and the z axis are different.

for $X=1$, in this case the behavior is called 'ironing'. As X becomes higher than 20 there is no significant elastic recovery inside the groove.

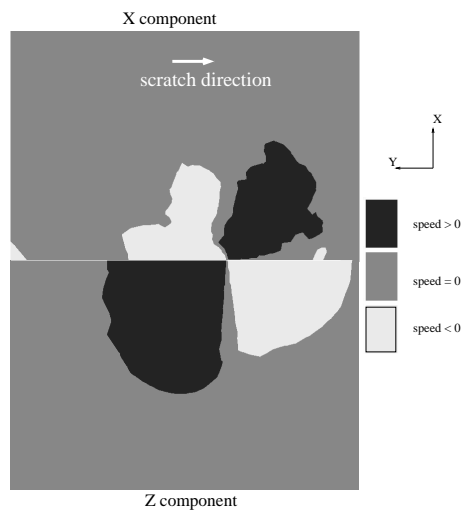


FIG. 4.20 – Top view of the speed components of the nodes at the interface between the indenter and the mesh for $X=5$. Elastic recovery at the rear face of the indenter for a small rheological factor (simulation).

Ramond-Ang el elis [61] observed during simulation of indentation the same behavior : sinking-in appears as X becomes lower than 30 (figure 4.21). After unloading, even for $X=1$, piling-up is always observed. The behavior in indentation is similar to the present observations in scratch. The ductile ploughing behavior begins for X smaller during scratch. It confirms that the deformations in scratch are larger than those imposed in indentation.

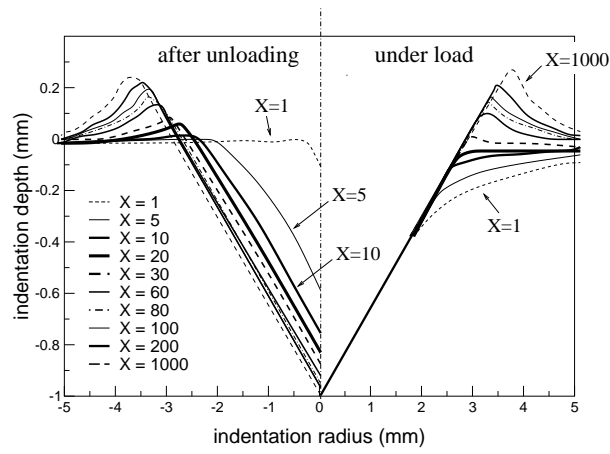


FIG. 4.21 – Side view of the geometry under load and after unloading in normal indentation for X varying from 1 to 1000. Results obtained by Ramond-Ang el elis [61] with a two dimensional finite element code with the same indenter.

Scratch hardness

During experiments, it is often impossible to observe in situ the behavior of the material during a scratch test. Normal and tangential forces are measured during scratch test, it is also possible to measure the residual scratch morphology. Scratch hardness, which is a mean of the contact pressure between the indenter and the material can be deduced from these measures. For metals, scratch hardness is computed with the following formula (Brookes *et al.* [18]) :

$$H_{s1/2} = \frac{2W}{\pi a_l^2}, \quad (4.11)$$

where W is the normal load and a_l is the lateral contact radius of the residual scratch. This definition assumes that the width of the residual scratch is the same as the contact width. The second assumption is that the contact between the indenter and the material is only at the front face of the indenter. These assumptions are good for metals which are very plastic, but materials such as polymers are too elastic to match these hypothesis. Briscoe *et al.* [13] have introduced a coefficient ($1 \leq q \leq 2$) to take into account the important elastic recovery at the rear face of the indenter, especially for polymers :

$$H_s = q \frac{W}{\pi a_l^2}. \quad (4.12)$$

During experiments it is difficult to estimate the area in contact at the rear face of the indenter. According to experiments conducted by Evans [31] with a cone which had its rear half removed, they have chosen $q=1$: the recovery is almost complete. The model of the elastic recovery presented in section 4.2.3 shows that the rear contact area is about 87 per cent of the front contact area for $X=1$, and only 20 per cent for $X=10$.

First, consider the residual scratch width and compute the scratch hardness with the equation 4.11. For $X=1$ and $X=5$, hardness is computed with the value of the contact radius under load because for these rheological factors, there is no significant pile-up formation on the side of the groove. Scratch hardness is also computed with the whole contact area observed in figure 4.12, this value is called $H_{s \text{ whole area}}$. These two scratch hardnesses are compared with

the normal hardness computed by Ramond-Ang el elis [61] for simulation of indentation.

For small rheological factors, scratch hardnesses rapidly increase and reach their maximum values for X closed to 20 and then slowly decrease (figure 4.22). The values of $H_{s1/2}$ are always higher than the values of $H_{s\text{ whole area}}$. For small values of X, the contact area is larger because of the elastic recovery at the rear face of the indenter (figure 4.12). For the other values of X, the contact area is also larger because the frontal contact radius is higher than the lateral radius (figure 4.14). The difference between the values of scratch hardness is about 20 % for X=1, 17 % for X=5 and 8 % for higher values of X. So, for example, it is important to consider the elastic recovery for scratch on polymers.

Normal hardness (Ramond-Ang el elis [61]) also rapidly increases to reach a constant value of 2.6, for $X > 30$. Figure 4.23 shows that the ratio between the scratch hardness and the normal hardness decreases as X increases. For small rheological factors the scratch hardness is higher than the normal hardness, and for high values of X, the ratio becomes lower than 1.

Brookes *et al.* [18] have compared scratch hardness and normal hardness for several metals and for several cone angle between 45° and 85° . The ratio between these two hardnesses increases as the semi apical angle of the indenter increases. As the angle of the indenter increases, the rheological factor decreases, so our results show the same tendency. For the same indenter, scratch hardness is lower than normal hardness ($H_s/H_n \sim 0.9$) for work-hardened copper and work-hardened steel, when this ratio is closed to 1.5 for lead, annealed copper and annealed steel.

Briscoe *et al.* [13] have also compared scratch and normal hardnesses for a PMMA for lubricated and unlubricated contacts. Scratch hardness is computed assuming that a full recovery occurred at the rear interface of the indenter. For the lubricated contacts, the constant of proportionality between scratch hardness and normal hardness values is about 3 for lubricated contacts and about 1 for unlubricated contacts, for all the cone angles adopted in their study. For scratch on a PMMA with a cone angle equal to 70.3° , the rheological factor is close to ten, so the ratio is higher than 1 but not as large as the one computed by Briscoe *et al.* [13]. The behavior of polymers depends in particular on strain and strain rate : increasing of four decades in the scratch speed increases the scratch hardness by 50 per cent (Gauthier and Schirrer [34]). At large strains, work-hardening of polymers can increase the yield stress to 100 per cent. In a compression test, this huge work-hardening is related to a planar orientation of the macromolecules of polymer (Boyce and Arruda [11]). To compare scratch and indentation hardnesses, values of strain and strain rate have to be similar in those two tests. But, definitions of strain and strain rate are not completely established for indentation and scratch. For example, in order to perform a constant strain rate indentation test, the loading rate, \dot{P} , divided by the normal load, P , has to be constant : $\dot{\epsilon} \sim \frac{\dot{P}}{P}$ (Lucas *et al.* [52]). But the proportionality constant between the strain rate and the ratio $\frac{\dot{P}}{P}$ is still not known. According to us, comparisons between scratch and indentation tests on polymers are still difficult. Moreover, the value of scratch width of the residual groove may be lower than the width under load, because of the viscoelastic behavior of polymers, scratch hardness is then overestimated.

Shape ratio

The shape ratio, c^2 , is the ratio between the contact depth and the total depth (figure 4.24) :

$$c^2 = \frac{h_c}{h} \quad (4.13)$$

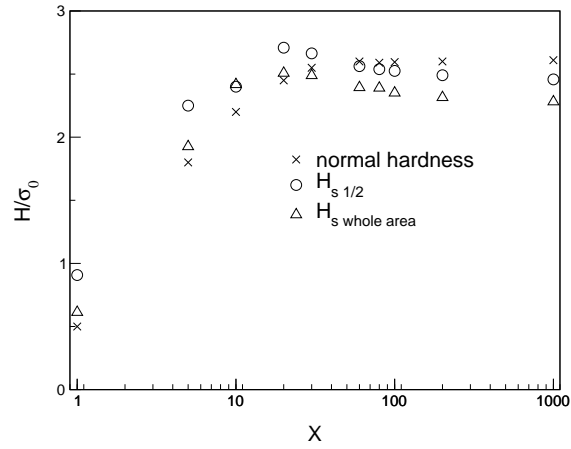


FIG. 4.22 – Scratch and normal hardnesses as a function of the rheological factor. Hardnesses are divided by the yield stress (1 GPa). Scratch hardnesses are computed with the equation 4.11 ($H_{s1/2}$) and with the whole contact area ($H_{s\ whole\ area}$). Normal hardness was computed by Ramond-Angélélis [61] (simulation of indentation).

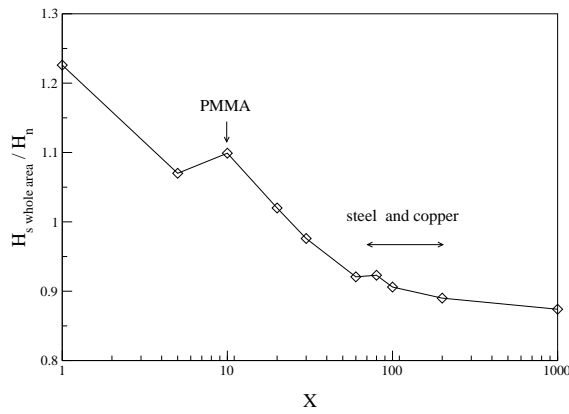


FIG. 4.23 – Ratio between the scratch hardness computed with the whole contact area and the normal hardness computed by Ramond-Angélélis [61] in simulation of indentation.

This ratio is used in indentation, and it depends, in particular, on the material. For example, with annealed metals, the metal is depressed around the indentation (Tabor [69]), so the shape ratio is lower than one. In scratch, we also define this ratio in a perpendicular plane to the scratching direction (figure 4.24). During indentation or scratch tests the measure of the contact depth is difficult, this is the reason why many authors have interested in numerical simulation in order to compute this ratio for several rheological models.

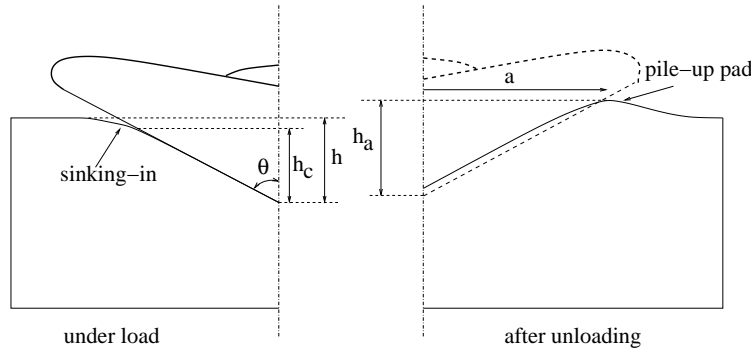


FIG. 4.24 – Schematic profile of a scratch under load and after unloading, for $X=5$. Definition of several geometrical parameters.

Ramond-Ang el elis [61] has plotted this ratio in numerical simulation of indentation on elastic perfectly-plastic materials (figure 4.25). Three regions can be distinguished :

- $1 < X < 5$, a slow increase. Nevertheless, there are few representative points in this region ;
- $5 < X < 100$, the slope is quite high ;
- $100 < X < 1000$, the shape ratio increases slowly. In this region, the elastic part of the deformation is negligible compared to the plastic deformation.

The shape ratio in scratch increases in the same manner than the one computed in indentation by Ramond-Ang el elis [61], but the values are higher in scratch. Deformations during scratch tests are higher than during indentation tests.

Jardret *et al.* [44] have studied scratch resistance of elastoplastic materials such as metals and polymers. They have performed experiments with a Berkovich indenter and have measured scratches morphology. They have defined a depth h_a (figure 4.24), this parameter can be computed easily by measuring the top of the lateral pile-up pad : $h_a = a \cot \theta$. In order to predict the scratch behavior of elastoplastic materials they have given the following relation :

$$\frac{h_a}{h} = 0.41498 \ln \frac{E}{H_v} - 0.14224 \quad (4.14)$$

where h is the contact depth, E is the Young's modulus and H_v is the Vickers hardness. The Vickers hardness as a function of the rheological factor has been computed by Ramond-Ang el elis [61] (figure 5-11 p. 92). Equation 4.14 is then :

$$\frac{h_a}{h} = 0.3084 \ln X + 0.3233 \quad (4.15)$$

Numerical results from the present work have been superimposed to Jardret's results in figure 4.26. These results are in a good agreement for $X \leq 100$. The region for higher rheological factors

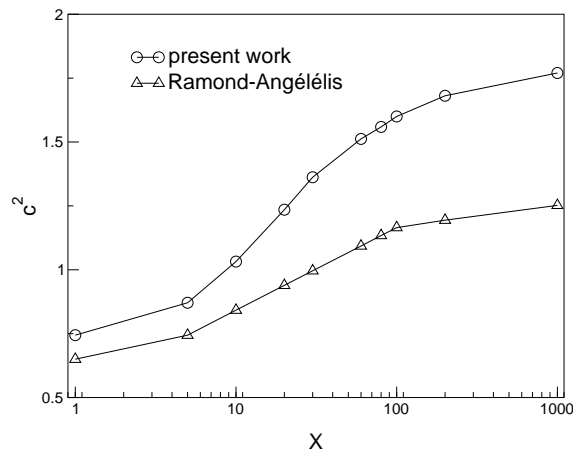


FIG. 4.25 – Shape ratio computed in scratch and in indentation from Ramond-Angélélis [61] (simulation of indentation).

has not been studied by Jardret *et al.* [44]. The experimental results suggest that $\frac{h_a}{h}$ is higher than the value computed in our work. This difference for $X \geq 80$ can be explained by the fact that experiments have been performed with a Berkovich indenter with its edge facing towards the scratch direction and the numerical modeling has been performed with an axisymmetric indenter. In addition, even if friction has little effect for indenters with large angles, experiments (Briscoe *et al.* [13]) show that the shape ratio increases as the friction coefficient at the interface increases. So numerical values would be a little higher than those computed with a frictionless contact. As Jardret *et al.* [44] explain, the equation 4.14 was obtained for a Berkovich indenter, and for a sharper one, the relation would be probably different. Two regions can be distinguished :

$$\frac{h_a}{h} = 0.25339 \ln X + 0.5017 \quad X < 80 \quad (4.16)$$

$$\frac{h_a}{h} = 0.0684 \ln X + 1.2984 \quad X \geq 80 \quad (4.17)$$

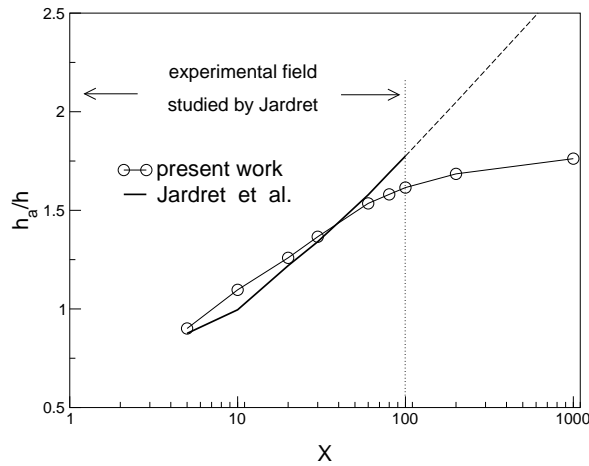


FIG. 4.26 – Evolution of h_a over the penetration depth ratio as a function of the rheological factor. Experimental results obtained by Jardret *et al.* [44] are compared to numerical results from this work.

4.2.4 Conclusions

In this work, we have been able to show the influence of the rheology on the material flow during a scratch test. For high values of the rheological factor, the behavior is mainly plastic. For very elastic materials, the material sinks-in in front of the indenter and there is a large elastic recovery at the rear face of the indenter. We have used these results to suggest a new model of the apparent coefficient of friction. The evolution of the deformation has shown that the deformation level depends on the rheology of the material, and for plastic material like metals the deformation level is far higher than for polymers.

Hardness computed with the whole contact area is always lower than hardness computed with the lateral contact radius, the difference is between 20 % and 7 %. Comparisons with the indentation case have revealed that the behaviors are quite similar, the ratio between the scratch hardness and the normal hardness decreases from 1.2 to 0.9.

The shape ratio is higher in scratch but the general shape of the curve is similar to the one observed by Ramond-Ang  l  lis [61]. It suggests that during a scratch test strains are higher than during an indentation test, for the same indenter. Experimental study with a Berkovich indenter shows a good correlation with our results. We have suggested a relation between the residual scratch morphology and the rheological factor.

Acknowledgements

Essilor INTL Coatings Research and Development is acknowledged for its interest for the results and its financial support for part of this work. We wish to express our thanks to Dr P. Montmitonnet for helpful criticisms of this text.

4.3 Rayure des substrats

Les matériaux que nous allons étudier maintenant sont des matériaux viscoplastiques écrouissables. Le niveau de déformation et la vitesse de déformation sont des paramètres qui vont induire des réponses en rayure différentes. Nous allons comparer le comportement du polycarbonate et du CR39[®], matériaux massifs et homogènes utilisés comme substrats, lors de la rayure par la pyramide Berkovich et par le cône aigu de demi-angle 30° avec un rayon de pointe de 600 nm.

Après une présentation des conditions et du mode de dépouillement des essais expérimentaux et des simulations numériques, nous étudierons sur le polycarbonate l'influence du positionnement de la pyramide Berkovich : rayure face en avant et arête en avant. Pour les conditions de rayage avec la pyramide Berkovich face en avant, nous allons ensuite confronter sur les deux matériaux, les résultats des simulations numériques aux essais expérimentaux, pour différentes vitesses de rayage. La géométrie du contact sous charge ou les cartes de déformation que l'on obtient à partir des simulations numériques, nous permettront, en particulier d'analyser la géométrie du contact et du sillon résiduel et les grandeurs comme le frottement apparent ou la dureté rayure. Nous étudierons, enfin, le comportement des mêmes matériaux lors de la rayure par le cône aigu avec un rayon de pointe, pour différentes pénétrations et vitesses de rayage.

4.3.1 Résultats expérimentaux

Les résultats expérimentaux de rayure obtenus sur le polycarbonate et le CR39[®] avec la pyramide Berkovich et le cône de demi-angle 30° et de rayon de pointe 600 nm, sont regroupés dans les tableaux 4.8, 4.9, 4.10 et 4.11. Les paramètres sont définis sur la figure 4.27. Pour la pyramide Berkovich, les essais ont été effectués face en avant pour deux vitesses de rayage (1 et 10 $\mu\text{m/s}$) et trois forces normales ($W=0,49$ mN, 0,985 mN et 1,48 mN). Le dernier essai est effectué avec l'arête de la pyramide en avant. La dureté rayure sur l'avant de l'indenteur est calculée avec les formules ci-dessous, établies avec les mêmes hypothèses que celles adoptées pour définir la dureté rayure avec une sphère ou un cône (chapitre 2, section 2.1.2) :

$$H_{s\text{ avant}} = 2\sqrt{3}\frac{W}{b^2} \quad \text{arête en avant} \quad (4.18)$$

$$H_{s\text{ avant}} = 4\sqrt{3}\frac{W}{b^2} \quad \text{face en avant} \quad (4.19)$$

Pour le cône aigu, nous avons imposé trois vitesses de rayage (0,2 - 2 et 20 $\mu\text{m/s}$) et trois forces normales (0,48 mN, 0,72 mN et 0,96 mN). Toutes ces valeurs expérimentales seront commentées dans les sections suivantes.

La force normale, W , et la vitesse sont les grandeurs que l'on impose lors des essais. La force tangentielle et la profondeur de pénétration h sont mesurées en cours du rayage. Les grandeurs géométriques, b , h_{30s} , h_{1h30} et h_b (figure 4.27) sont mesurées en utilisant la pointe de l'indenteur comme un profilomètre mécanique. On impose une force normale de 0,02 mN sur l'indenteur et on le déplace perpendiculairement à la direction de rayage, on trace ainsi trois profils de la rayure 30 secondes et 1 heure 30 minutes après avoir effectué la rayure (figure 4.28). La mesure de chaque profil dure 4 minutes environ. Entre le premier et le troisième profil (effectués 30 secondes après la rayure), on observe, pour le CR39[®], une remontée du fond du sillon de 20 %, preuve que ce matériau est fortement visco-élastique. Même si l'on observe rien de tel

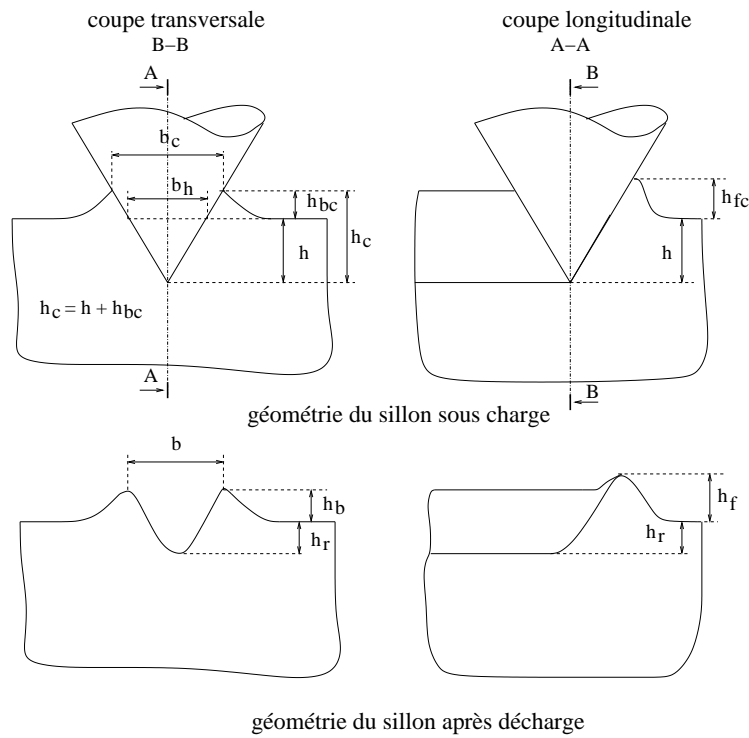


FIG. 4.27 – Paramètres géométriques du sillon sous charge et après décharge.

sur le polycarbonate, on peut noter que la profondeur du bourrelet résiduel après 1h30 est de l'ordre de la moitié de sa profondeur 30 secondes après l'essai. Ces phénomènes de recouvrance élastique, présentés pour les deux matériaux ne peuvent être décrits par nos simulations numériques et nous ferons l'hypothèse qu'ils ont peu d'influence sur la géométrie effective du contact indenteur-matériau. Par contre, la largeur de rayure est stable et l'incertitude sur sa mesure est de 10 % maximum. Nous n'avons cependant pas de certitude sur le fait que cette largeur corresponde à la largeur limite du contact sous charge entre le matériau et l'indenteur (écart entre b et b_c , figure 4.27). L'incertitude sur la hauteur des bourrelets latéraux est beaucoup plus grande, 35 % (figure 4.28), ceci peut être dû à une géométrie imparfaite de l'indenteur ou à un défaut de positionnement de l'indenteur dans son logement. Les valeurs b , h_{30s} , h_{1h30} et h_b indiquées dans les tableaux 4.8, 4.9, 4.10 et 4.11 sont donc des valeurs moyennes.

4.3.2 Calculs numériques

Nous avons simulé la rayure du polycarbonate et du CR39[®] avec la pyramide Berkovich et avec l'indenteur de demi-angle 30° et de rayon de pointe 600 nm. La rhéologie choisie pour modéliser chacun des deux matériaux est celle obtenue dans le chapitre 3. Les valeurs sont précisées dans le tableau 4.12. La taille du domaine et la plus petite taille de maille que nous avons choisies lors des calculs ont été obtenues à partir des travaux de la section 4.1.2 et sont précisées dans le tableau 4.13.

Dans les simulations, l'indenteur est piloté en déplacement tangentiel. Nous imposons une pénétration constante au cours de la simulation, la vitesse est également constante et identique à celle imposée lors des essais (tableau 4.14).

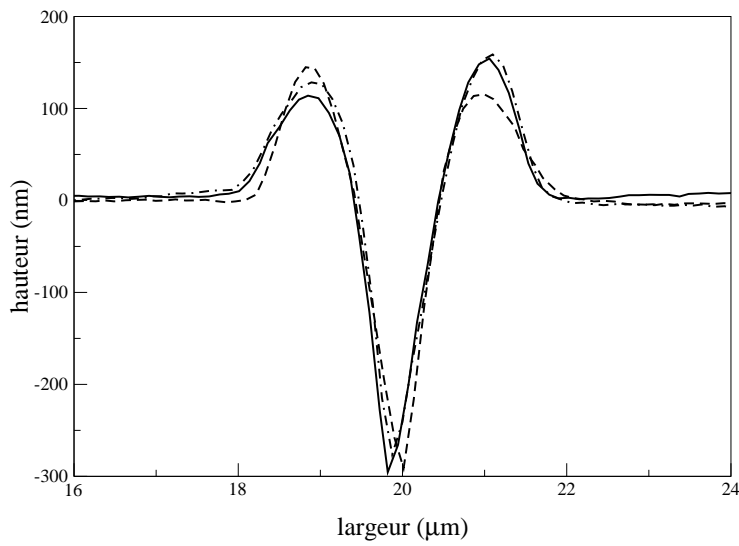


FIG. 4.28 – Profil expérimental de rayure pour le polycarbonate mesuré 1h30 après la rayure, $W=0,48$ mN, $v=2$ $\mu\text{m/s}$, cône 30° , $\rho=600$ nm.

4.3.3 Dépouillement des calculs

Nous précisons, dans cette section, les méthodes employées lors du post traitement des calculs numériques pour calculer diverses grandeurs mécaniques et géométriques utilisées pour interpréter les essais de rayure. La figure 4.29 montre une évolution des forces normale et tangentielle au cours de la rayure pour la simulation avec la pyramide Berkovich face en avant. Après un régime transitoire ($l > 12$ μm), les forces prennent une valeur constante. Lors des simulations sans frottement, et pour des conditions similaires, le régime transitoire se limite à une longueur de 6 μm ; une longueur de 8 μm , soit 16 fois la pénétration de l'indenteur, est désormais nécessaire pour atteindre l'état stationnaire, lorsqu'il y a du frottement. Les fluctuations que l'on observe entre 7 μm et 1 μm sont peut être dues à une discrétisation trop large du maillage. Si le retour sur la partie arrière de l'indenteur est mal décrit; une discrétisation plus fine permettrait alors de résoudre ce problème dont nous avons déjà discuté

données	face en avant				arête en avant
W (mN)	0,49	0,985	1,48	0,985	0,985
vitesse ($\mu\text{m/s}$)	1	1	1	10	1
largeur, b (μm)	3,1	4	5,05	3,9	4
Ft/W	0,75	0,75	0,75	0,7	0,55
h (nm)	430	600	743	610	405
$b_h=7,52 \cdot h$ (μm)	3,2	4,5	5,59	4,6	3,04
h_{30s} (nm)	190	250	310	230	110
h_{1h30} (nm)	105	145	195	140	120
h_b (nm)	85-45	120-70	130-95	105-65	90-45
$H_{s\text{ avant}}$ (MPa)	353	426	402	449	213
$c^2 = 1+h_b/h$	1,198-1,105	1,2-1,117	1,175-1,128	1,172-1,107	1,222-1,111

TAB. 4.8 – Résultats expérimentaux de rayure du polycarbonate avec la pyramide Berkovich, figure 4.27.

données	face en avant				arête en avant
W (mN)	0,49	0,985	1,48	0,985	0,985
vitesse ($\mu\text{m/s}$)	1	1	1	10	1
largeur, b (μm)	2,85	3,4	4,05	2,95	4,05
Ft/W	0,45	0,52	0,55	0,5	0,46
h (nm)	375	555	690	525	480
$b_h=7,52*h$ (μm)	2,82	4,17	5,19	3,95	3,61
h_{30s} (nm)	50	105	118	90	52
h_{1h30} (nm)	24	33	44	25	12
h_b (nm)	-	6	10	4	4
H_s <i>avant</i> (MPa)	417	590	625	784	208

TAB. 4.9 – Résultats expérimentaux de rayure du CR39[®] avec la pyramide Berkovich, figure 4.27.

W (mN)	0,48			0,72			0,96		
vitesse ($\mu\text{m/s}$)	0,2	2	20	0,2	2	20	0,2	2	20
largeur, b (μm)	2,2	2,1	1,9	2,7	2,65	2,4	2,5	2,8	2,65
Ft/W	1,15	1,12	1,12	1,25	1,2	1,15	1,25	1,22	1,15
h (nm)	685	670	645	950	910	860	1150	1110	1070
h_{30s} (nm)	385	375	340	550	500	435	660	600	540
h_{1h30} (nm)	320	300	260	480	420	375	460	510	460
h_b (nm)	150	150	130	200	200	175	180	200	190
H_s <i>avant</i> (MPa)	252	277	339	252	261	318	391	312	348
c^2	1,219	1,224	1,202	1,211	1,220	1,203	1,157	1,180	1,178

TAB. 4.10 – Résultats expérimentaux de rayure du polycarbonate avec le cône $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm.

dans la section 4.1.2, mais les temps de calcul augmentent alors proportionnellement. Dans le cas présenté sur la figure 4.29, le calcul total dure 56 heures. Pour atteindre les longueurs de 12 μm et 7 μm , cela nécessite 18 heures et 34 heures de calcul. Le nombre d'incrémentes est de 640, avec 160 remaillages. Les forces normale et tangentielle moyennes sont calculées sur l'intervalle où les forces sont constantes : dans le cas présent, sur l'intervalle [7 μm ; 12 μm].

L'aire de contact projetée entre l'indenteur et le matériau, A, est calculée et moyennée pour quatre incrémentes. La demi-largeur de rayure, $b/2$, est calculée à partir d'une procédure que nous avons développée. A partir du stockage d'un fichier de maillage dans le régime permanent, et sur une longueur où la taille de maille est la plus fine (figure 4.30), on découpe cette zone en n sous-domaines de largeur identique l_n , supérieure à la taille minimale de maille. Dans chaque sous-domaine, on détermine la valeur de la demi-largeur de rayure correspondant au sommet du bourrelet latéral. On obtient ainsi n demi-largeurs de rayure que l'on moyenne par la suite. Nous estimons, par cette méthode, que l'incertitude sur la largeur de rayure est de 5 %. La hauteur du bourrelet latéral et la hauteur du fond du sillon sont déterminées de la même façon.

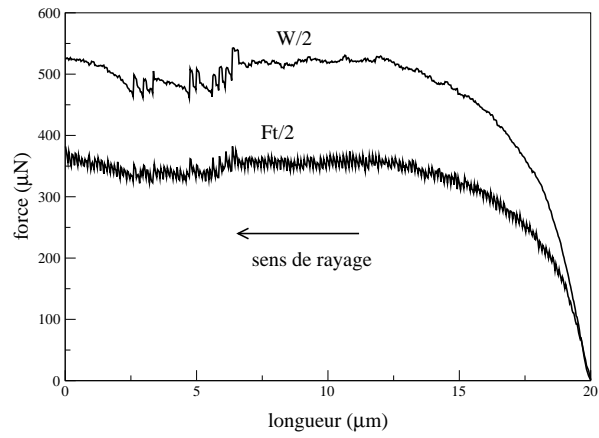


FIG. 4.29 – Evolution des forces normale et tangentielle calculées en simulation numérique pour un indenteur Berkovich face en avant sur un polycarbonate, $h=0,5 \mu\text{m}$ et $v=1 \mu\text{m/s}$.

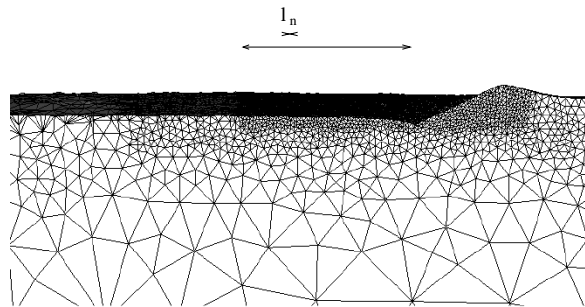


FIG. 4.30 – Maillage et boîtes de remaillage en cours de calcul, lors de la simulation numérique pour un indenteur Berkovich face en avant sur un polycarbonate, $h=0,5 \mu\text{m}$ et $v=1 \mu\text{m/s}$.

W (mN)	0,485			0,725			0,97		
vitesse ($\mu\text{m/s}$)	0,2	2	20	0,2	2	20	0,2	2	20
largeur, b (μm)	2,05	2,0	1,8	2,55	2,35	2,0	2,55	2,55	2,35
Ft/W	0,75	0,74	0,74	0,82	0,75	0,74	0,82	0,82	0,78
h (nm)	600	555	515	840	780	710	1020	950	870
h _{30s} (nm)	80	75	70	145	120	100	180	145	125
h _{1h30} (nm)	38	28	22	65	45	32	90	65	45
h _b (nm)	10	5	2	11	9	5	18	10	10
H _{s avant} (MPa)	294	309	381	284	334	462	380	380	447

TAB. 4.11 – Résultats expérimentaux de rayure du CR39[®] avec le cône $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm.

matériau	E (GPa)	ν	m	K (MPa.s ^{-m})	h _g
polycarbonate	2,4	0,35	0,053	102	0,5
orma	2,1	0,4	0,078	145	4,5

TAB. 4.12 – Paramètres rhéologiques du polycarbonate et du CR39[®] introduits dans les simulations numériques de rayage, pour un frottement $\mu=0,3$.

4.3.4 Pyramide Berkovich et cône équivalent

Résultats expérimentaux du CR39[®] et du polycarbonate

Dans cette partie, nous allons comparer les résultats de rayure expérimentaux sur le polycarbonate et le CR39[®] avec une pyramide Berkovich lorsque la face et arête sont en avant. Nous utilisons comme essais de comparaison, les résultats effectués, sur le polycarbonate, pour une force normale de 0,985 mN et une vitesse de 1 $\mu\text{m/s}$ (tableau 4.8). Les commentaires qui suivent sont basés sur les résultats expérimentaux des deux matériaux, les exemples choisis sont, par contre, uniquement issus du tableau 4.8 relatif à la rayure sur le polycarbonate.

Schématiquement, sous charge l'indenteur pénètre un peu moins profondément dans le CR39[®] que dans le polycarbonate et la largeur de rayure y est (sauf dans le cas du Berkovich arête en avant) inférieure, ce qui de manière concordante montre que la résistance à la rayure du CR39[®] est supérieure à celle du polycarbonate. Les différences entre les sillons résiduels sont encore plus marqués, les profondeurs et hauteurs de bourrelets du CR39[®] étant beaucoup plus faibles que sur le polycarbonate.

Les résultats expérimentaux avec la pyramide Berkovich montrent que le rayage face en avant et arête en avant induisent des comportements très différents (tableaux 4.8 et 4.9). Pour une même force normale, pour le polycarbonate, $W=985$ μN , et une même vitesse de rayage, $v=1$ $\mu\text{m/s}$, la pénétration est de 600 nm lorsque la rayure se fait face en avant et de 405 nm lorsque l'arête est en avant. La largeur de rayure résiduelle est, par contre, identique dans les deux cas, ce résultat indique que le sillon s'est plus rétracté lors de la rayure face en avant. La largeur de

indenteur	h maxi (μm)	largeur (μm)	longueur (μm)	hauteur (μm)	maille (μm)
Berkovich et $\theta=70,3^\circ$	0,5	20	100	10	0,08
$\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm	1	8	50	10	0,04

TAB. 4.13 – Caractéristiques du maillage pour les deux indenteurs.

indenteur	profondeur (nm)	vitesse ($\mu\text{m/s}$)
Berkovich	500	0,1 1 10
cône $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm	500	0,2 2 20
	750	
	1000	

TAB. 4.14 – Conditions des simulations de rayure pour le polycarbonate et le CR39®.

contact nominale b_h est d'ailleurs supérieure à la largeur de rayure b , pour le rayage face en avant.

Le frottement apparent est plus grand lorsque la face de la pyramide attaque le matériau. Ce résultat est cohérent avec la valeur du coefficient de frottement apparent calculé analytiquement lorsque l'on considère que le contact est sans frottement, que la pression de contact est uniforme et que le contact se fait sur la partie avant de l'indenteur :

$$\mu_{0\text{ lab}} = 1/\tan 65,3^\circ = 0,46 \quad \text{rayure face en avant} \quad (4.20)$$

$$\mu_{0\text{ lab}} = 1/(2 \tan 65,3^\circ) = 0,228 \quad \text{rayure arête en avant} \quad (4.21)$$

La cission de frottement n'étant pas prise en compte, il est normal que l'on trouve des valeurs expérimentales plus élevées que les valeurs dues au labourage pur sur l'avant de l'indenteur. Si l'on considère que la cission de frottement est horizontale, la composante adhésive du frottement apparent lors de la rayure arête en avant est :

$$\mu_{0\text{ ad}} = \frac{\tau}{p} \frac{\sqrt{3}}{2 \sin 65,3^\circ} = 0,286, \quad \text{avec } \frac{\tau}{p} = \mu = 0,3. \quad (4.22)$$

On obtient une valeur du frottement apparent de 0,514, ce qui est très proche de la valeur expérimentale ($\mu_0=0,55$). Avec cette modélisation et lorsque le rayage se fait face en avant, la cission est horizontale et ne contribue donc pas à augmenter le frottement apparent. Ces calculs, en outre, ne prennent pas en compte le fait que le matériau peut être en contact avec l'arrière de l'indenteur, ce qui produit deux effets antagonistes. En effet, la composante élastique de la déformation totale du polycarbonate peut entraîner un retour élastique sur l'arrière de l'indenteur et ainsi diminuer le frottement apparent de labourage car la pression de contact sur l'arrière s'oppose à la pression sur l'avant. Par contre, la cission de frottement sur l'arrière contribue encore à augmenter le frottement apparent. L'aire de contact totale n'est pas connue lors des essais expérimentaux, il nous est donc difficile d'estimer les composantes arrières du frottement apparent. On remarque tout de même que, pour un matériau plus élastique que le polycarbonate, comme le CR39®, le frottement apparent est plus faible, ce qui est sans doute dû au contact sur l'arrière de l'indenteur (tableau 4.9).

La dureté rayure est calculée en considérant que le contact entre le matériau et l'indenteur est situé sur l'avant de l'indenteur. Lors du rayage face en avant, l'aire de contact est donc deux fois plus faible que lorsque le rayage se fait arête en avant. Les grandes propriétés élastiques du polycarbonate, ainsi que les simulations numériques que nous verrons par la suite, montrent clairement que le contact du matériau sur l'arrière de l'indenteur est relativement important. Les duretés expérimentales que nous avons calculées surestiment donc vraisemblablement la pression de contact. La dureté rayure, calculée lorsque la face de la pyramide est en avant,

est beaucoup plus grande que lorsque l'arête de l'indenteur est en avant. Les conditions de rayage face en avant sont beaucoup plus sévères que dans l'autre cas : les bourrelets sont plus grands et le retour élastique dans le fond du sillon est plus faible (tableaux 4.8 et 4.9). L'angle d'attaque est plus élevé pour la rayure face en avant ($\beta=25^\circ$) que pour la rayure arête en avant ($\beta=13^\circ$), ce qui induit des déformations deux fois plus grandes ($\varepsilon_r \sim \tan \beta$).

Simulation numérique de la rayure du polycarbonate

Comme dans le cas axisymétrique de l'indentation, il est important de pouvoir comparer les différentes simulations de rayure avec la pyramide Berkovich face et arête en avant et avec son cône équivalent ($\theta=70,3^\circ$). Nous avons comparé ces trois cas pour la rayure sur le polycarbonate avec une pénétration de $0,5 \mu\text{m}$ et une vitesse de $1 \mu\text{m/s}$. Les résultats sont présentés dans le tableau 4.15.

Pour une pénétration de l'indenteur Berkovich de h , la largeur en contact nominale avec le matériau à la surface initiale du matériau est (figure 4.27) :

$$b_h = 7,52h. \quad (4.23)$$

La largeur de rayure résiduelle, dans le cas où il y a formation d'un bourrelet, doit être supérieure à b_h . Dans le cas où cette hypothèse n'est pas vérifiée, cela signifie soit que le sillon s'est rétracté, soit que la surface de contact sous charge est en dessous de la surface initiale du matériau ($b_c < b_h$), les deux phénomènes pouvant se combiner. Lors de la rayure face en avant, b_h est supérieur à la largeur de rayure mesurée expérimentalement (tableaux 4.8 et 4.9), pour les deux matériaux. Dans l'autre condition de rayage, on observe l'inverse : le sillon s'est fortement rétracté pour la rayure face en avant. L'écart entre b et b_h est de l'ordre de 15 %, pour le polycarbonate et de 25 % pour le CR39[®]. Les caractéristiques élastiques du CR39[®] induisent donc une grande diminution de la largeur du sillon ; de plus, les simulations montrent qu'il y a une dépression sous charge : $b_c < b_h$. La pénétration de l'indenteur imposée en simulation numérique est de $0,5 \mu\text{m}$, donc $b_h/2=1,88$. On observe les mêmes tendances lors des calculs numériques : $b/2 > b_h/2$, arête en avant et $b/2 < b_h/2$, face en avant (tableau 4.15). Les cartes de vitesse selon la largeur (axe x) montrent que localement le sillon se rétracte (figure 4.33). Les zones bleues (vitesse négative) sont plus nombreuses et étalées lors de la rayure face en avant. Toutefois, la largeur de rayure est plus grande pour la rayage face en avant car la hauteur du bourrelet latéral est plus grande. Dans le cas de la rayure avec le cône équivalent, $b/2 \sim b_h/2$: le comportement du matériau est donc intermédiaire entre celui observé pour les deux configurations de la pyramide Berkovich.

Les valeurs des forces et des duretés calculées en simulation sont relativement proches lors de la rayure avec le cône équivalent et lorsque l'arête est en avant. Comme lors des essais expérimentaux, ces grandeurs sont plus élevées lorsque la face de l'indenteur est en avant. Lorsque l'on raye avec l'arête en avant, la dureté, calculée sur la partie avant de l'indenteur, est la même expérimentalement que lors des calculs. Dans l'autre configuration, la dureté calculée par simulation, est 20 % plus grande. Les valeurs de dureté pour les conditions de rayage face en avant sont élevées. Rappelons que la dureté est calculée à partir de la largeur du sillon résiduel. On ne prend pas en compte la différence de hauteur entre le bourrelet frontal et le bourrelet latéral ($h_{b \text{ frontal}} = 0,25 \mu\text{m}$, $h_{b \text{ latéral}} = 0,065 \mu\text{m}$). Si bien que l'on sous-estime fortement l'aire de contact sur la partie avant, la dureté calculée sur la partie avant est plus grande que celle que l'on a réellement. A partir de la mesure de la largeur du bourrelet frontal $a_f=1,559 \mu\text{m}$, on estime que l'aire de contact dont on ne tient pas compte est de 31 % (figure 4.31),

la dureté rayure calculée avec l'aire avant totale est donc de 353 MPa au lieu de 511 MPa. Dans le cas où l'arête de la pyramide est en avant, la hauteur du bourrelet latéral est plus grande que la hauteur du bourrelet frontal, on surestime donc l'aire de contact sur la partie avant.

Le frottement apparent calculé numériquement est très proche du frottement apparent expérimental (écarts de 7 %, face en avant ; et 2 %, arête en avant). L'outil numérique permet en outre d'estimer la part du contact sur l'arrière de l'indenteur sur le contact total, on calcule un retour de l'ordre de 35 % pour la rayure face en avant et pour le cône équivalent. Les zones de contact indenteur-matériau sont visibles sur la figure 4.31. On remarque notamment que le retour élastique pour l'indenteur conique se fait essentiellement sur les côtés du sillon. Au total, la dureté estimée en rapportant la force normale à l'aire réelle de contact $H_s = W/A$ est bien inférieure à $H_{s\text{ avant}}$: minimale pour le cône équivalent 161 MPa (contre 261 MPa), elle est maximale pour la pyramide face en avant 223 MPa (contre 511 MPa), les deux valeurs étant les plus proches pour la pyramide arête en avant, 187 MPa (contre 214 MPa). On peut en conclure que les pressions de contact sont moins sensibles à la géométrie de l'indenteur que ne le suggère $H_{s\text{ avant}}$ et que la configuration arête en avant est la configuration où l'écart aux hypothèses simplifiées de contact est le moins marqué (figure 4.31).

La simulation numérique de la rayure face en avant, avec un coefficient d'écroûissage, $h_g=0,2$ plus faible que celui obtenu au chapitre 3 montre que la dureté chute de 15 % (tableau 4.15). Les bourrelets sont plus marqués et les retours élastiques sont plus faibles, pour $h_g=0,2$, ce qui met clairement en évidence l'importance de l'écroûissage sur la part de la déformation élastique.

	arête en avant	face en avant $h_g=0,5$	face en avant $h_g=0,2$	cône équivalent
Ft/2 (μN)	252,5	355,3	399	210,5
W/2 (μN)	466,9	513,3	536	399,1
Ft/W	0,541	0,692	0,744	0,527
A/2 (μm^2)	2,491	2,302	2,810	2,476
A_{ar}/A_{av}	17 %	35 %	16 %	37 %
$H_s=W/A$ (MPa)	187	223	190	161
b/2 (μm)	1,942	1,865	1,958	1,396
a_f (μm)	1,934	1,559	1,844	1,524
h_b (μm)	0,08	0,065	0,094	0,041
h_r (μm)	0,392	0,344	0,132	0,391
$H_{s\text{ avant}}$ (MPa)	214	511	484	261
c^2	1,16	1,13	1,19	1,082

TAB. 4.15 – Résultats des simulations numériques sur le polycarbonate pour la pyramide Berkovich et le cône équivalent, $h=0,5 \mu\text{m}$, $v=1 \mu\text{m/s}$.

Les niveaux de déformation plastique sont les plus grands pour la pyramide face en avant (figure 4.35). Le bourrelet frontal et le retour élastique sont très marqués dans cette condition de rayage (figure 4.32). Pour des déformations supérieures à 100 %, le polycarbonate commence à s'écroûir (chapitre 3 figure 3.15). Lors du rayage avec la face en avant (déformations plastiques supérieures à 1,7), les contraintes vont donc être plus grandes que dans le cas du rayage arête en avant. Si l'on considère, d'après la figure 4.35 que les déformations plastiques dans le fond du sillon sont environ de 1,3 et de 1,7 pour la rayure arête en avant et face en avant, on associe alors des contraintes de 210 MPa et de 380 MPa, calculées avec la loi de G'Sell Jonas et les paramètres du polycarbonate et pour $\dot{\epsilon} = 0,1\text{s}^{-1}$. On peut ainsi calculer, avec $E=2,4 \text{ GPa}$, la part de déformation plastique sur la part de déformation

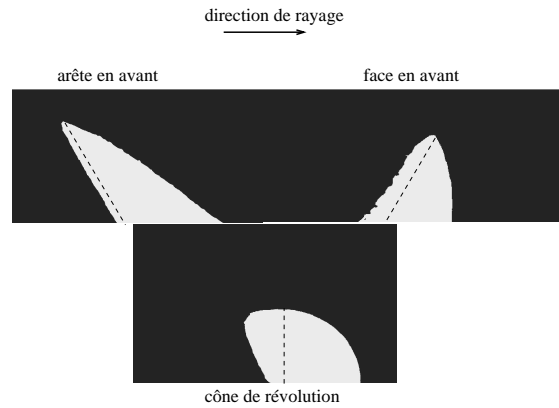


FIG. 4.31 – Vue de dessus de l'aire de contact matériau indenteur pour la pyramide Berkovich face et arête en avant et pour le cône équivalent, simulation sur le polycarbonate.

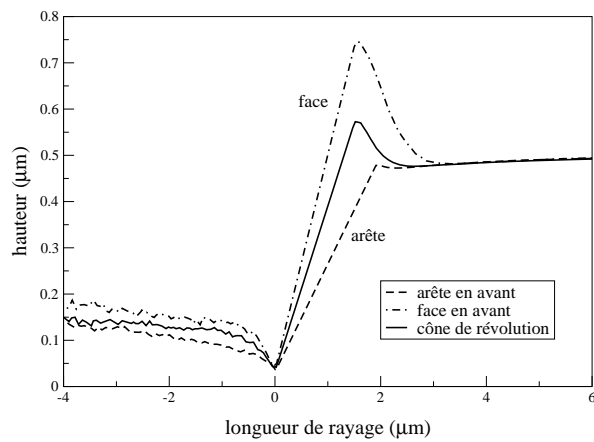


FIG. 4.32 – Profils de rayure pour la pyramide Berkovich face et arête en avant et pour le cône équivalent, simulation sur le polycarbonate.

élastique pour chaque cas. On obtient ainsi une déformation plastique 15 fois plus grande que la déformation élastique pour la rayure arête en avant et 10 fois plus grande pour la rayure face en avant. Ce qui implique que, bien que les déformations plastiques soient plus grandes pour la rayure face en avant, les phénomènes élastiques dans le fond du sillon seront plus importants (figure 4.32 et tableau 4.15). Ce qui peut sembler être un paradoxe est en fait la conséquence de l'écroûissage du polycarbonate. En utilisant le même raisonnement pour les déformations plastiques de 0,5, pour l'arête en avant et 1, pour la face en avant près du bourrelet frontal, le rapport entre la déformation plastique sur la déformation élastique est plus faible pour la configuration arête en avant. Cela signifie que le comportement en avant de l'indenteur est essentiellement plastique, d'où la formation d'un bourrelet frontal. La rayure avec le cône $\theta=70,3^\circ$ induit un comportement intermédiaire entre les deux comportements précédents.

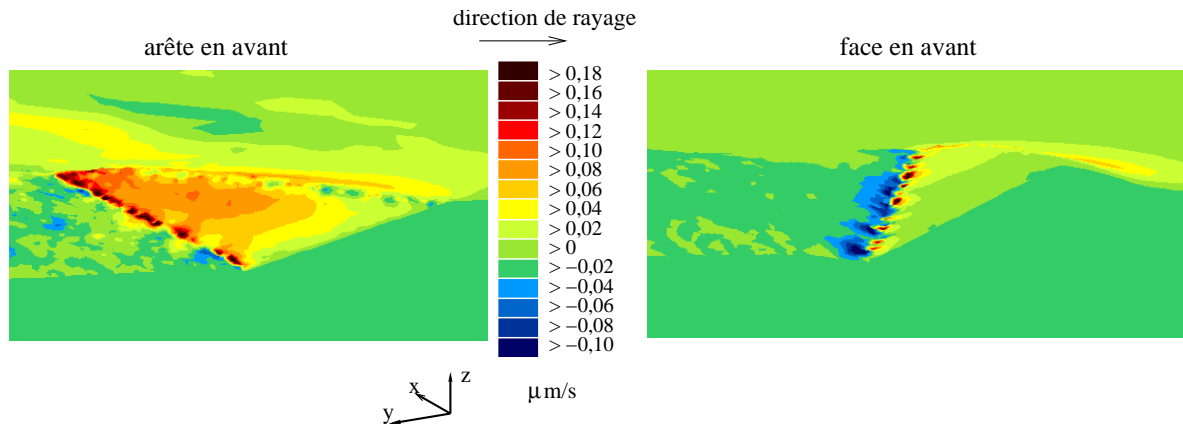


FIG. 4.33 – Cartes de vitesse selon la direction x pour la pyramide Berkovich face et arête en avant, simulation sur le polycarbonate.

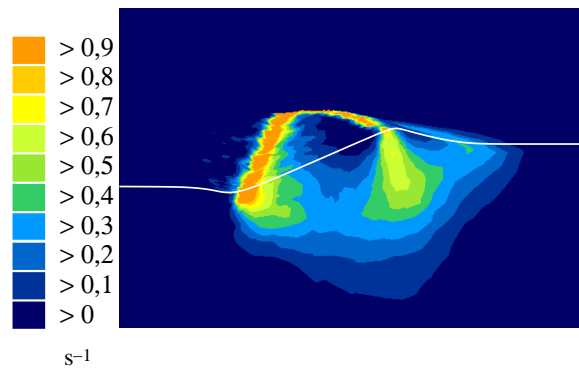


FIG. 4.34 – Carte de vitesse de déformation généralisée pour la pyramide Berkovich face en avant sur le polycarbonate, $v=1 \mu\text{m/s}$.

Le facteur de forme, calculé à partir de la hauteur des bourrelets du sillon résiduel, est compris entre 1,08 et 1,2 dans les cas expérimentaux et numériques (tableau 4.15). Les deux valeurs notées dans le tableau 4.8, pour le facteur de forme, correspondent aux valeurs à droite et à gauche du sillon. L'écart, relativement important, est dû à un défaut de positionnement de la pyramide. Il est donc difficile de comparer quantitativement ces valeurs avec les valeurs calculées par simulation.

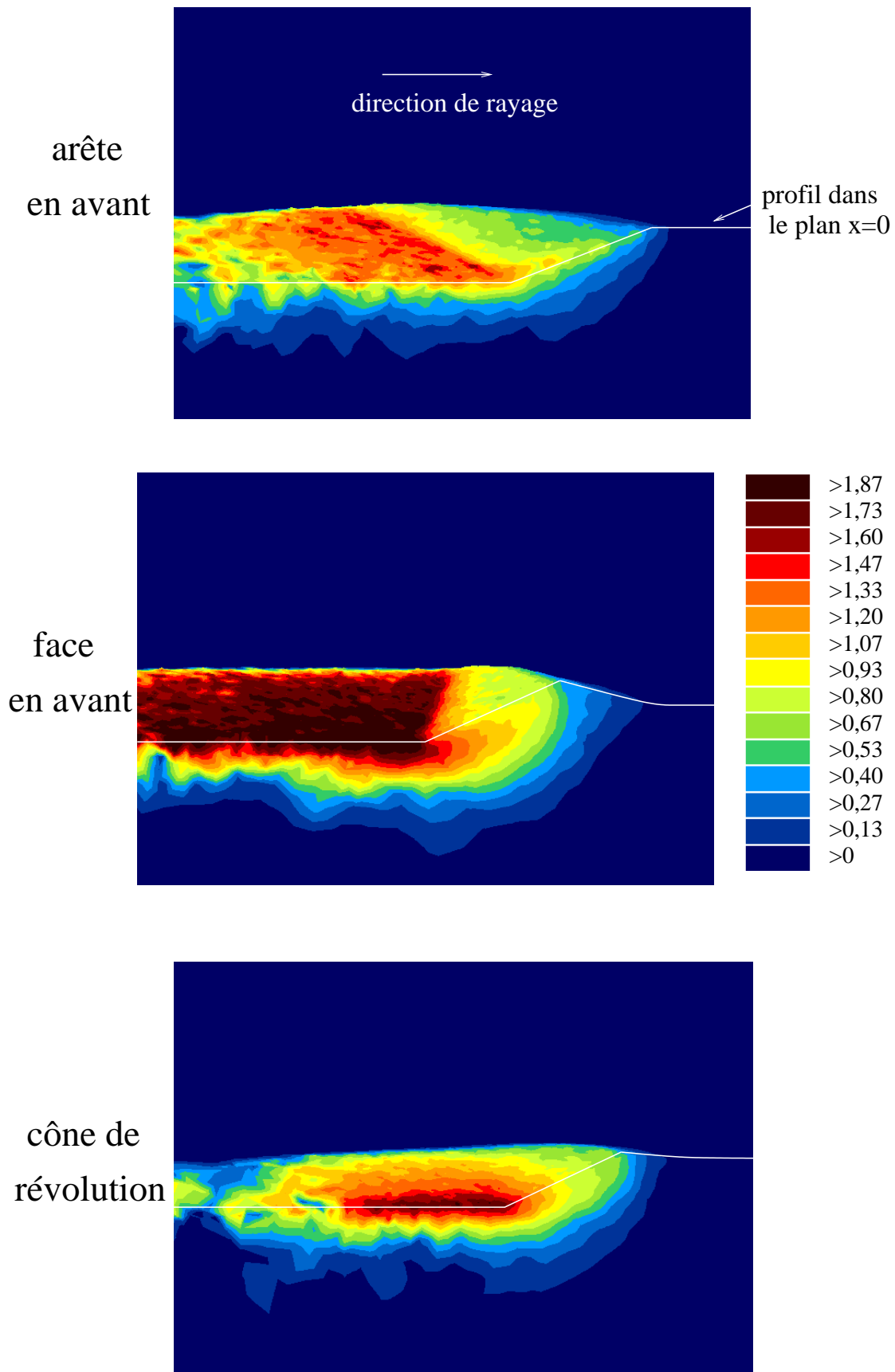


FIG. 4.35 – Cartes de déformation plastique équivalente du polycarbonate pour la pyramide Berkovich face et arête en avant et pour le cône $\theta=70,3^\circ$. Vues en perspective.

4.3.5 Rayure avec la pyramide Berkovich face en avant

Nous allons commenter les résultats de rayure obtenus expérimentalement (tableau 4.8) et par simulation avec la pyramide Berkovich face en avant pour trois vitesses de rayage et pour les deux matériaux. Nous comparons les valeurs de frottement apparent, des forces normales et tangentielles et de dureté calculée sur la partie avant. L'outil numérique permet d'obtenir des informations sur la géométrie du contact sous charge, les niveaux de déformation et de vitesse de déformation. L'étude des contraintes sera traitée dans le chapitre suivant, relatif aux endommagements.

Polycarbonate

Briscoe *et al.* [16] définissent une vitesse de déformation moyenne en rayure en divisant la vitesse de rayage par la largeur de rayure : v/b . Les vitesses de déformation moyennes que l'on atteint lors des essais expérimentaux varient entre $0,2 \text{ s}^{-1}$ et 3 s^{-1} . La carte de vitesse de déformation généralisée pour une simulation numérique de la rayure d'un polycarbonate avec la pyramide Berkovich face en avant et $v=1 \text{ }\mu\text{m/s}$ montre des vitesses maximales de l'ordre de 1 s^{-1} sur le sommet du bourrelet frontal et près de l'arête (figure 4.34). Cette carte est similaire aux cartes de vitesse de déformation que l'on observe en indentation (chapitre 2, section 2.4). Les valeurs moyennes se situent autour de $0,4 \text{ s}^{-1}$. Cette valeur est proche de la valeur donnée par la formule de Briscoe : $v/b=0,27 \text{ s}^{-1}$.

L'augmentation de la vitesse de rayure a pour effet de diminuer la hauteur des bourrelets latéral et frontal, ainsi que la largeur de rayure (figure 4.36 et tableau 4.16). La dépendance du polycarbonate à la vitesse de déformation a pour conséquence d'augmenter la contrainte lorsque la vitesse de déformation augmente. Le facteur rhéologique X ($X=\frac{E}{\sigma_0} \tan \beta$) diminue lorsque la vitesse de déformation augmente, ce qui implique que la part de la déformation élastique devient donc plus grande, ceci se traduit sur la géométrie de la rayure par une diminution des bourrelets lorsque la vitesse de déformation augmente, tant sur le plan expérimental que selon la simulation. Les simulations ne montrent pas une influence nette de la vitesse sur la hauteur du fond du sillon, le retour élastique n'est que de 30 % (tableau 4.16). Par contre, les résultats expérimentaux montrent clairement que le retour élastique dans le fond du sillon augmente lorsque la vitesse de déformation augmente : 30 secondes après le passage de l'indenteur, le retour élastique est de 56 % environ pour les vitesses de $1 \text{ }\mu\text{m/s}$ et de 63 % pour $v=10 \text{ }\mu\text{m/s}$ (tableau 4.8). La viscoélasticité du polycarbonate est mise en évidence par la mesure de la hauteur du fond du sillon. Le retour élastique expérimental augmente de 56 % à 75 % lorsque l'on effectue les mesures 30 secondes et 1h30 après le passage de l'indenteur ($v=1 \text{ }\mu\text{m/s}$, $W=0,49 \text{ mN}$).

Le frottement apparent diminue de 2 % lorsque la vitesse augmente de 1 à $100 \text{ }\mu\text{m/s}$ (figure 4.37). Bien que cette diminution soit faible, cela traduit, d'après nous, une augmentation de l'aire de contact arrière. Expérimentalement, on retrouve ce résultat : le frottement apparent diminue de 7 % pour une vitesse de déformation dix fois plus grande. Le coefficient de frottement apparent calculé par simulation numérique est proche de celui obtenu expérimentalement, on constate un écart maximum de 7 %. Avec un coefficient d'écrouissage égal à 0,2, le frottement apparent est encore plus proche de la valeur expérimentale (figure 4.37). Pour cette simulation, les déformations sont beaucoup plus plastiques ce qui se traduit par un retour élastique sur l'arrière plus faible et donc une augmentation du frottement apparent (figure 4.36).

Dans les simulations numériques et lors des essais, les forces tangentielles et normales normées par le carré de la pénétration sont quasiment insensibles à la vitesse. Lorsque l'on rapporte les forces au carré de la pénétration, on remarque que dans les domaines de pénétration

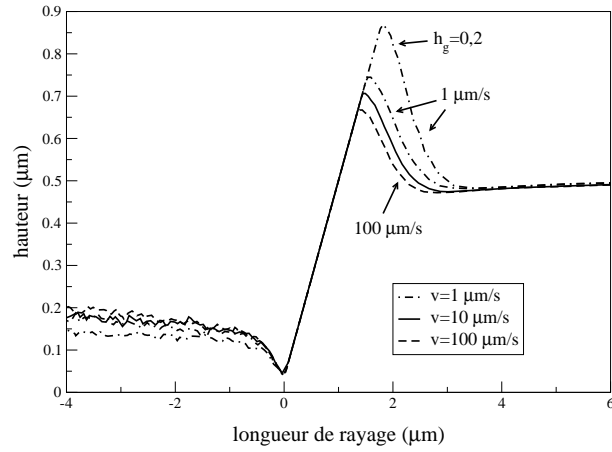


FIG. 4.36 – Profils de rayure pour la pyramide Berkovich face en avant sur le polycarbonate.

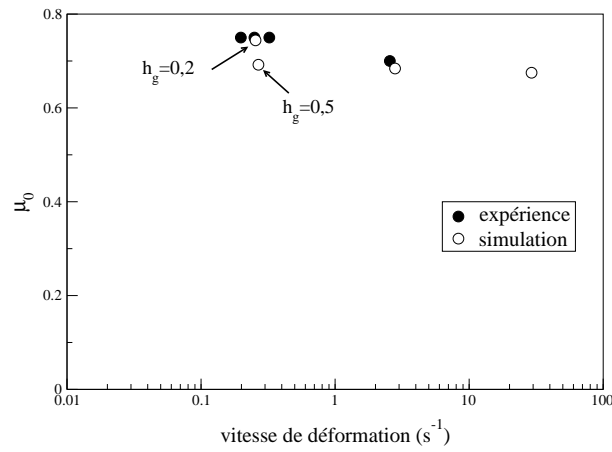


FIG. 4.37 – Coefficient de frottement apparent en fonction de la vitesse de déformation pour la rayure avec la pyramide Berkovich sur le polycarbonate.

vitesse de rayage ($\mu\text{m/s}$)	1	10	100
$A/2$ (μm^2)	2,302	2,150	2,012
$H_s=W/A$ (MPa)	223	242	262
$b/2$ (μm)	1,865	1,787	1,711
h_b (μm)	0,065	0,056	0,041
h_r (μm)	0,344	0,353	0,343
c^2	1,13	1,112	1,082
$b/2 \tan 30$ (μm)	1,077	1,032	0,988
a_f (μm)	1,575	1,461	1,395

TAB. 4.16 – Résultats des simulations numériques pour trois vitesses de rayage sur le polycarbonate pour la pyramide Berkovich face en avant, $h=0,5 \mu\text{m}$.

choisis expérimentalement ($h>430 \text{ nm}$), les valeurs obtenues sont sensiblement constantes ce qui signifie que le défaut de pointe de la pyramide Berkovich n'a pas d'influence. Par contre, le calcul numérique surestime de 35 % environ les efforts obtenus expérimentalement (figure 4.38). Il est surprenant de constater que la diminution du coefficient d'écroissage augmente les efforts appliqués sur l'indenteur. Ceci est dû à l'augmentation des bourrelets frontal et latéraux, car la pression de contact diminue, conformément aux prévisions (tableau 4.15).

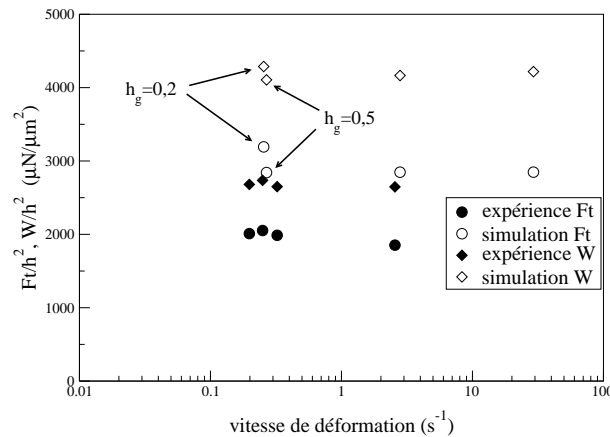


FIG. 4.38 – Forces normales et tangentielles normées par le carré de la profondeur en fonction de la vitesse de déformation, pyramide Berkovich sur le polycarbonate.

La dureté rayure calculée en simulation augmente de 22 % lorsque la vitesse de rayure augmente de 1 à 100 $\mu\text{m/s}$ (figure 4.39). Bien que l'on ait un point qui se détache des autres ($H_{s \text{ avant}}=350 \text{ MPa}$), cette tendance se retrouve lors des essais expérimentaux. Pour les trois essais effectués à une vitesse de 1 $\mu\text{m/s}$, le frottement apparent et le rapport W/h^2 sont constants, par contre la dureté varie de 20 %. L'incertitude sur la mesure de la largeur est donc responsable de cet écart. On remarque que le calcul numérique surestime de 25 % environ la dureté rayure, ce qui est dû principalement à des efforts, calculés lors des simulations, trop grands. La dureté $H_s=W/A$ diminue de 15 % lorsque le coefficient d'écroissage passe de 0,5 à 0,2. Par contre, la dureté calculée sur la face avant n'est que 5 % plus faible, ceci est dû en partie à une augmentation de la force normale et à la taille du bourrelet frontal (figure 4.36). La dureté calculée est ainsi plus proche de la valeur expérimentale (figure 4.39).

On remarque donc que l'écroissage a une influence notable même pour la rayure avec la

pyramide Berkovich. Cet effet n'est pas visible lors des simulations de l'indentation avec le cône équivalent à la pyramide Berkovich. Ceci montre que, sur des matériaux fortement écrouissables, les niveaux de déformation en rayure sont plus élevés en rayure qu'en indentation. Nous avons déjà montré le même résultat avec des matériaux sans écrouissage dans la section 2.3, chapitre 2.

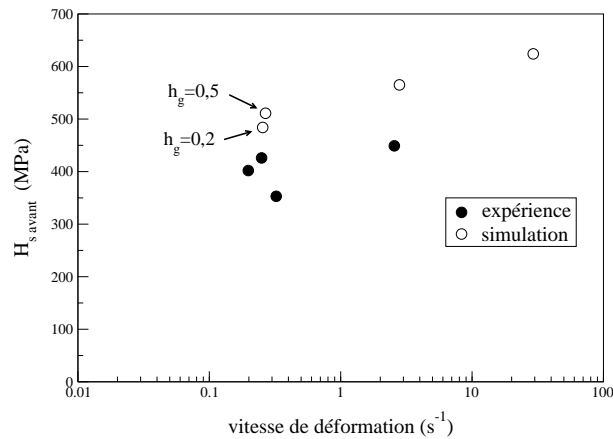


FIG. 4.39 – Dureté rayure calculée sur la face avant de l'indenteur en fonction de la vitesse de déformation, pyramide Berkovich sur le polycarbonate.

CR39®

La hauteur des bourrelets latéraux que l'on mesure expérimentalement est environ de l'ordre de 1 ou 2 % de la pénétration de l'indenteur sous charge (tableau 4.9). Les bourrelets sont beaucoup plus prononcés lorsque l'on raye le polycarbonate, car la composante plastique de la déformation totale est beaucoup plus grande pour ce polymère. Lors des calculs numériques, on observe un léger bourrelet frontal pour $v=0,1 \mu\text{m/s}$ et ce bourrelet diminue lorsque la vitesse augmente (figure 4.40). Cette influence de la vitesse sur la géométrie du contact sous charge a déjà été observée et expliquée dans la section concernant les résultats sur le polycarbonate. Pour $v=100 \mu\text{m/s}$, la matière plonge à l'avant de l'indenteur et forme une dépression. L'influence de la vitesse sur la hauteur du sillon est plus importante pour le CR39® que pour le polycarbonate. Le retour élastique dans le fond du sillon, h_r , augmente de 15 % lorsque la vitesse augmente de $0,1 \mu\text{m/s}$ à $100 \mu\text{m/s}$ (tableau 4.17) ; pour le polycarbonate, l'influence de la vitesse sur cette grandeur n'est pas visible. La sensibilité à la vitesse de déformation du CR39® ($m=0,078$) est 50 % plus grande que celle du polycarbonate ($m=0,053$), ce qui explique que le CR39® soit plus sensible à la vitesse de déformation.

Le sillon résiduel laissé par l'indenteur ne montre aucun bourrelet latéral, il est donc impossible de calculer la dureté comme cela est fait expérimentalement. Nous avons donc choisi de prendre comme demi-largeur de sillon, la longueur qui correspond à la limite du contact matériau indenteur sur la face avant (figure 4.41).

Comme nous l'avons observé pour le polycarbonate, le frottement apparent calculé en simulation pour le CR39® diminue lorsque la vitesse de déformation augmente (figure 4.42). L'augmentation de la proportion du retour élastique sur l'arrière de l'indenteur est aussi pour ce matériau, la cause de cette diminution. Pour une même force normale, $W=0,985 \text{ mN}$, le

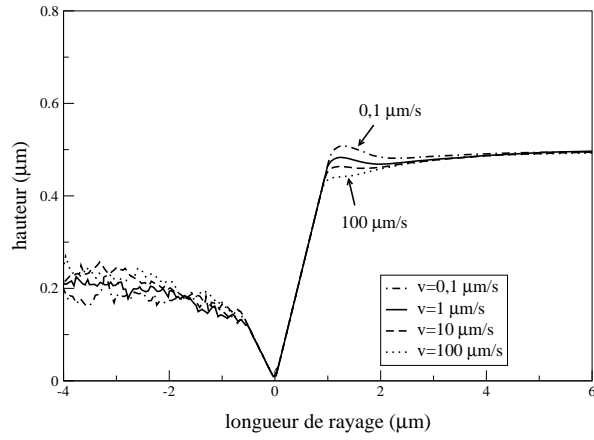


FIG. 4.40 – Profils de rayure pour la pyramide Berkovich sur le CR39[®].

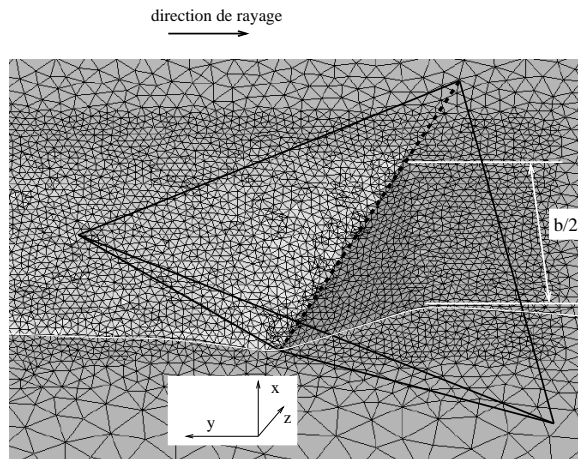


FIG. 4.41 – Définition de la demi-largeur de rayure lors des simulations numériques sur le CR39[®] avec la pyramide Berkovich.

vitesse de rayage ($\mu\text{m/s}$)	0,1	1	10	100
$A/2$ (μm^2)	0,981	0,904	0,893	0,851
$H_s=W/A$ (MPa)	486	529	539	571
$b/2$ (μm)	1,752	1,603	1,597	1,567
h_r (μm)	0,322	0,302	0,295	0,274
$b/2 \tan 30$ (μm)	1,012	0,925	0,922	0,905
a_f (μm)	1,039	0,998	0,938	0,900

TAB. 4.17 – Résultats des simulations numériques pour quatre vitesses de rayage sur le CR39[®] pour la pyramide Berkovich face en avant, $h=500$ nm.

frottement apparent mesuré expérimentalement diminue de 4 % lorsque la vitesse de rayage augmente de $1 \mu\text{m/s}$ à $10 \mu\text{m/s}$. Pour la pénétration sous charge de 375 nm ($W=0,49$ mN), le calcul du frottement apparent de la pyramide Berkovich avec un défaut de pointe de 30 nm, calculé de façon analytique sur la partie avant de l'indenteur sans prendre en compte la cisssion de frottement, est identique au frottement apparent calculé avec un défaut de pointe nul. La diminution du frottement apparent lorsque la force normale diminue ($W=1,48$ mN, $W=0,985$ mN et $W=0,49$ mN), ne peut donc pas être attribué à une influence du défaut de pointe. La variation de vitesse de déformation est également trop faible pour être responsable de cette diminution. D'autant plus que la dureté diminue de 30 % lorsque la vitesse de déformation augmente de $0,24 \text{ s}^{-1}$ à $0,35 \text{ s}^{-1}$ (figure 4.43). Le fait d'augmenter la pénétration de 375 nm à 690 nm se traduit par un durcissement du matériau et une augmentation de la réponse élastique ; nous n'avons pas d'explication quant à l'origine de cette évolution.

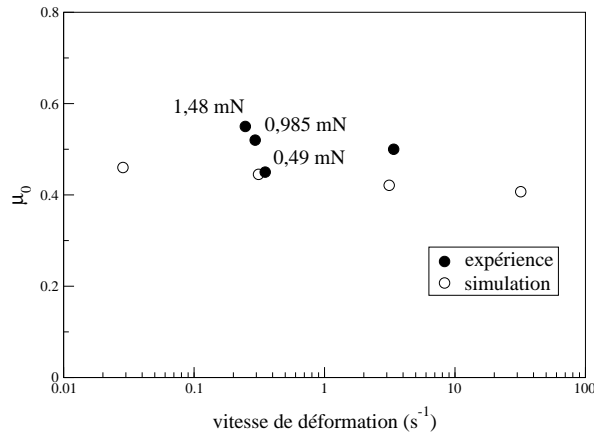


FIG. 4.42 – Coefficient de frottement apparent en fonction de la vitesse de déformation pour la rayure avec la pyramide Berkovich sur le CR39[®].

La largeur du contact frontal, a_f est du même ordre de grandeur que $b/2 \tan 30$ (tableau 4.17), l'aire de contact avant estimée à partir de la demi-largeur de rayure est donc, pour le CR39[®] et contrairement au polycarbonate, une bonne approximation de l'aire de contact avant réelle. La dureté rayure calculée par simulation numérique augmente lorsque la vitesse de déformation augmente (figure 4.43). Lorsque l'on augmente d'un facteur dix la vitesse de rayage lors des essais, la dureté augmente de 200 MPa. L'effet de la vitesse de déformation sur la dureté rayure est plus marqué lors des essais que lors des calculs numériques. Pour les vitesses de déformation proches de $0,3 \text{ s}^{-1}$, les calculs numériques sont en bon accord avec l'expérience, par

contre pour les vitesses plus grandes, la simulation sous-estime la dureté. Les valeurs de dureté sont plus que trois fois supérieures à la valeur de la contrainte d'écoulement plastique aux faibles déformations ($\sigma_0 \sim 132$ MPa). Les déformations plastiques équivalentes sont de l'ordre de 0,5 (figure 4.45). Dans des conditions identiques de rayage (même vitesse et même indenteur), les déformations plastiques sont environ trois fois plus faibles lorsque l'on raye du polycarbonate ou du CR39[®] (figures 4.35 et 4.45). Ce résultat confirme les travaux de la section 2.3 chapitre 2, sur l'estimation du niveau de déformation plastique en indentation et rayure. Avec les valeurs des coefficients viscoplastiques du tableau 4.12, section 4.3, la contrainte d'écoulement moyenne pour le CR39[®] et le polycarbonate, pour des déformations de 0,5 et 1,5 est de 408 MPa et de 293 MPa ($v=1 \mu\text{m/s}$). Ces valeurs élevées sont la conséquence de l'écoulement.

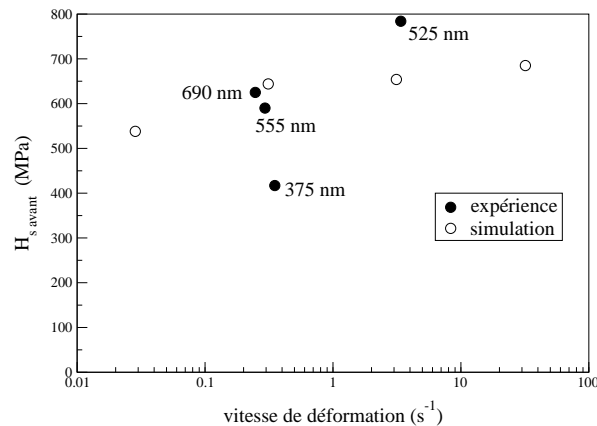


FIG. 4.43 – Dureté rayure calculée sur la face avant de l'indenteur en fonction de la vitesse de déformation, pyramide Berkovich sur le CR39[®], $h=500$ nm pour les simulations.

Les calculs de simulation surestiment légèrement la force normale (figure 4.44). Par contre, la force tangentielle est parfaitement estimée. Si les forces normales et tangentielles calculées pour le polycarbonate sont légèrement supérieures à celles calculées pour le CR39[®], la dureté et donc les pressions de contact sont supérieures pour le CR39[®], car l'aire de contact sous charge est beaucoup plus faible (tableaux 4.17 et 4.16) : il y a un bourrelet très marqué lors de la rayure du polycarbonate, ce qui augmente l'aire de contact.

4.3.6 Rayure avec le cône aigu

Dans cette partie, nous allons tout d'abord mesurer l'effet du positionnement de l'indenteur aigu, réputé de révolution, sur le comportement en rayure. Nous analyserons ensuite les résultats expérimentaux et de simulation pour les deux matériaux.

Incertitude expérimentale

L'indenteur aigu n'est pas parfaitement de révolution (chapitre 3, figure 3.3). Lors des essais d'indentation, le positionnement de l'indenteur sur son support n'a pas de conséquence sur les mesures. Par contre, en rayure la direction de la rayure va induire des comportements différents. Les essais reportés dans le tableau 4.18, ont été effectués dans quatre directions perpendiculaires (droite gauche; gauche droite; bas haut; haut bas).

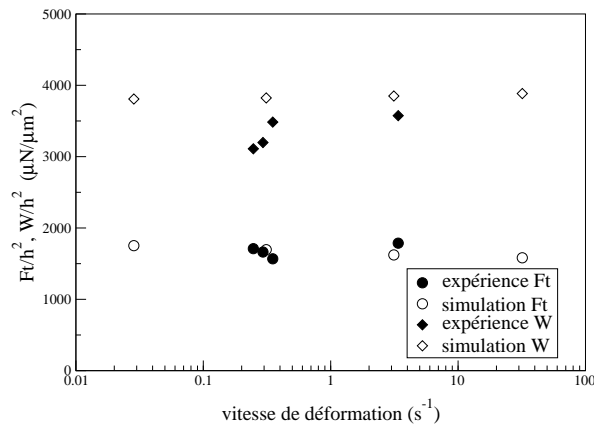


FIG. 4.44 – Forces normales et tangentielles normées par le carré de la profondeur en fonction de la vitesse de déformation, pyramide Berkovich sur le CR39®.

Pour une force normale donnée, la pénétration de l'indenteur sous charge varie de 16 %. Il est surprenant de constater que, pour la pénétration la plus faible (BH, $h=1165$ nm), on enregistre le plus fort coefficient de frottement, $\mu_0=1,13$. La dureté rayure, calculée sur la face avant, est plus grande pour une pénétration de 1250 nm que pour une pénétration de 1340 nm. Ces deux exemples montrent que l'interprétation de ces résultats est très délicate, nous nous limiterons à en tirer des valeurs sur l'incertitude des résultats expérimentaux. L'incertitude sur la largeur de rayure est de 10 %, ce qui implique une incertitude de 20 % sur la dureté rayure. L'écart sur le frottement apparent est de 8 %. Des essais similaires sur le CR39® montrent que l'incertitude sur la largeur de rayure est de 14 % et de 10 % sur le frottement apparent.

direction	DG	GD	BH	HB
W (mN)	1,2	1,2	1,2	1,2
μ_0	1,07	1,05	1,13	1,12
h (nm)	1350	1250	1165	1340
h_{30s} (nm)	745	660	600	720
h_{1h30} (nm)	620	600	600	600
b (μm)	3,26	3,14	3,42	3,48
$H_{s\text{ avant}}$ (MPa)	288	310	261	252

TAB. 4.18 – Résultats expérimentaux de rayure sur le polycarbonate avec le cône aigu selon quatre directions.

Calculs avec le cône

La gamme de vitesse de déformation que l'on balaie avec l'indenteur aigu s'étale de $0,1\text{ s}^{-1}$ à 10 s^{-1} . Les vitesses de déformation généralisée maximales sont situées au sommet du bourrelet frontal et sont de l'ordre de $1,8\text{ s}^{-1}$ (figure 4.46). Il n'y a pas de zone maximale près de la pointe de l'indenteur, comme dans le cas de la rayure avec la pyramide Berkovich (figure 4.34). On estime, d'après la figure 4.46 que la valeur moyenne de la vitesse de déformation est voisine de $0,8\text{ s}^{-1}$, ce qui est proche de $v/b=0,82\text{ s}^{-1}$.

Les forces calculées en simulation numérique sont beaucoup plus bruitées que lors des calculs

avec la pyramide Berkovich. La principale raison vient de la taille des mailles au contact de l'indenteur. Le retour élastique n'est pas décrit avec suffisamment de précision, la perte du contact avec l'arrière de l'indenteur d'un ou plusieurs éléments suffit à faire chuter significativement les forces. Comme nous l'avons expliqué dans la section 4.1.2, nous avons choisi pour ces simulations une taille de maille la plus fine de $0,04 \mu\text{m}$ pour avoir un rapport précision-temps de calcul qui soit assez grand. Pour le cône aigu, les temps de calcul sont de l'ordre de 3 jours, avec un incrément de déplacement de $0,01 \mu\text{m}$ et une longueur de rayage nécessaire de $5 \mu\text{m}$ (orma avec une pénétration de $0,75 \mu\text{m}$). Les déformations sont sensiblement plus grandes lors de la rayure avec le cône aigu qu'avec la pyramide Berkovich (figures 4.48 et 4.35). Les valeurs de déformation sont de l'ordre de 1,8 pour la pyramide Berkovich et de 2 pour le cône aigu. Pour les simulations du CR39[®], le logiciel remaille 2,6 fois plus avec le cône aigu, pour une même longueur de rayage. Tout ces éléments contribuent à faire fluctuer les forces normales et tangentielles.

La largeur de rayure pour les simulations sur le polycarbonate est définie par la largeur correspondant au sommet du bourrelet latéral (figure 4.47). Il n'y a pas de bourrelet latéral pour les simulations sur le CR39[®], nous avons donc choisi la largeur de contact sous charge. Expérimentalement, on observe un léger bourrelet latéral, dont la hauteur est environ 1 ou 2 pour cent de la profondeur de pénétration sous charge (tableau 4.11). Ce bourrelet se forme après le passage de l'indenteur et est principalement dû aux grandes propriétés viscoélastiques du CR39[®], ce que le logiciel ne modélise pas.

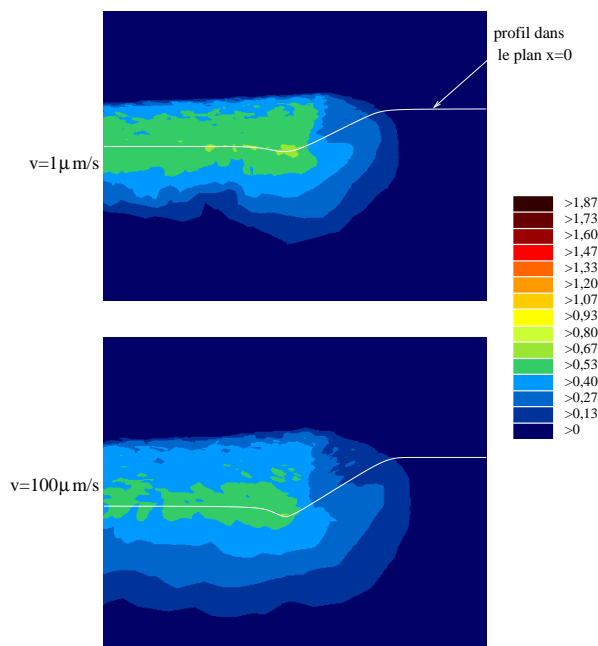


FIG. 4.45 – Carte de déformation plastique équivalente du CR39[®] pour la pyramide Berkovich, $v=1 \mu\text{m/s}$, vue en perspective, l'échelle est la même que celle de la figure 4.35.

L'analyse des figures que l'on présente est assez délicate. On représente en abscisse la vitesse de déformation. Pour cet indenteur, lorsque la pénétration augmente, le niveau de déformation moyen que l'on impose augmente également : le rapport h/a augmente de 0,79 à 1,1 lorsque la pénétration augmente de $0,5 \mu\text{m}$ à $1 \mu\text{m}$. Les cercles de différente grosseur que l'on voit sur la figure 4.50 mettent en évidence l'augmentation du niveau de déformation.

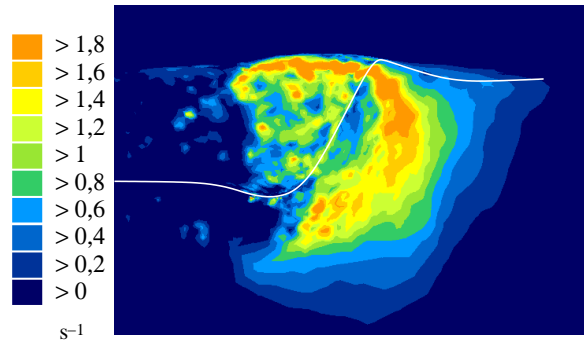


FIG. 4.46 – Carte de vitesse de déformation généralisée pour le cône aigu sur le polycarbonate, $v=2 \mu\text{m/s}$, $h=10 \mu\text{m}$.

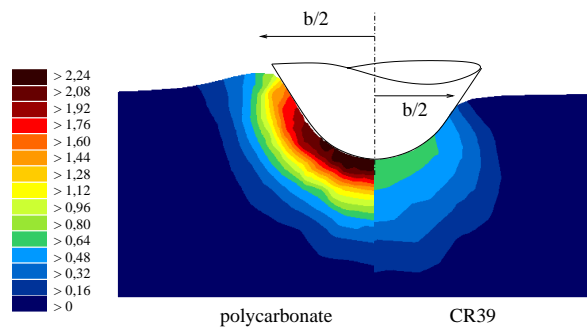


FIG. 4.47 – Carte de déformation généralisée pour le cône aigu sur le polycarbonate et le CR39[®], vue sous charge en coupe, $v=2 \mu\text{m/s}$, $h=0,5 \mu\text{m}$.

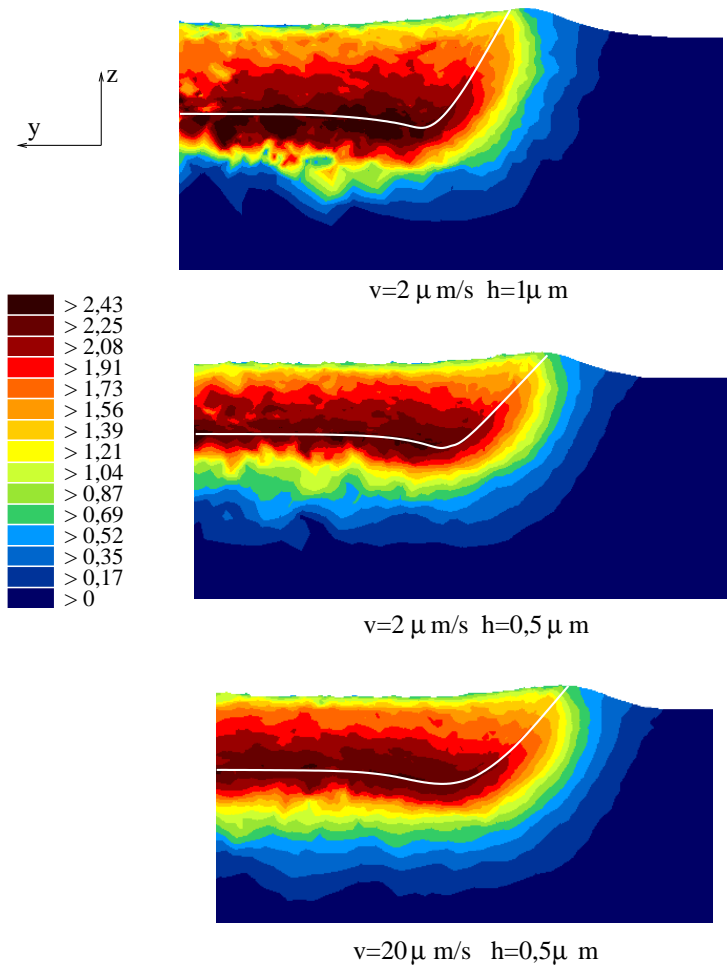


FIG. 4.48 – Carte de déformation plastique équivalente pour le polycarbonate et le cône aigu, $v=2 \mu\text{ m/s}$, $h=0,5 \mu\text{ m}$ et $h=1 \mu\text{ m}$.

Polycarbonate

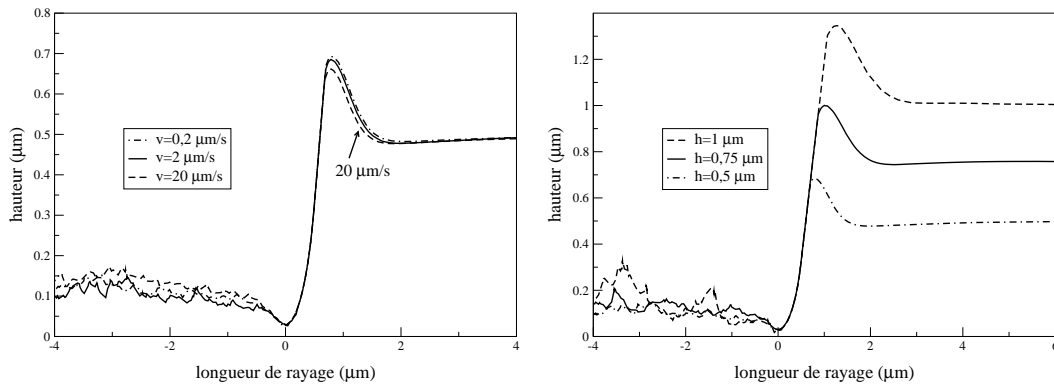
Un bourrelet frontal se forme et a une amplitude similaire à celui observé pour la pyramide Berkovich face en avant (figure 4.36). L'influence de la vitesse est plus faible pour l'indenteur aigu : le sommet du bourrelet diminue de 6 % lorsque l'on augmente la vitesse de deux décades (figure 4.49), on observe une baisse de 12 % pour la pyramide. Pour les deux autres pénétrations, l'influence de la vitesse sur la hauteur du bourrelet frontal est la même. Le facteur de forme calculé pour le bourrelet frontal est quasiment invariant lorsque la pénétration augmente. Rappelons que même pour la plus faible pénétration, la portion sphérique est entièrement dans le matériau. Le retour élastique dans le fond du sillon est peu sensible à la vitesse et à la hauteur de pénétration. Il est de 15 % pour le cône aigu et de 20 % pour la pyramide. Expérimentalement, le retour élastique est également plus grand pour la pyramide Berkovich, on passe de 55 % à des retours voisins de 75 %. Le retour élastique augmente avec la vitesse de rayage (de 53 % à 59 %, pour $v=0,2 \mu\text{m/s}$ à $v=20 \mu\text{m/s}$, $W=0,48 \text{ mN}$). Pour des plus grandes vitesses de déformation, on favorise la part de la déformation élastique. La profondeur de pénétration de l'indenteur n'a pas d'influence sur le retour élastique dans le fond du sillon résiduel, ce qui suggère que ce retour est essentiellement dû à la portion sphérique de l'indenteur (figure 4.49(b)).

Le frottement apparent mesuré lors des essais augmente lorsque la force normale appliquée sur l'indenteur augmente de 0,48 mN à 0,72 mN (figure 4.50 et tableau 4.10). Les valeurs sont identiques pour $W=0,72 \text{ mN}$ et 0,96 mN, l'influence de la pointe sphérique sur le frottement apparent est donc faible pour les pénétrations supérieures à 900 nm (tableau 4.10). A force normale imposée, l'augmentation de la vitesse de rayage implique une baisse de la pénétration de l'indenteur. Pour $W=0,72 \text{ mN}$, h varie de 950 nm à 860 nm lorsque la vitesse augmente de $0,2 \mu\text{m/s}$ à $20 \mu\text{m/s}$. Le frottement apparent diminue également lorsque la vitesse augmente ; compte tenu du fait que la pénétration n'a pas d'influence sur μ_0 , pour $h>800 \text{ nm}$ (remarque précédente), cette chute est attribuée à une augmentation de l'aire de contact sur l'arrière de l'indenteur, ce qui diminue la part de labourage du frottement apparent. Ceci est en partie confirmé par l'évolution de la hauteur du fond du sillon résiduel, h_{1h30} , avec la vitesse de rayage : h_{1h30} augmente de 49 % à 56 % lorsque v augmente de $0,2 \mu\text{m/s}$ à $20 \mu\text{m/s}$, pour $W=0,72 \text{ mN}$ (tableau 4.10).

Les évolutions du frottement apparent calculé lors des simulations avec la pénétration (ou la force normale) et avec la vitesse sont les mêmes que celles que l'on constate expérimentalement. Pour les pénétrations de $1 \mu\text{m}$, le frottement apparent est légèrement inférieur au frottement apparent expérimental. Par contre, pour les pénétrations de $0,75 \mu\text{m}$, les valeurs de simulation sont inférieures aux valeurs expérimentales, bien que les pénétrations soient inférieures ($h=685 \text{ nm}$ 670 nm et 645 nm, pour $W=0,72 \text{ mN}$). Comme pour les simulations avec la pyramide Berkovich sur le polycarbonate, le frottement local est peut-être sous estimé. Par contre, le logiciel semble bien prendre en compte les retours élastiques à l'arrière de l'indenteur.

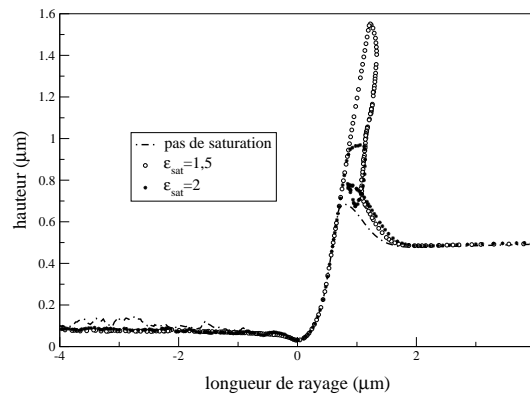
On remarque que le contact sur l'arrière de l'indenteur est aussi important sur le côté que dans le fond du sillon, quelle que soit la profondeur de pénétration de l'indenteur (figure 4.51). Le contact dans le fond du sillon est dû essentiellement à la forme de l'indenteur, et donc à la pointe sphérique. Ce retour élastique dans le fond du sillon est beaucoup plus faible lorsque l'indenteur est pointu (figure 4.31).

Pour une force normale fixée, comme la pénétration de l'indenteur diminue lorsque la vitesse augmente, la force tangentielle diminue également (figure 4.52). Dans cette configuration, l'effet de la profondeur de pénétration n'est pas prépondérant devant l'effet de la vitesse de déformation, qui a pour tendance de durcir le matériau. Dans les simulations numériques, l'augmentation de



(a) Influence de la vitesse, $h=0,5 \mu\text{m}$

(b) Influence de la pénétration, $v=2 \mu\text{m/s}$



(c) Influence de la saturation de l'écroutissage, $v=0,2 \mu\text{m/s}$

FIG. 4.49 – Evolution du profil de rayure pour le polycarbonate et pour le cône $\theta=30^\circ$, $\rho=600 \text{ nm}$.

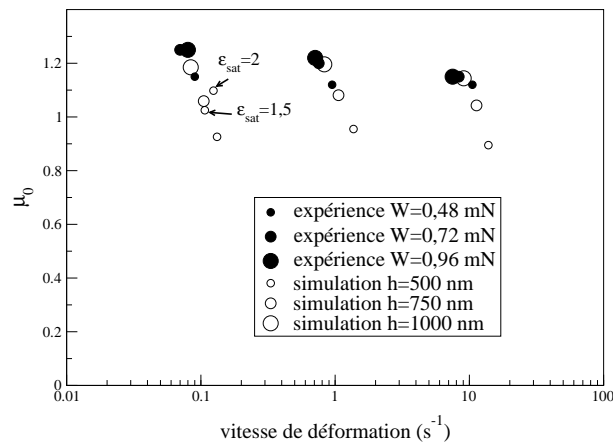


FIG. 4.50 – Coefficient de frottement apparent en fonction de la vitesse de déformation pour la rayure avec le cône $\theta=30^\circ$, $\rho=600 \text{ nm}$ sur le polycarbonate.

pénétration (μm)	0,5			0,75			1		
vitesse de rayage ($\mu\text{m/s}$)	0,2	2	20	0,2	2	20	0,2	2	20
$A/2$ (μm^2)	0,564	0,559	0,554	0,846	0,820	0,784	1,164	1,140	1,121
$H_s=W/A$ (MPa)	383	405	449	433	450	511	437	456	520
$b/2$ (μm)	0,756	0,732	0,722	0,949	0,946	0,887	1,194	1,208	1,102
h_b (μm)	0,119	0,115	0,100	0,124	0,090	0,080	0,144	0,160	0,147
h_r (μm)	0,400	0,420	0,392	0,619	0,635	0,656	0,906	0,845	0,826
c^2	1,238	1,230	1,200	1,165	1,120	1,160	1,144	1,160	1,147

TAB. 4.19 – Résultats des simulations numériques de rayage sur le polycarbonate pour le cône aigu.



FIG. 4.51 – Aire de contact matériau indenteur pour la rayure avec le cône $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm sur le polycarbonate.

la vitesse augmente la force normale et la force tangentielle. Les forces tangentielles mesurées expérimentalement, sont en bon accord avec les forces tangentielles calculées par Forge3[®] (figure 4.52(b)). Pour des pénétrations plus faibles, les forces normales calculées en simulation sont plus élevées que les forces mesurées lors des essais (figure 4.52(a)). Pour $W=0,96$ mN, le calcul numérique surestime la force normale expérimentale, notamment pour $v=20$ $\mu\text{m/s}$, où l'écart est de 21 %.

Le coefficient d'érouissage ou la consistance du polycarbonate sont certainement légèrement surévalués ce qui explique que les forces obtenues par le calcul soient plus grandes que celles mesurées expérimentalement.

Les calculs numériques et les essais mettent en évidence clairement l'influence de la vitesse de déformation sur la dureté rayure (figure 4.53). Lors des discussions, nous ne tiendrons pas compte du point singulier $H_s=391$ MPa, $v=0,2$ $\mu\text{m/s}$, la mesure de la largeur de rayure étant éronnée. L'influence de la profondeur de pénétration de l'indenteur (ou de la déformation) n'est pas mis en évidence aussi bien expérimentalement que numériquement. Les cartes de déformation plastique équivalente montrent que les déformations augmentent lorsque la pénétration de l'indenteur augmente, dans le fond du sillon en particulier (figure 4.48). Le matériau va s'érouir plus ce qui devrait se traduire par une augmentation de la dureté. On observe sur les cartes de déformation que l'augmentation du niveau de déformation est relativement faible, l'incertitude sur la mesure de la largeur du sillon est, par contre, plus forte ce qui se traduit par une dureté qui ne suit pas l'évolution que l'on attend. Les déformations sont invariantes lorsque la vitesse passe de 2 $\mu\text{m/s}$ à 20 $\mu\text{m/s}$ (figure 4.48), par contre la vitesse de déformation augmente, le matériau sera par conséquent plus dur et la dureté plus grande. La dureté estimée par simulation est presque deux fois plus grande que la dureté calculée lors des essais. La dureté rayure avec la pyramide Berkovich face en avant (figure 4.39) est supérieure à la dureté avec le cône aigu (figure 4.53). Les cartes de déformation suggèrent le résultat inverse. Ceci vient surtout du mode de calcul de la dureté rayure avec la pyramide Berkovich. Si l'on compare les duretés calculées

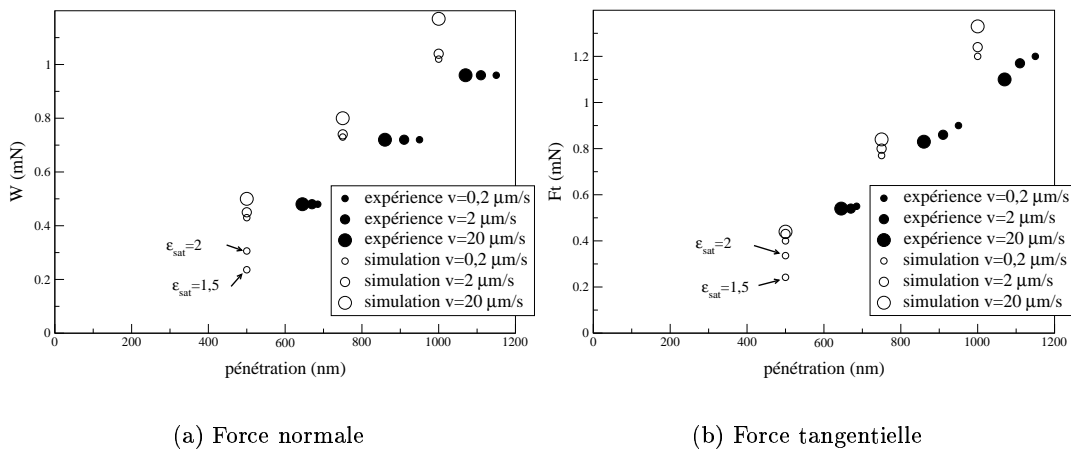


FIG. 4.52 – Force normale et force tangentielle en fonction de la vitesse de rayure et de la pénétration de l'indenteur pour le polycarbonate et pour le cône $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm.

avec l'aire de contact sous charge, on obtient des duretés Berkovich de l'ordre de 250 MPa et des duretés cône de 450 MPa, ce qui est cohérent avec les niveaux de déformation induits par ces deux indenteurs (tableaux 4.16 et 4.19).

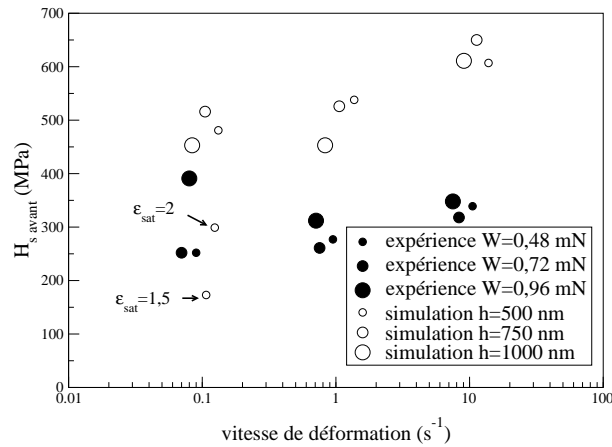


FIG. 4.53 – Dureté rayure calculée sur la face avant en fonction de la vitesse de déformation pour la rayure avec le cône $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm sur le polycarbonate.

Afin de montrer l'influence de l'écoulement, nous avons saturé les contraintes lorsque la déformation de chaque élément devient supérieure à une valeur limite notée ϵ_{sat} . Nous avons choisi deux valeurs : $\epsilon_{sat}=1,5$ et $\epsilon_{sat}=2$. Bien que les valeurs de frottement apparent, de force et de dureté se rapprochent des valeurs expérimentales (figures 4.50, 4.52 et 4.53), l'écoulement de la matière est totalement modifié. On observe en effet, que le bourrelet frontal dégénère en copeau lorsque l'écoulement est saturé (figure 4.49(c)). Ce phénomène est d'autant plus marqué que l'écoulement est saturé pour de plus faibles déformations : $\epsilon_{sat}=1,5$. La déformation imposée par l'indenteur est principalement plastique, on note d'ailleurs que le retour élastique dans le fond du sillon est presque nul pour $\epsilon_{sat}=1,5$ et $\epsilon_{sat}=2$. Lors des essais et dans ces conditions de rayage, on n'observe pas ce type d'endommagement (figure 4.54). Ceci montre donc l'importance dans la modélisation de la rhéologie du polycarbonate, et des polymères en général, de prendre

en compte l'écouissage.

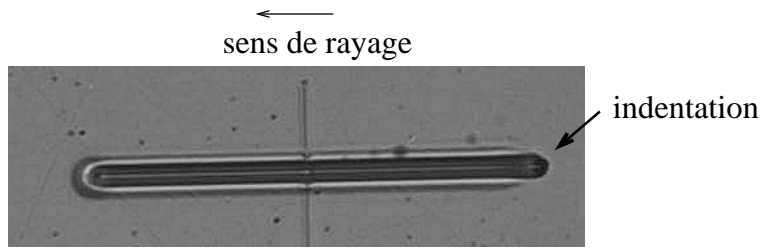


FIG. 4.54 – Image obtenue en microscopie optique de la rayure du polycarbonate avec l'indenteur aigu ($\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm), $W < 1$ mN, grossissement 800.

CR39®

L'évolution des forces normale et tangentielle lors des calculs numériques est bruitée, en particulier pour les pénétrations $h=750$ nm et $h=1000$ nm. L'influence de la vitesse de rayage n'est donc pas visible car l'incertitude sur la mesure de la force est relativement grande (figure 4.55). Un raffinement plus important n'a pas permis d'obtenir une évolution plus constante, il semble donc que cela soit principalement lié aux nombreux remaillages qui induisent des fluctuations importantes sur l'aire de contact sous charge. Les forces mesurées lors des essais diminuent lorsque la vitesse de rayage augmente. Pour les faibles pénétrations ($h < 750$ nm), les forces issues du calcul sont proches des forces mesurées lors des essais, par contre pour $h=1$ μm , les forces sont largement supérieures aux forces expérimentales, ce qui peut être expliqué par un coefficient d'écouissage, h_g surestimé lors de l'identification des paramètres viscoplastiques (chapitre 3).

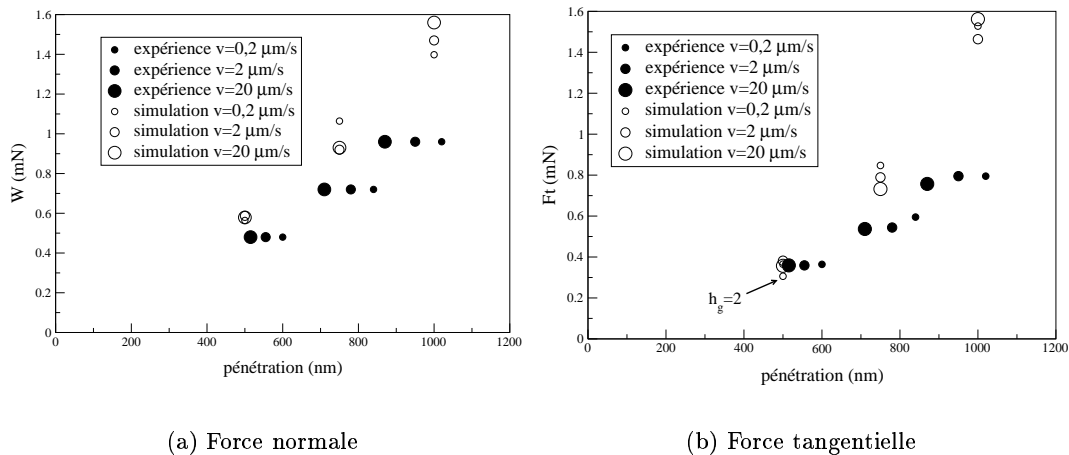


FIG. 4.55 – Force normale et force tangentielle en fonction de la vitesse de rayage et de la pénétration de l'indenteur pour le CR39® et pour le cône $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm.

Le niveau de déformation imposé par le cône aigu sur le CR39® est de l'ordre de 0,6 et est au moins deux fois plus faible que pour le polycarbonate (figure 4.47). La déformation augmente avec la pénétration, les zones maximales se situent dans le fond du sillon et sont voisines de 0,7

pour $h=1 \mu\text{m}$. Les vitesses de déformation calculées avec la formule v/b , sont comprises entre $0,1 \text{ s}^{-1}$ et 10 s^{-1} . Les cartes de vitesse de déformation généralisée montrent que cette valeur est légèrement surestimée : les isovaleurs significatives sont environ deux fois plus faibles que v/b .

En simulation numérique sur le CR39[®], le frottement apparent est plus faible que sur le polycarbonate (figure 4.56). Ceci est expliqué, d'une part, par la formation d'une dépression sous charge pour $h=500 \text{ nm}$ et $h=750 \text{ nm}$ et de légers bourrelets pour $h=1 \mu\text{m}$ (figure 4.58(b)) ; et d'autre part, par un retour élastique plus important et donc un contact arrière plus grand (figure 4.57). Pour les pénétrations $h=750 \text{ nm}$, l'ordre de grandeur du frottement apparent est le même que lors des essais. Par contre, on s'écarte de 20 à 30 % des valeurs expérimentales pour $h=500 \text{ nm}$ et $h=1 \mu\text{m}$. Ce grand écart observé en simulation ente $h=500 \text{ nm}$ et $h=1 \mu\text{m}$, pour le frottement apparent est probablement dû à une mauvaise modélisation du retour élastique sur l'arrière, ce qui a pour conséquence de surestimer le frottement apparent. Comme nous avons pu le constater lors de la rayure sur le polycarbonate et aux incertitudes numériques et expérimentales près, le frottement apparent diminue lorsque la vitesse de rayage augmente : les largeurs de contact avant et latérales diminuent lorsque la vitesse augmente (figure 4.58(a)).

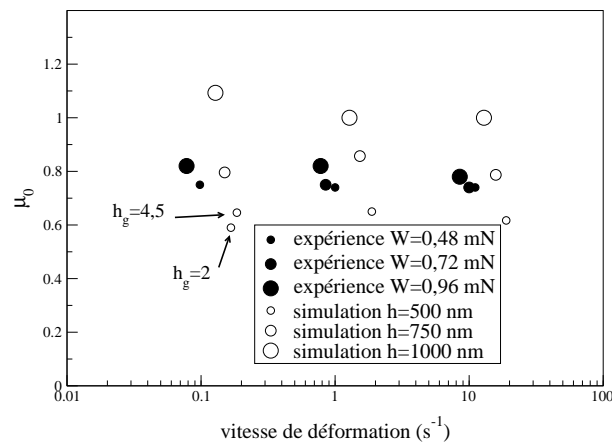


FIG. 4.56 – Coefficient de frottement apparent en fonction de la vitesse de déformation pour la rayure avec le cône $\theta=30^\circ$, $\rho=600 \text{ nm}$ sur le CR39[®].



FIG. 4.57 – Aire de contact matériau indenteur pour la rayure avec le cône $\theta=30^\circ$, $\rho=600 \text{ nm}$ sur le CR39[®], $h=500 \text{ nm}$, $v=2 \mu\text{m/s}$.

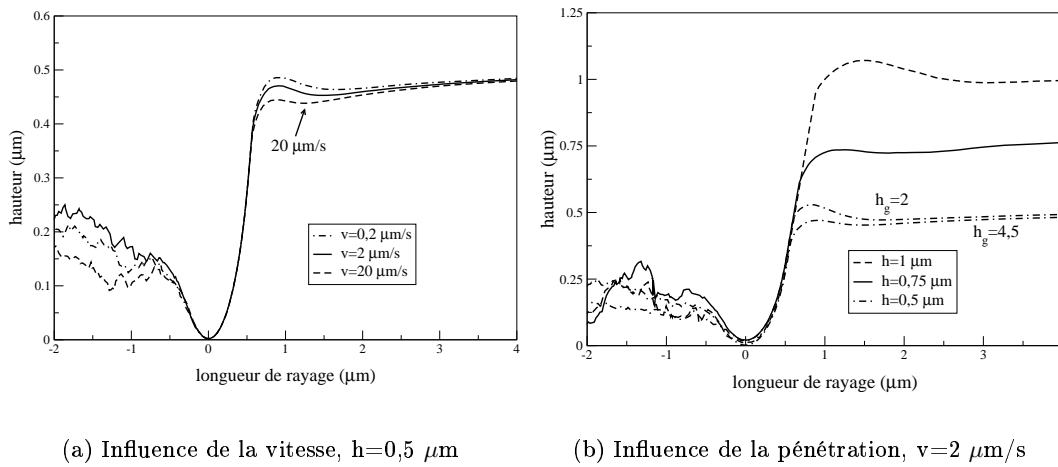


FIG. 4.58 – Evolution du profil de rayure pour le CR39[®] et pour le cône $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm.

Les résultats expérimentaux montrent que la dureté rayure du CR39[®] est à peine plus grande que celle du polycarbonate (tableaux 4.10 et 4.11). De plus, la dureté rayure Berkovich face en avant est supérieure à la dureté avec le cône aigu (tableaux 4.9). Ces résultats contradictoires avec la nature des matériaux, mettent en évidence que la largeur de rayure est une quantité difficile à estimer lors des essais, ce qui est dû aux retours élastiques et visco-élastiques très importants du CR39[®]. Les largeurs de rayure sous charge que l'on mesure avec les calculs numériques sont environ 70 % plus faibles que les largeurs de rayure mesurées expérimentalement à partir de la largeur des bourrelets résiduels (tableaux 4.11 et 4.20). Pour les pénétrations $h=1$ µm, il se forme des bourrelets frontal et latéraux sous charge qui s'estompent après le passage de l'indenteur (figure 4.58(b)). La figure 4.61 montre que la largeur de rayure b , estimée à partir du sommet du bourrelet latéral, est environ deux fois plus grande que la largeur de contact sous charge, b_c . La déformation lors de la rayure du CR39[®] est principalement élastique, les déformations s'étendent alors dans un volume de matière plus grand que pour le polycarbonate. Ce qui explique que lorsqu'il y a un bourrelet, celui-ci se forme assez loin de la limite du contact matériau indenteur. Cet exemple montre que dans le cas de matériaux à forte composante élastique, il est délicat de considérer le sommet du bourrelet latéral comme la largeur de contact sous charge. Les duretés estimées expérimentalement sont ainsi environ quatre fois plus faibles que celles calculées par simulation numérique (figure 4.59). La dureté W/A est environ 30 % plus faible que la dureté $H_{s\text{ avant}}$, l'aire de contact arrière est donc environ 30 % de l'aire de contact avant (figure 4.57). Le retour élastique est, comme pour le polycarbonate, situé sur les côtés et dans le fond du sillon, il est plus marqué que pour le polycarbonate (figures 4.51 et 4.57).

D'une manière générale dans le cas des simulations, que l'on se base sur la dureté rayure calculée à partir de l'aire totale ou uniquement de l'aire avant, les valeurs sont plus grandes pour le CR39[®] que pour le polycarbonate et les duretés cône plus élevées que pour la pyramide Berkovich. Les duretés obtenues par simulation, bien qu'élevées pour des polymères, sont cohérentes avec les paramètres rhéologiques introduits.

Un des problèmes récurrent lors de la rayure du CR39[®] avec le cône aigu est l'écart important entre les valeurs expérimentales et les valeurs calculées en simulations. Une des raisons est tout d'abord la sous-estimation de la largeur de contact mesurée expérimentalement, ce qui donne une dureté expérimentale faible et inférieure aux valeurs calculées pour la pyramide Berkovich.

La seconde raison est une mauvaise estimation du coefficient d'érouissage, h_g , liée à une mauvaise connaissance de la forme réelle de l'indenteur. Nous avons donc, pour la rayure avec le cône aigu et pour une vitesse $v=0,2 \mu\text{m/s}$ et $h=500 \text{ nm}$, effectué une simulation avec $h_g=2$, la valeur déterminée au chapitre 3 est $h_g=4,5$. On remarque que les forces normales et tangentielles sont ainsi plus proches des valeurs expérimentales, ce qui devrait être également plus satisfaisant pour les plus fortes pénétrations (figure 4.55). Par contre, les phénomènes élastiques sont moins importants : le bourrelet frontal est plus grand et le retour élastique dans le fond du sillon est plus faible (figure 4.58(b)). Le frottement est paradoxalement plus faible (figure 4.56). La dureté chute de 25 %, ce qui reste néanmoins encore très éloigné de la valeur expérimentale (figure 4.59).

pénétration (μm)	0,5			0,75			1		
vitesse de rayage ($\mu\text{m/s}$)	0,2	2	20	0,2	2	20	0,2	2	20
$A/2$ (μm^2)	0,288	0,303	0,280	0,592	0,569	0,541	0,711	0,708	0,738
$H_s=W/A$ (MPa)	980	969	1034	899	809	859	983	1035	1060
$b/2$ (μm)	0,541	0,533	0,530	0,663	0,654	0,633	0,779	0,781	0,776

TAB. 4.20 – Résultats des simulations numériques de rayage sur le CR39[®] pour le cône aigu.

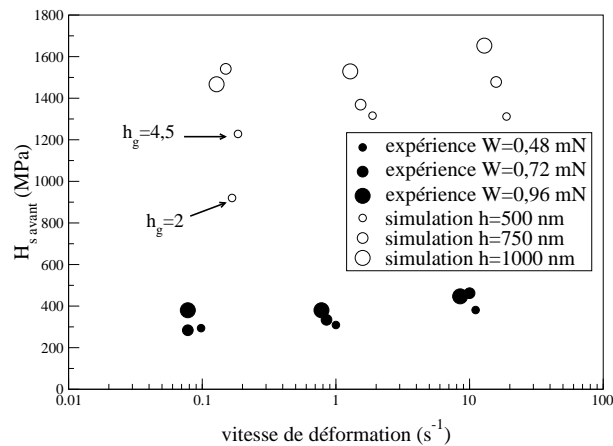


FIG. 4.59 – Dureté rayure calculée sur la face avant en fonction de la vitesse de déformation pour la rayure avec le cône $\theta=30^\circ$, $\rho=600 \text{ nm}$ sur le CR39[®].

4.4 Rayure sur un vernis

4.4.1 Simulations numériques

Dans le chapitre précédent, nous avons identifié la rhéologie de trois vernis déposés sur du CR39[®]. Nous avons montré que cette identification n'est pas très précise, notamment pour l'identification du coefficient d'érouissage, h_g . Le travail présenté ici en rayure est donc exploratoire et nous avons choisi de nous intéresser à un seul vernis, l'oa10. Nous présentons des simulations de rayure avec le cône aigu, pour une pénétration ($h=500 \text{ nm}$) et trois vitesses de rayage ($v=0,2$ et $20 \mu\text{m/s}$), avec les paramètres identifiés au chapitre 3, que nous avons reportés dans le tableau 4.21.

	E (GPa)	ν	m	K (MPa.s ^{-m})	h_g
oa10	3,19	0,4	0,033	138	35

TAB. 4.21 – Paramètres rhéologiques de l’oa10 introduits dans les simulations numériques de rayage, pour un frottement $\mu=0,2$.

L’épaisseur du vernis est de $3,5 \mu\text{m}$, il est déposé sur du CR39[®] qui est un matériau plus mou que le vernis. Le code Forge3[®] n’étant pas un code multimatériaux, nous ne pouvons pas modéliser cet ensemble. En choisissant une hauteur de domaine identique à l’épaisseur du vernis ($3,5 \mu\text{m}$), le modèle de l’ensemble serait équivalent à un vernis déposé sur un substrat dur. Nous avons montré en indentation que le comportement du vernis déposé sur du CR39[®] est plus proche du comportement d’un vernis massif que de celui du vernis déposé sur du verre minéral (chapitre 3, figure 3.34). Nous avons donc choisi une grande hauteur de domaine (dimensions du domaine, voir tableau 4.13), ce qui correspond à des simulations sur un vernis massif. En indentation, pour une simulation sur un vernis massif et pour une pénétration divisée par l’épaisseur du vernis égale à 0,16, la force divisée par la pénétration au carrée est 13 % plus grande que dans le cas où le vernis est déposé sur du CR39[®]. On peut donc s’attendre lors des simulations numériques de la rayure à surestimer les forces.

4.4.2 Résultats et discussions

Contrairement aux simulations sur le CR39[®], les forces ne sont pas bruitées et deviennent constantes après $2 \mu\text{m}$ de longueur de rayage.

Les résultats expérimentaux de rayure obtenus sur l’oa10 sont regroupés dans le tableau 4.22. Le profil de la rayure après le passage de l’indenteur est représenté sur la figure 4.60. L’effet de la visco-élasticité dans le fond du sillon est très marqué : le fond du sillon remonte de 27 % lors des mesures 6 minutes et 90 minutes après le passage de l’indenteur. Le retour élastique est de l’ordre de 95 %. Il n’y a pas de formation de bourrelet latéral, le sillon se rétracte de 10 % environ entre les deux mesures. Il est donc fort probable que la largeur de rayure sous charge soit encore plus grande que celle que l’on mesure après 6 minutes.

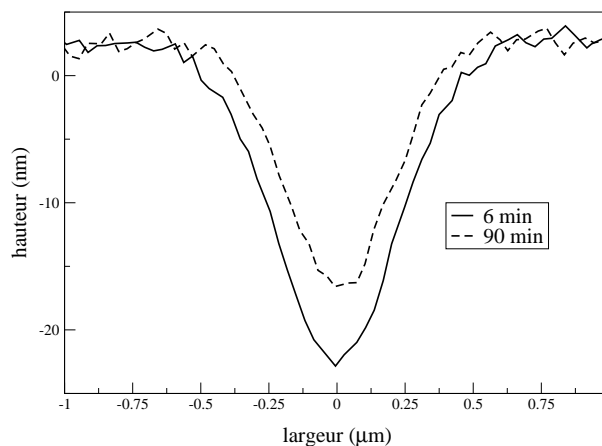


FIG. 4.60 – Profil de rayure expérimental sur l’oa10 avec le cône aigu, $v=2 \mu\text{m/s}$, $W=1 \text{ mN}$.

W (mN)	0,98		
vitesse ($\mu\text{m/s}$)	0,2	2	20
largeur, b (μm)	1,2	1,1	1,05
Ft/W	0,32	0,34	0,37
h (nm)	560	560	505
h _{30s} (nm)	15	40	10
h _{1h30} (nm)	21	16	13
h _b (nm)	3	2,5	1,5
H _{s avant} (MPa)	1733	2062	2264

TAB. 4.22 – Résultats expérimentaux de rayure sur l’oa10 avec le cône $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm.

La matière qui est devant l’indenteur se déforme élastiquement, une dépression se forme devant et sur les côtés de l’indenteur (figure 4.62). Expérimentalement, on observe un léger bourrelet latéral (tableau 4.22) qui est certainement dû à la visco-élasticité de l’oa10, ce dont on ne peut pas rendre compte en simulation. Le matériau se déforme plastiquement lorsqu’il est en contact avec l’indenteur, les valeurs maximales de déformation plastique sont situées sous la pointe de l’indenteur. Les déformations significatives sont de l’ordre de 0,26, soit environ deux fois plus faibles que les déformations induites par le même indenteur sur le CR39[®], pour la même pénétration.

Les vitesses de déformation maximales sont situées au début du contact avec l’indenteur (figure 4.63). Contrairement au polycarbonate, les valeurs sont cinq à dix fois plus faibles que le rapport v/b . Lorsque la part de déformation élastique est grande devant la part de déformation plastique, les vitesses de déformation sont alors plus faibles.

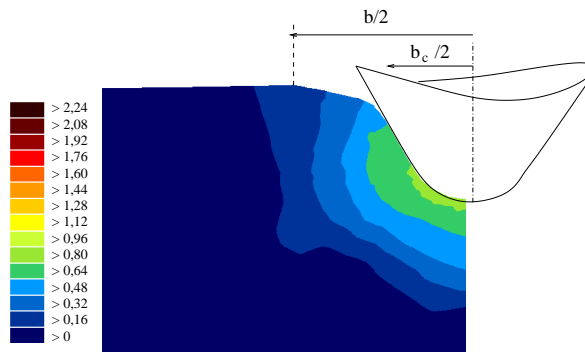


FIG. 4.61 – Carte de déformation plastique équivalente pour le cône aigu pour le CR39[®], vue sous charge en coupe, $v=2$ $\mu\text{m/s}$, $h=1$ μm .

Le frottement apparent mesuré lors des essais augmente lorsque la vitesse de rayage augmente (figure 4.64). Ce résultat, contraire aux évolutions observées sur le polycarbonate et le CR39[®], est également constaté sur les vernis oa5 et oa20. Cet effet de la vitesse sur le frottement apparent est donc bien lié au matériau. Deux phénomènes s’opposent pour ce matériau. D’un côté, lorsque la vitesse augmente, on durcit le matériau et la force tangentielle augmente. De l’autre côté, la pénétration diminue et le retour élastique à l’arrière de l’indenteur augmente. Pour des raisons liées à la géométrie de l’indenteur, tout se passe comme s’il existe une largeur de contact arrière, a' , limite au delà de laquelle le matériau ne peut plus être en contact. Dans

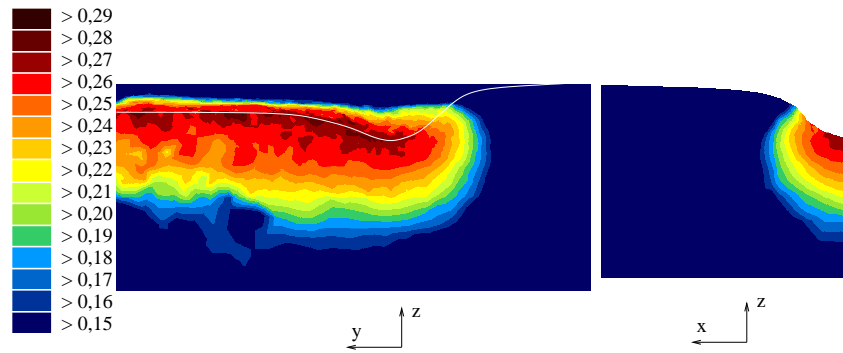


FIG. 4.62 – Carte de déformation plastique équivalente pour l'oa10 et le cône aigu, $v=0,2 \mu\text{m/s}$, $h=0,5 \mu\text{m}$.

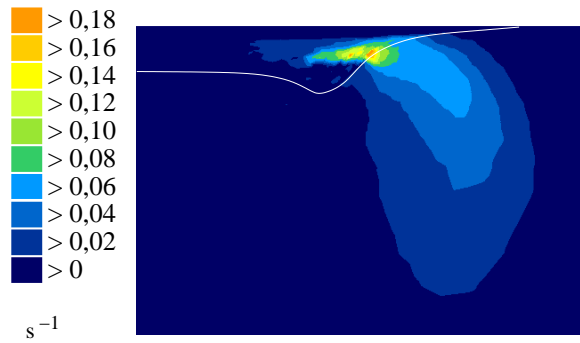


FIG. 4.63 – Carte de vitesse de déformation plastique équivalente pour l'oa10 et le cône aigu, $v=0,2 \mu\text{m/s}$, $h=0,5 \mu\text{m}$.

les simulations numériques, on observe que cette valeur limite est déjà atteinte pour les vitesses $v=0,2 \mu\text{m/s}$, si bien que la valeur de $a' \sim 0,4 \mu\text{m}$ est ensuite constante quelle que soit la vitesse de rayage et l'aire de contact arrière n'évolue plus. Dans le cas du CR39[®], l'aire de contact arrière évolue avec la vitesse puisque a' augmente de $0,30 \mu\text{m}$ à $0,36 \mu\text{m}$ lorsque v passe de $0,2 \mu\text{m/s}$ à $2 \mu\text{m/s}$. Pour l'oa10, c'est donc l'augmentation de la force tangentielle sur la partie avant qui impose l'évolution de la force tangentielle appliquée sur l'indenteur avec la vitesse de rayage. Cette notion de contact élastique maximal sur l'arrière de l'indenteur nous semble une voie pouvant expliquer l'évolution de la force tangentielle et du frottement apparent expérimentaux (figures 4.64 et 4.65(b)). La quasi insensibilité à la vitesse de rayage des grandeurs mécaniques calculées en simulation, s'explique d'après nous par une mauvaise estimation de la sensibilité à la vitesse de déformation, le coefficient m étant probablement sous-estimé. On remarque en effet que l'évolution de la demi-largeur de rayure est inférieure à la taille d'une maille (tableau 4.23). L'augmentation de la dureté avec la vitesse est de 5 % alors qu'expérimentalement elle augmente de 31 %. La simulation numérique montre que les largeurs de contact frontales et latérales (a_f et a_c) sont très proches, l'aire de contact avant (idem pour la dureté) calculée à partir de la largeur de rayure (en simulation $b/2=a_c$) est donc une bonne estimation de l'aire de contact avant.

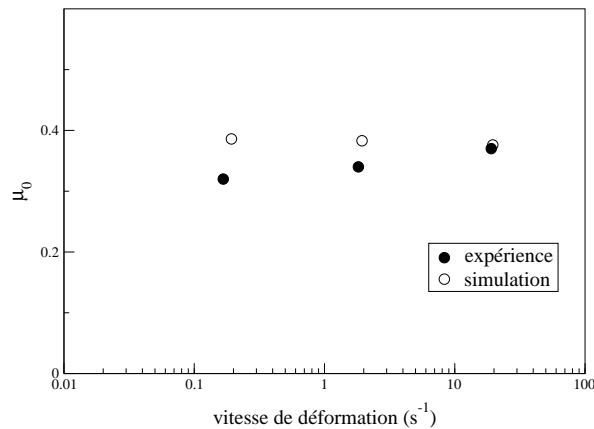


FIG. 4.64 – Frottement apparent en fonction de la vitesse de déformation pour la rayure avec le cône $\theta=30^\circ$, $\rho=600 \text{ nm}$ sur l'oa10.

La valeur théorique du frottement apparent, calculée avec les modèles analytiques sans tenir compte du retour arrière du chapitre 2 section 2.5, avec $\mu=0,2$ et une largeur de rayure de $1 \mu\text{m}$ environ, est de $0,69$, soit deux fois plus élevée que la valeur expérimentale pour $v=0,2 \mu\text{m/s}$. C'est donc le retour élastique très important qui diminue fortement le frottement apparent lié au contact sur la partie avant. La figure 4.68 montre clairement l'importance du retour élastique que l'on calcule en simulation numérique. En simulation numérique le contact arrière a lieu jusqu'à une hauteur de 145 nm environ ($a' \sim 0,4 \mu\text{m}$), le retour final se fait jusqu'à la moitié de la pénétration, soit $h_r \sim 250 \text{ nm}$ (tableau 4.23 et figure 4.67). Les valeurs calculées par simulation, sont proches des valeurs expérimentales et sont plus faibles que les valeurs calculées pour le CR39[®], ce qui traduit très bien la plus forte proportion de déformation élastique pour les vernis (figure 4.64). Les forces normale et tangentielle et la dureté rayure $H_{s\text{ avant}}$ calculées en simulation numérique sont proches des valeurs expérimentales (figures 4.65 et 4.66).

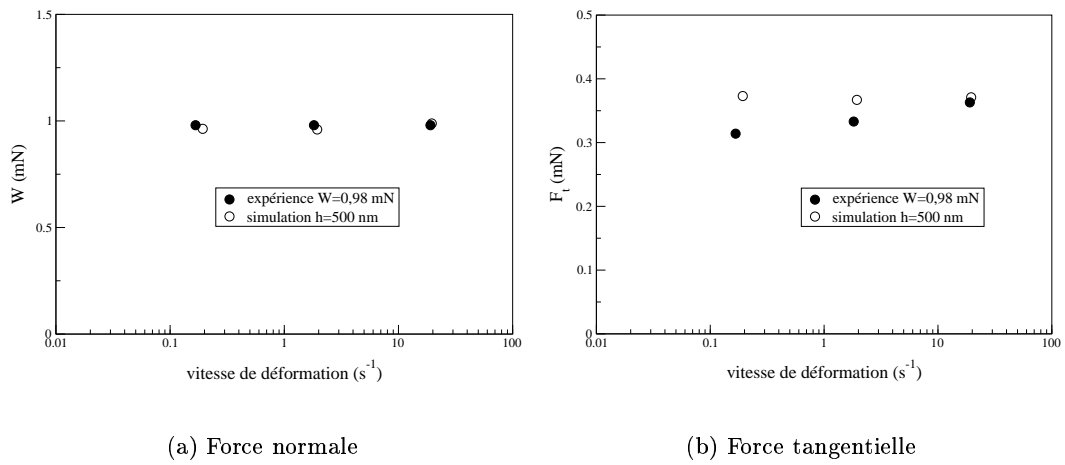


FIG. 4.65 – Force normale et force tangentielle en fonction de la vitesse de déformation pour l'oa10 et pour le cône $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm.

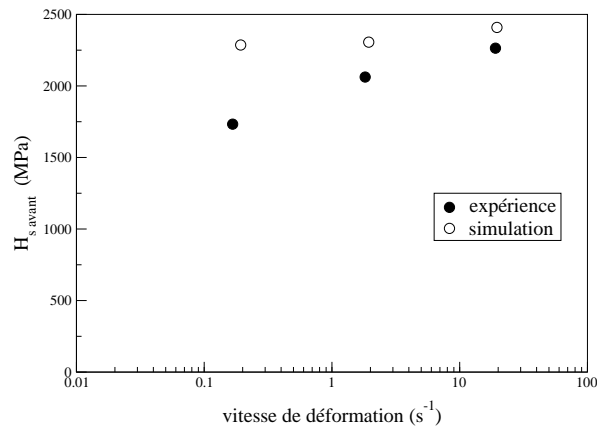


FIG. 4.66 – Dureté rayure calculée sur la face avant en fonction de la vitesse de déformation pour la rayure avec le cône $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm sur l'oa10.

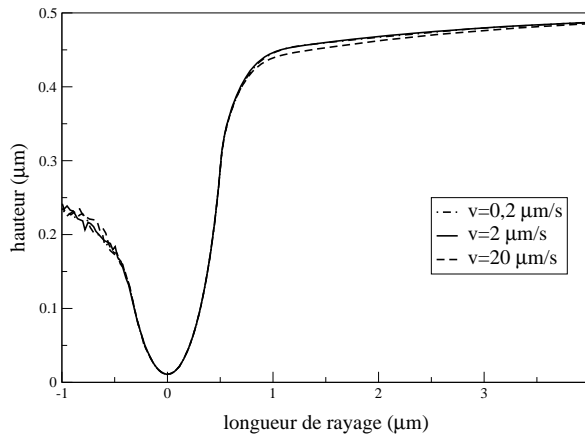


FIG. 4.67 – Profil de rayure en fonction de la vitesse de déformation pour la rayure avec le cône $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm sur l'oa10.

pénétration (μm)	0,5		
vitesse de rayage ($\mu\text{m/s}$)	0,2	2	20
$A/2$ (μm^2)	0,345	0,346	0,344
$H_s=W/A$ (MPa)	1397	1387	1436
$b/2$ (μm)	0,518	0,515	0,511
h_r (μm)	0,227	0,256	0,216

TAB. 4.23 – Résultats des simulations numériques de rayage sur l’oa10 pour le cône aigu.

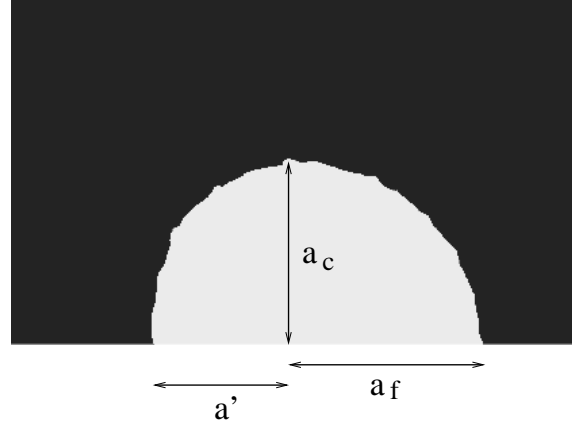


FIG. 4.68 – Aire de contact matériau indenteur pour la rayure avec le cône $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm sur l’oa10, $v=0,2$ $\mu\text{m/s}$.

4.5 Comportement en simulation des trois matériaux

Le polycarbonate, le CR39[®] et l’oa10 sont modélisés par le même type de loi de comportement, seuls les paramètres élastiques et viscoplastiques changent. Bien que la nature des polymères soit différente, le logiciel Forge3[®] peut simuler des comportements relativement différents. On observe en effet pour le polycarbonate un bourrelet frontal très marqué alors que pour l’oa10, une dépression se forme sous charge (figure 4.69). On observe une évolution similaire du frottement apparent (tableau 4.24). Le retour élastique dans le fond du sillon est beaucoup plus important pour l’oa10 que pour le polycarbonate.

Il est fondamental de comprendre que pour limiter la formation de rayures, il faut que le matériau soit à la fois dur et élastique. Ces deux aspects ne sont pas incompatibles, bien au contraire : on observe en effet que l’oa10 est plus de 3 fois plus dur que le polycarbonate et que le retour élastique est 2 fois plus important pour l’oa10 (tableau 4.24). Ces deux types de comportement ont pu être modélisés grâce à l’écroutissage du type exponentiel de la loi de G’Sell Jonas.

Le comportement des matériaux peut être mieux compris à partir de l’évolution du rapport entre la déformation plastique et la déformation élastique, en fonction de la déformation plastique (figure 4.70). La déformation élastique est le rapport entre la contrainte d’écoulement σ_0 et le module d’Young. La contrainte d’écoulement est calculée à partir de la loi de G’Sell Jonas. Pour le polycarbonate et pour les déformations inférieures à 1, la contrainte d’écoulement est relativement constante si bien que la déformation élastique est elle aussi constante : la plasticité est le mode de déformation principal. Pour des déformations supérieures, l’écroutissage

est tel que les déformations élastiques augmentent plus que les déformations plastiques. Le matériau devient ainsi de plus en plus élastique. Pour le CR39[®] et l'oa10, le comportement est similaire, mais le rapport $\varepsilon_p/\varepsilon_e$ atteint des valeurs quatre fois plus faibles et le maximum se situe pour des déformations plastiques inférieures. Il est intéressant de noter que, pour $\varepsilon_p < 0,15$, le comportement de l'oa10 est plus plastique que celui du CR39[®] : ceci est dû au module d'Young de l'oa10 plus élevé que celui du CR39[®].

matériau	polycarbonate	CR39 [®]	oa10
μ_0	0,926	0,646	0,386
$H_s=W/A$ (MPa)	383	980	1397

TAB. 4.24 – Frottement apparent et dureté rayure calculés en simulation avec le cône aigu pour le polycarbonate, le CR39[®] et l'oa10, $v=0,2 \mu\text{m/s}$ et $h=500 \text{ nm}$.

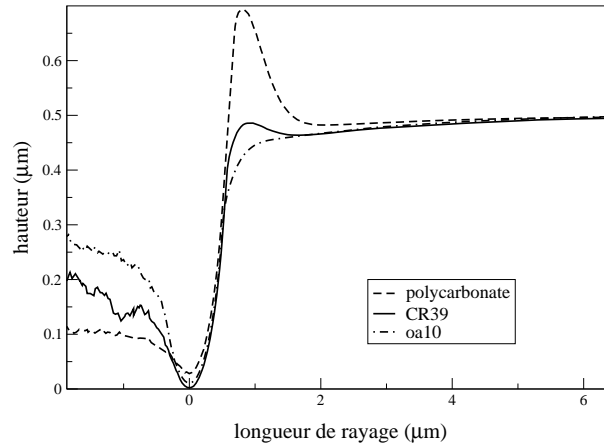


FIG. 4.69 – Profil du bourrelet frontal lors de la rayure avec le cône aigu pour le polycarbonate, le CR39[®] et l'oa10, $v=0,2 \mu\text{m/s}$ et $h=500 \text{ nm}$.

4.6 Dureté normale et dureté rayure

4.6.1 Déformation représentative

Tabor [69] et Johnson [45] proposent une définition de la déformation moyenne lors des essais d'indentation sur des métaux. A cette déformation, on associe une contrainte σ_0 pour laquelle le rapport H_n/σ_0 est inférieur à trois. Nous avons étendu la définition proposée par Johnson [45] pour des indenteurs coniques à des matériaux élastoplastiques sans écrouissage pour les essais d'indentation et de rayure (section 2.3, chapitre 2). Nous allons essayer d'appliquer ces formules à des polymères.

Pour la rayure sur un matériau élastoplastique, la déformation représentative est définie par (section 2.3, Bucaille *et al.* [20]) :

$$\varepsilon_r = 0,151 \log\left(\frac{E}{\sigma_0} \cot \theta\right) \cot \theta \quad X \leq 200, \quad (4.24)$$

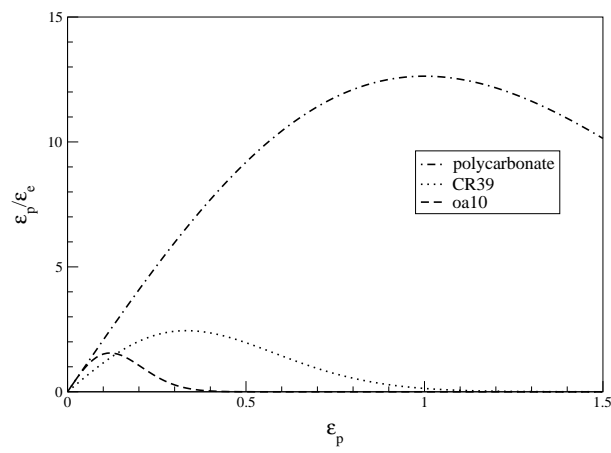


FIG. 4.70 – Rapport entre la déformation plastique et la déformation élastique en fonction de la déformation plastique pour le polycarbonate, le CR39[®] et l'oa10, $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$.

$\cot \theta$ représente le niveau de déformation imposé par un indenteur conique de révolution. Pour un indenteur de forme quelconque, le niveau de déformation est proportionnel à h/a : on remplace $\cot \theta$ par h/a . La contrainte d'écoulement associée à cette déformation est :

$$\sigma_0 = K \dot{\epsilon}^m e^{h_g \epsilon_r^2}. \quad (4.25)$$

Le module d'Young E , la consistance K , la sensibilité à la vitesse de déformation m et la sensibilité à l'écroutissage h_g sont des grandeurs connues pour chaque matériau. A partir de la valeur de la vitesse de déformation que nous expliciterons dans la section suivante, les deux équations précédentes nous permettent donc de déterminer la déformation représentative ϵ_r et la contrainte d'écoulement associée σ_0 .

Pour la rayure du polycarbonate avec la pyramide Berkovich face en avant, les déformations représentatives sont de l'ordre de 0,07 (tableau 4.25). Ces valeurs sont très inférieures aux valeurs des déformations plastiques équivalentes calculées en simulation qui sont supérieures à 1 (figure 4.35). Le rapport entre la dureté rayure et la contrainte d'écoulement varie de 2,34 à 2,14, son évolution avec l'index rhéologique X est cohérente avec l'évolution constatée par Johnson [45] et Bucaille *et al.* [24]. Par contre, pour la rayure du CR39[®], le rapport entre la dureté et la contrainte d'écoulement varie de 4,3 à 3, pour des index rhéologiques inférieurs à 10 (tableau 4.26). Ces valeurs supérieures à 3 ne sont pas cohérentes avec les valeurs communément admises pour des matériaux élastoplastiques. Cette difficulté s'explique comme suit : les domaines de déformation élastique des polymères sont beaucoup plus élevés que ceux des métaux, l'écroutissage des métaux est plus précoce et moins marqué que celui des polymères ; la déformation représentative a été définie pour des domaines de déformation relativement faibles et n'est pas adaptée pour des matériaux avec un écroutissage tardif et très prononcé.

Afin de redéfinir une déformation représentative mieux adaptée aux polymères, on introduit un coefficient multiplicateur correctif, déterminé afin que ϵ_r soit égal à 0,5, valeur proche des déformations plastiques équivalentes calculées en simulation (figure 4.45). Le rapport H_s/σ_0 est ainsi égal à 1,5 pour la rayure sur le CR39[®] pour une vitesse $v=0,1 \text{ } \mu\text{m/s}$.

v ($\mu\text{m/s}$)	1	10	100
v/b (s^{-1})	0,268	2,80	29,2
$H_s=W/A$ (MPa)	223	242	262
ε_r	0,0752	0,0714	0,0676
σ_0 (MPa)	95	108	122
H_s/σ_0	2,34	2,24	2,14
$X=E/\sigma_0 \tan \beta$	11,8	10,4	9,1

TAB. 4.25 – Calcul de la déformation représentative et de la contrainte associée pour la rayure du polycarbonate avec la pyramide Berkovich face en avant.

v ($\mu\text{m/s}$)	0,1	1	10	100
v/b (s^{-1})	0,028	0,312	3,13	31,91
$H_s=W/A$ (MPa)	486	529	539	571
ε_r	0,0663	0,0606	0,0552	0,0498
σ_0 (MPa)	112	135	161	192
H_s/σ_0	4,34	3,93	3,35	2,97
$X=E/\sigma_0 \tan \beta$	8,7	7,3	6,1	5,1

TAB. 4.26 – Calcul de la déformation représentative et de la contrainte associée pour la rayure du CR39[®] avec la pyramide Berkovich face en avant.

$$\varepsilon_r^* = 15 * 0,151 \log\left(\frac{E}{\sigma_0} \cot \theta\right) \cot \theta \quad X \leq 200, \text{ rayure.} \quad (4.26)$$

Pour les deux matériaux, la déformation représentative, l'index rhéologique et le rapport H_s/σ_0 diminuent lorsque la vitesse augmente (tableaux 4.27 et 4.28). Les déformations représentatives du polycarbonate sont voisines de 1 ce qui est en bon accord avec la carte de déformation plastique équivalente de la figure 4.35. L'équation 4.26 semble donc être une bonne définition de la déformation représentative lors de la rayure des polymères.

Le point important de cette section est que la déformation représentative définie par Tabor ne permet pas de rendre compte de l'érouissage intense des polymères, en rayure avec des indenteurs aigus.

v ($\mu\text{m/s}$)	1	10	100
v/b (s^{-1})	0,268	2,80	29,2
$H_s=W/A$ (MPa)	223	242	262
ε_r^*	0,93	0,89	0,85
σ_0 (MPa)	147	160	175
H_s/σ_0	1,52	1,51	1,50
$X=E/\sigma_0 \tan \beta$	7,6	7	6,4

TAB. 4.27 – Déformation représentative calculée avec l'équation 4.26 et contrainte associée pour la rayure du polycarbonate avec la pyramide Berkovich face en avant.

v ($\mu\text{m/s}$)	0,1	1	10	100
v/b (s^{-1})	0,028	0,312	3,13	31,91
$H_s=W/A$ (MPa)	486	529	539	571
ε_r^*	0,5	0,467	0,438	0,408
σ_0 (MPa)	332	353	376	402
H_s/σ_0	1,5	1,5	1,43	1,42
$X=E/\sigma_0 \tan \beta$	3	2,77	2,6	2,4

TAB. 4.28 – Déformation représentative calculée avec l'équation 4.26 et contrainte associée pour la rayure du CR39[®] avec la pyramide Berkovich face en avant.

4.6.2 Vitesse de déformation

Il nous reste à expliciter comment nous avons pris en compte les effets visqueux. Pour des matériaux viscoplastiques, sans écrouissage, nous avons montré que la vitesse de déformation moyenne en indentation est de la forme :

$$\dot{\varepsilon}_i = 0,6 \cot \theta \frac{\dot{h}}{h} = 0,3 \cot \theta \frac{\dot{P}}{P}. \quad (4.27)$$

Cette formule est utilisée pour calculer la vitesse de déformation lors de l'indentation du polycarbonate et du CR39[®], matériaux avec un fort écrouissage. On obtient ainsi :

Pour la pyramide Berkovich, $\dot{\varepsilon}_i = 0,1 * c$, $c = \frac{\dot{P}}{P}$.

Pour le cône aigu, afin de simplifier les calculs on ne prend pas en compte la pointe sphérique : $\dot{\varepsilon}_i = 0,5 * c$.

Lors de la rayure, on choisit la définition proposée par Briscoe *et al.* [16] :

$$\dot{\varepsilon}_s = \frac{v}{b}. \quad (4.28)$$

4.6.3 Dureté

Comme nous l'avons déjà observé dans la section 4.1.2, pour le cône à 30° à pointe sphérique, il se forme un bourrelet lors de la rayure du polycarbonate alors qu'en indentation le matériau plonge sous l'indenteur. Pour le CR39[®] en indentation comme en rayure, il y a une dépression sous l'indenteur (figure 4.71). Cette différence de comportement des deux matériaux en indentation puis en rayure s'explique simplement à partir des cartes de déformation plastique de la figure 4.71 et de la figure 4.70. Les déformations plastiques proches de la pointe de l'indenteur passent de 0,5 à 2 lorsque l'on indente, puis raye le polycarbonate. A la limite du contact matériau indenteur, ces valeurs sont très faibles pour l'indentation et inférieures à 1,5 pour la rayure. On remarque sur la figure 4.70 que pour des déformations plastiques inférieures à 1,5, le rapport entre la déformation plastique et la déformation élastique augmente avec la déformation et atteint une valeur de 13, ce qui explique que l'on passe d'une dépression à la formation d'un bourrelet. Par contre, pour le CR39[®], le rapport $\varepsilon_p/\varepsilon_e$ est au maximum égal à 2,5 ce qui est trop faible pour qu'un bourrelet se forme.

Supposons que le facteur 15 introduit pour définir la déformation représentative en rayure soit également valable en indentation, la déformation représentative serait donc :

$$\varepsilon_r^* = 15 * 0,087 \log\left(\frac{E}{\sigma_0} \cot \theta\right) \cot \theta \quad X \leq 200, \text{indentation.} \quad (4.29)$$

Pour les deux matériaux, les déformations plastiques sont plus élevées et plus étendues pour la rayure que pour l'indentation. Pour le polycarbonate, une pénétration de $0,5 \mu\text{m}$ correspond à une déformation représentative ε_r^* de 1,5 en rayure (équations 4.25 et 4.26). Pour atteindre un tel niveau de déformation en indentation, il faut une pénétration de $1,1 \mu\text{m}$ selon les équations 4.25 et 4.29. Mais pour cette pénétration, les déformations plastiques équivalentes sont encore inférieures à celles de la figure 4.71 pour la rayure, on atteint des valeurs de 1,2. Pour des pénétrations de $2 \mu\text{m}$ ($\varepsilon_r^*=1,65$) en indentation, les cartes de déformation ne sont pas encore du même ordre de grandeur qu'en rayure. Les mêmes remarques sont valables pour le CR39[®]. Cela signifie que l'on ne peut pas atteindre en indentation avec le cône aigu le niveau de déformation que l'on a en rayure pour une pénétration de $0,5 \mu\text{m}$. Par conséquent, le rapport de 1,7 entre le niveau de déformation en rayure et le niveau de déformation en indentation estimé pour des matériaux élastiques parfaitement plastiques (section 2.3, Bucaille *et al.* [20]), est plus élevé pour des matériaux écrouissables : le facteur 15 introduit dans l'expression de la déformation représentative en indentation est certainement excessif.

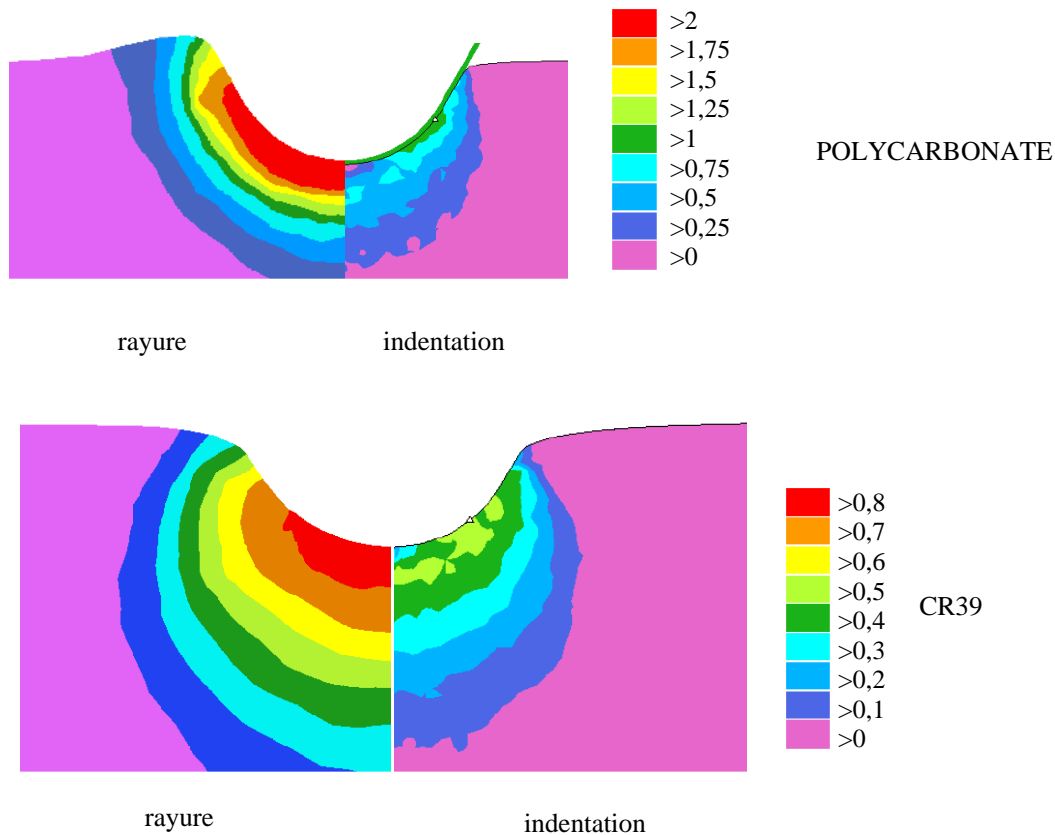


FIG. 4.71 – Déformation plastique équivalente en indentation et en rayure pour le polycarbonate et le CR39[®], pour une pénétration $h=0,5 \mu\text{m}$, en indentation $c=0,1 \text{ s}^{-1}$, en rayure $v=0,2 \mu\text{m/s}$.

A partir des deux sections précédentes, on trace, pour le polycarbonate et le CR39[®], l'évolution de la dureté normale et de la dureté rayure ($H_s=W/A$), en fonction de la déformation représentative (figure 4.72). Ces résultats concernent uniquement la simulation numérique.

Considérons tout d'abord l'évolution de la dureté avec la déformation pour le polycarbonate (figure 4.72(a)). Pour l'indentation avec le cône aigu, la dureté augmente avec la déformation, les duretés rayure sont beaucoup plus élevées, car les vitesses de déformation sont plus grandes qu'en indentation. Bien que les vitesses de déformation soient plus grandes lors de la rayure avec la pyramide Berkovich qu'en indentation avec le cône, les duretés sont plus faibles. La dureté en indentation avec $\theta=70,3^\circ$ pour une vitesse de déformation de $0,01 \text{ s}^{-1}$ est également plus faible que la dureté pour $\dot{\epsilon}=0,0005 \text{ s}^{-1}$. Globalement, les valeurs de dureté sont, tout de même, cohérentes en indentation et en rayure. Les déformations maximales atteintes sont de 1,75 pour des duretés de 500 MPa. On remarque en particulier, que pour $\varepsilon_r=1,3$, la dureté augmente de 200 MPa lorsque la vitesse de déformation est multipliée par 25000.

Pour le CR39[®], les duretés sont beaucoup plus élevées et les niveaux de déformation plus faibles (figure 4.72(b)). L'effet de l'érouissage est ici très marqué et se fait sentir pour les déformations supérieures à 0,5. Les duretés atteignent ainsi des valeurs supérieures à 1000 MPa pour des déformations de 0,6.

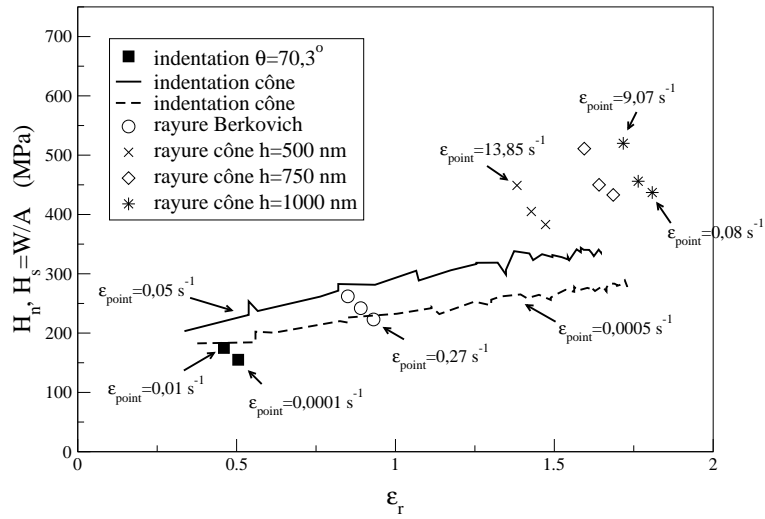
On peut toutefois noter que la figure 4.72 suggère, comme nous l'avons vu précédemment que la déformation représentative en indentation telle qu'elle a été définie pour les polymères est surestimée : le domaine de déformation atteint par indentation serait donc moins étendu que celui décrit en rayure, ce qui impliquerait une incertitude assez forte sur la valeur du coefficient d'érouissage : nous avons en particulier relevé que h_g nous semblait surestimé pour le polycarbonate.

Pour toutes les conditions de sollicitation du polycarbonate, l'index d'indentation varie de 5 à 14 et le rapport entre la dureté et la contrainte d'écoulement augmente de 1 à 2,5 (figure 4.73). Pour le CR39[®], X varie de 1 à 10, et H/σ_0 varie de 0,5 à 1,5. Bien que tous les points ne soient pas superposés, les évolutions sont en bon accord avec les travaux présents dans la littérature.

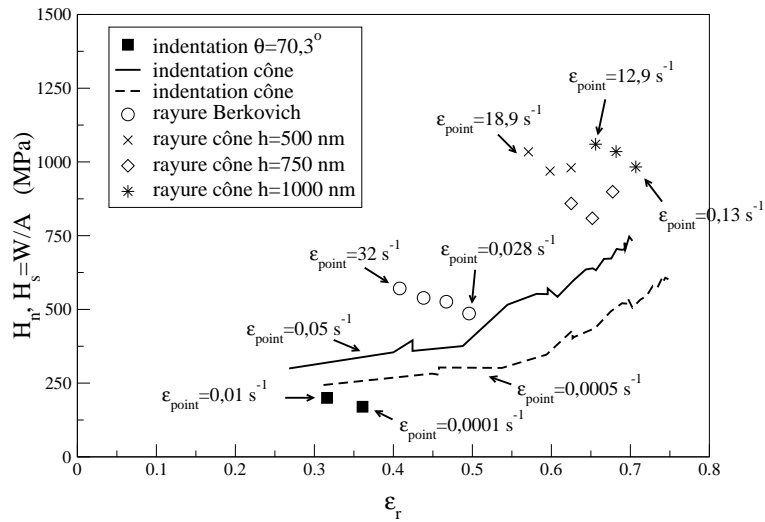
4.7 Conclusions

Dans un premier temps, nous avons précisé les conditions permettant une simulation numérique correcte de l'essai de rayure. Nous avons tout d'abord montré qu'il n'est pas nécessaire de simuler la phase d'indentation qui précède la rayure lors des essais expérimentaux. Le domaine maillé est un parallélépipède rectangle dont les dimensions ont été choisies pour limiter les effets de bord. On retiendra, en particulier, que la largeur doit être au minimum 10 fois plus grande que la largeur de contact, et que la hauteur doit être six fois plus grande que la profondeur de pénétration de l'indenteur. La taille de maille minimale que l'on impose lors des remaillages successifs doit être choisie de façon à décrire finement la zone de contact entre le matériau et l'indenteur et pour avoir des temps de calcul raisonnables. Il semble que 20 noeuds en contact sur une arête de l'indenteur soit un bon compromis entre ces deux critères.

L'article publié dans *Wear* [24] met en évidence l'influence de la part de la déformation élastique sur la déformation totale lors de l'essai de rayure parfaitement lubrifié de matériaux élastiques parfaitement plastiques sans érouissage avec un cône de révolution $\theta=70,3^\circ$. Le mode de déformation du matériau est toujours du type labourage. Le comportement du matériau est

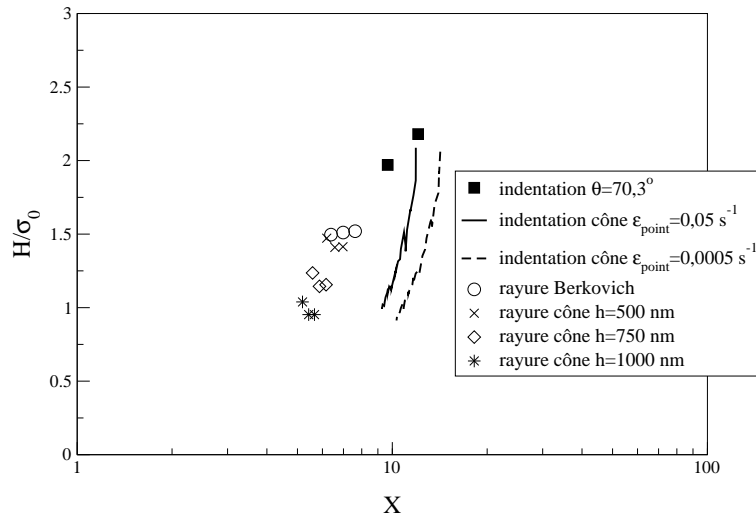


(a) Polycarbonate

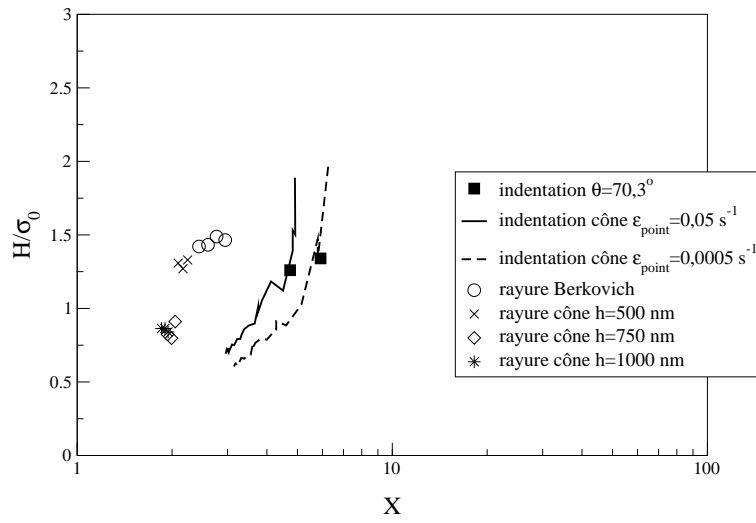


(b) Orma

FIG. 4.72 – Dureté normale et dureté rayure en fonction de la déformation représentative. Résultats de simulation numérique, pour la pyramide Berkovich face en avant et le cône aigu, équations 4.25, 4.26 et 4.29.



(a) Polycarbonate



(b) Orma

FIG. 4.73 – Rapport entre la dureté (normale et rayure) et la contrainte d'écoulement en fonction de l'index d'indentation X , pour la pyramide Berkovich face en avant et le cône aigu.

caractérisé par l'index rhéologique $X=E/\sigma_0 \cot \theta$. A X faible, $X < 20$, la déformation est élastique, le matériau plonge sous l'indenteur et il y a contact sur l'arrière de l'indenteur. A X élevé, il y a formation de bourrelets frontal et latéraux. Les rayons de contact latéraux et frontaux sont sensiblement égaux quel que soit l'index rhéologique, X. L'aire de contact avant est par conséquent bien estimée à partir de la mesure de la largeur de rayure. L'aire de contact arrière peut être estimée avec le modèle analytique du frottement apparent que nous proposons. La forme du bourrelet suggère que l'on déforme plus le matériau en rayure qu'en indentation, bien que l'on note que les duretés rayures et normales soient relativement voisines, car le matériau ne s'écroute pas. Nous avons, enfin, confirmé et étendu la relation entre la géométrie du sillon résiduel et l'index rhéologique, suggérée à partir d'essais expérimentaux avec la pyramide Berkovich arête en avant.

L'outil numérique Forge3[®] que nous avons utilisé est bien adapté pour simuler la rayure des polymères avec la pyramide Berkovich. Par contre, lorsque les déformations sont très importantes (comme cela se reproduit lorsque la partie conique de l'indenteur aigu déforme un matériau peu écrouissable comme le polycarbonate), les forces normales et tangentielles calculées fluctuent beaucoup. Les incertitudes sont alors beaucoup plus grandes.

Nous avons mis en évidence que les comportements en rayure avec une pyramide Berkovich arête en avant et avec le cône de demi-angle $70,3^\circ$ sont relativement voisins (déformations, dureté). La rayure avec la pyramide face en avant déforme beaucoup plus le matériau ce qui se traduit par un bourrelet frontal très marqué (pour le polycarbonate) et une dureté rayure relativement élevée.

Les vitesses de déformation, calculées avec v/b , que l'on atteint expérimentalement en rayure varient entre $0,1 \text{ s}^{-1}$ et 10 s^{-1} . Les niveaux moyens que l'on peut estimer à partir des cartes de vitesse de déformation dépendent de la part de l'élasticité dans la déformation totale. Pour le polycarbonate, le calcul avec v/b est correct ; pour l'ora10 il faut ensuite diviser par un facteur proche de 10. L'identification de la sensibilité à la vitesse de déformation a été faite en indentation pour des rapports \dot{P}/P variant de $0,001 \text{ s}^{-1}$ à $0,1 \text{ s}^{-1}$, ce qui donne des vitesses de déformation de 5 à 10 fois plus faibles, selon l'angle de l'indenteur. Les domaines de vitesse de déformation en indentation et en rayure peuvent donc se recouper sur une décade, mais globalement la zone sollicitée en rayure est deux décades plus élevée qu'en indentation. Toutefois, il semble globalement que l'extrapolation soit correcte lors des simulations sur le polycarbonate et sur le CR39[®], sauf pour la pyramide Berkovich rayant le CR39[®].

Selon la simulation, la rayure avec le cône à 30° à pointe arrondie des polymères se fait par labourage, comme cela est observé expérimentalement. Ce résultat est dû à l'écrouissage des polymères aux déformations élevées. Les simulations de rayure sur le polycarbonate et le CR39[®] avec la pyramide Berkovich face en avant et le cône aigu montrent clairement que ces deux matériaux ont des comportements très différents. Cette différence n'est pas très apparente sur le plan expérimental, notamment lorsque l'on compare les duretés rayure. Néanmoins, pour le polycarbonate, si l'on corrige de 30 % la dureté du polycarbonate, à cause du bourrelet frontal, l'écart est ainsi plus net : il y a en effet formation de bourrelets frontaux et latéraux très marqués avec les deux indenteurs sur le polycarbonate. Pour la rayure avec la pyramide, la dureté rayure (partie avant) calculée à partir de la largeur de rayure est surestimée de 30 % environ, car le bourrelet frontal est plus marqué que le bourrelet latéral. Pour le CR39[®] la déformation est très élastique et le matériau est en dépression sous l'indenteur. Les légers bourrelets que l'on observe expérimentalement semblent donc être dus à la visco-élasticité qui n'est pas modélisée par le code de calcul. La largeur de rayure pour la pyramide (orma et polycarbonate), mesurée expérimentalement, est bien estimée par les calculs, par contre elle nous semble être surévaluée pour la rayure avec le cône aigu, ce qui conduit à des duretés avec le cône plus faibles que les duretés avec la pyramide.

La consistance du polycarbonate semble être surestimée. Pour le CR39[®], les forces calculées par simulation sont assez proches des forces mesurées lors des essais pour la rayure avec la pyramide et avec le cône pour les faibles pénétrations. Par contre, pour les fortes pénétrations et lorsque le niveau de déformation est grand, les forces calculées sont largement supérieures aux forces mesurées expérimentalement. Cet écart s'explique en partie par une mauvaise estimation du coefficient d'érouissage. Les simulations avec un coefficient d'érouissage plus faible montrent que les forces et les duretés sont plus proches des valeurs expérimentales. Le frottement apparent calculé en simulation est représentatif des valeurs que l'on mesure expérimentalement. Ceci montre que le coefficient de frottement que l'on a identifié et que le retour élastique sont du bon ordre de grandeur.

Un des aspects majeur que nous avons mis en évidence dans ce chapitre est l'importance de l'érouissage lors de la rayure de ces polymères. Nous avons vu en particulier, qu'une saturation de l'érouissage, induit un comportement très plastique avec formation d'un copeau en avant de l'indenteur, ce qui n'est pas observé expérimentalement. Une des suites à donner à ce travail est donc d'améliorer d'une part notre connaissance du comportement des matériaux aux grandes déformations et par la suite d'améliorer leur modélisation.

Les simulations numériques avec le cône aigu sur l'oa10 nous ont permis de constater que bien que la rhéologie que l'on a utilisée n'ait pas été déterminée avec une grande précision, les résultats numériques sont proches des résultats expérimentaux, notamment pour la largeur de rayure. La sensibilité à la vitesse de déformation que l'on a identifiée est probablement trop faible par rapport à celles que les résultats expérimentaux montrent.

L'outil numérique a mis en évidence plusieurs points importants :

- Le niveau de déformation plastique est fortement dépendant de la rhéologie du matériau que l'on raye, comme le montre l'étude de matériaux élastiques parfaitement plastiques et de matériaux avec un fort érouissage.
- Pour le polycarbonate, la vitesse de déformation moyenne définie par la formule v/b est, au regard des cartes de vitesse de déformation, du même ordre de grandeur. Pour les matériaux plus élastiques, les vitesses de déformation sont 5 à 10 fois plus faibles.
- Le retour élastique, pour des indenteurs pointus se situe principalement sur les côtés du sillon. Pour les indenteurs avec un rayon de pointe, le retour se fait sur toute la largeur du sillon et augmente lorsque le matériau devient de plus en plus élastique.

Bien que l'outil numérique que nous avons utilisé ne puisse pas modéliser complètement la rhéologie des polymères que nous avons étudiés, nous avons pu reproduire les principales caractéristiques de leur comportement en rayure. Le polycarbonate est un matériau qui se raye facilement et qui laisse des endommagements marqués (bourrelets et sillon résiduels). Le CR39[®] et l'oa10 ont des comportements similaires : les bourrelets résiduels ne sont pas apparents et le retour élastique dans le fond du sillon est relativement important. La modélisation montre clairement que l'oa10 est beaucoup plus résistant à la rayure que le CR39[®], ce qui justifie complètement son emploi comme vernis protecteur. Les différents comportements en rayure peuvent être mieux compris et prédits lorsque l'on trace le rapport entre la déformation plastique et la déformation élastique en fonction de la déformation plastique. Ce rapport doit être supérieur à 10 pour conduire à la formation d'un bourrelet, par contre, pour les valeurs inférieures à 3 le matériau plonge sous l'indenteur.

La déformation représentative que nous avons définie pour des matériaux élastiques parfaitement plastiques n'est pas adaptée aux polymères pour lesquels les déformations sont très grandes. Nous avons donc introduit un facteur multiplicatif de 15, ce qui permet de rendre compte de l'écroutissement du polycarbonate et du CR39[®] lors de l'indentation et de la rayure. Pour ces deux matériaux les duretés en rayure sont beaucoup plus importantes que les duretés normales, car les vitesses de déformation et les déformations sont plus élevées en rayure. Les duretés pour le CR39[®] sont plus grandes que celles du polycarbonate, le mode de représentation que nous avons adopté permet de mettre en évidence l'écroutissement du CR39[®] plus précoce et plus marqué que celui du polycarbonate.

Chapitre 5

Analyse des endommagements en rayure

Table des matières du chapitre

5.1 Rayure du polycarbonate et du CR39®	198
5.1.1 Dureté rayure et pression de contact	198
5.1.2 Contraintes longitudinales et transversales	200
5.1.3 Pression hydrostatique	204
5.2 Influence du frottement	204
5.2.1 Rayure sur le polycarbonate	206
5.2.2 Rayure sur le vernis oa10	208
5.2.3 Synthèse	211
5.3 Rayure d'un métal pour différents angles de cône	211
5.3.1 Géométrie de la rayure	212
5.3.2 Frottement apparent et dureté rayure	212
5.3.3 Déformations et contraintes	213
5.4 Rayure du polycarbonate pour différents indenteurs	214
5.4.1 Etude du profil de rayure	216
5.4.2 Frottement apparent et dureté	217
5.4.3 Contraintes dans le matériau	218
5.4.4 Influence du rayon de pointe	221
5.4.5 Rayure pointe penchée	222
5.5 Conclusions	222

Les simulations de rayure du chapitre précédent, montrent que le code de calcul que nous utilisons, bien que ne pouvant pas rendre compte de toutes les particularités du comportement des polymères, permet de prédire correctement le comportement en rayure des polymères thermoplastiques et thermodurcissables. Le code n'est pas adapté pour prédire la rupture ou la fissuration des matériaux, par contre, par l'observation des cartes de déformation, de contrainte ou encore des profils de rayure, nous pourrions prédire l'endroit où des endommagements sont susceptibles d'apparaître.

Dans une première section, nous reprenons certaines simulations du chapitre précédent pour analyser la rayure du polycarbonate et du CR39[®], en essayant de prédire leur endommagement. Le frottement est un paramètre qui est essentiel lors de l'essai de rayure et un ajout de lubrifiant peut supprimer certains endommagements. Nous avons donc observé l'influence de l'évolution du coefficient de frottement lors de la rayure du polycarbonate et de l'oa10. Une dernière étude sur des matériaux de type métal écroui et sur du polycarbonate avec plusieurs géométries d'indenteurs coniques, nous permet d'observer la différence de comportement entre des matériaux à composante essentiellement plastique et des matériaux élastoplastiques.

5.1 Rayure du polycarbonate et du CR39[®]

Nous avons choisi de comparer les résultats de simulation de rayure du chapitre précédent sur le polycarbonate et le CR39[®] pour une vitesse de rayage $v=0,2 \mu\text{m/s}$, une pénétration $h=0,5 \mu\text{m}$, un frottement $\mu=0,3$, pour la pyramide Berkovich face en avant et l'indenteur conique de révolution $\theta=30^\circ$, $\rho=600 \text{ nm}$. Pour les simulations avec la pyramide, la vitesse de l'indenteur n'est pas la même que celle choisie dans la section 4.3.5 du chapitre 4, où l'on avait des vitesses égales à 0,1 - 1 et 10 $\mu\text{m/s}$. Nous ne nous attarderons pas ici à commenter les valeurs de dureté ou de frottement apparent, nous précisons tout de même que ces grandeurs pour $v=0,2 \mu\text{m/s}$ sont cohérentes avec les résultats des simulations précédentes. Nous nous intéressons ici à des grandeurs telles que la pression de contact, les contraintes longitudinales et transversales et encore la pression hydrostatique.

5.1.1 Dureté rayure et pression de contact

La dureté rayure est une grandeur qui nous permet d'estimer l'ordre de grandeur de la pression de contact qu'exerce l'indenteur sur le matériau. Nous avons vu, dans les chapitres précédents, que cette dureté peut être calculée d'au moins deux façons :

$$H_s = \frac{W}{A}, \quad (5.1)$$

où A est l'aire de contact réelle. Le calcul numérique nous donne directement la valeur de cette aire. Dans le cas où le matériau est en contact avec l'arrière de l'indenteur, il est impossible, par contre, avec les outils expérimentaux dont nous disposons, d'estimer cette aire de contact. Nous utilisons donc une autre définition de la dureté :

$$H_{s \text{ avant}} = \frac{W}{A_{\text{avant}}} \quad (5.2)$$

Cette formule est utilisée, en général, pour des matériaux à forte composante plastique, lorsque le retour élastique est négligeable. Lors de nos essais de rayure sur des polymères, n'ayant pas d'informations sur la valeur de l'aire de contact arrière, nous avons également

utilisé cette définition de la dureté rayure. L'aire de contact avant, A_{avant} , est calculée à partir de la mesure de la largeur du sillon résiduel et de la connaissance de la géométrie de l'indenteur. Nous avons vu que dans le cas de la rayure du polycarbonate avec la pyramide Berkovich face en avant, on sous-estime ainsi l'aire de contact avant de 30 % environ, car le bourrelet frontal est très marqué (figure 4.31, section 4.3, chapitre 4). L'autre hypothèse majeure est que la largeur du sillon résiduel est une bonne estimation de la largeur de contact sous charge.

L'objectif est de comparer les cartes de pression calculées en simulation avec les duretés rayure calculées avec les définitions 5.1 et 5.2. Nous mesurerons également l'importance des pressions sur la partie avant du contact par rapport à celles sur la partie arrière.

	Berkovich		cône	
	pc	CR39 [®]	pc	CR39 [®]
Ft/W	0,696	0,451	0,926	0,646
H_s avant (MPa)	490	622	481	1228
$H_s=W/A$ (MPa)	213	497	383	980

TAB. 5.1 – Résultats obtenus en simulation sur le polycarbonate et le CR39[®] pour la pyramide Berkovich face en avant et le cône de révolution $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm ; $h=0,5$ μm , $v=0,2$ $\mu\text{m/s}$.

Les pressions ne sont pas uniformes sur la zone de contact (figure 5.1). Dans le cas de la pyramide Berkovich, les pressions maximales sont situées près de la pointe et de l'arête de l'indenteur (figure 5.1(a)). Pour l'indenteur avec rayon de pointe, les valeurs maximales sont situées au milieu du quart de disque correspondant à la partie avant du contact (figure 5.1(b)). Les pressions sont ainsi décroissantes et les valeurs minimales sont sur la limite du contact entre la matière et l'indenteur. La conséquence principale est que pour la pyramide Berkovich, les pressions de contact sont similaires sur la partie avant et la partie arrière ; alors que pour l'autre indenteur, les pressions sur la partie arrière sont beaucoup plus faibles que sur la partie avant.

Dans cette section et dans ce chapitre en général, nous définissons à partir des cartes de pression une valeur limite (ou significative) à partir de laquelle on estime que les pressions qui lui sont supérieures s'appliquent sur une partie significative de l'aire de contact. Cette valeur limite est subjective, par exemple, pour la rayure avec la pyramide sur le polycarbonate, sa valeur est de 350 MPa (figure 5.1(a)). La dureté rayure H_s avant=490 MPa (tableau 5.1) pour le polycarbonate n'est donc pas représentative de la pression de contact sous charge. Ceci est principalement dû au bourrelet frontal très prononcé qui n'est pas pris en compte dans le calcul de l'aire de contact avant, et donc surestime H_s avant. Si on applique un facteur de 0,7, tenant compte d'une erreur de 30 % sur l'estimation de l'aire de contact avant, on obtient une dureté de 343 MPa, ce qui est cohérent avec la valeur limite observée sur la figure 5.1(a).

Par contre, pour la rayure avec l'indenteur conique sur le polycarbonate, le gradient de pression est plus faible que sur le CR39[®], les pressions significatives pour le polycarbonate et le CR39[®] sont de 500 MPa et de 1100 MPa (figure 5.1(b)). La dureté H_s avant peut être considérée comme une bonne approximation de la pression de contact, pour le polycarbonate, car l'aire de contact arrière est relativement faible et les pressions de contact y sont plus faibles que sur la partie avant. Pour le CR39[®], l'aire de contact arrière est plus importante, on calcule donc une dureté avant de 622 MPa, pour la pyramide et de 1228 MPa, pour le cône, ce qui est supérieur aux valeurs significatives de 560 MPa et de 1100 MPa. Pour ce matériau, il est important de tenir compte de l'aire de contact arrière, afin d'avoir une bonne estimation de la pression de contact.

Pour résumer, pour des indenteurs avec des parties anguleuses, les pressions sur l'arrière sont du même ordre de grandeur que celles sur l'avant, bien que le contact soit la conséquence de l'élasticité du matériau. L'aire de contact arrière est importante pour des matériaux très élastiques, comme le CR39[®]. Il est donc important de calculer la dureté avec l'aire de contact réelle pour ces matériaux, et à plus forte raison pour la rayure avec la pyramide. Alors qu'à l'opposé, lors de la rayure du polycarbonate avec le cône, l'aire de contact arrière n'est pas à prendre en compte absolument. Pour ce type de matériau, pour lequel la part de la déformation plastique est plus élevée, il faut tenir compte du fait que le "rayon" de contact avant est supérieur au "rayon" de contact latéral (écart de 30 % sur l'aire de contact avant pour la pyramide et de 10 % pour le cône).

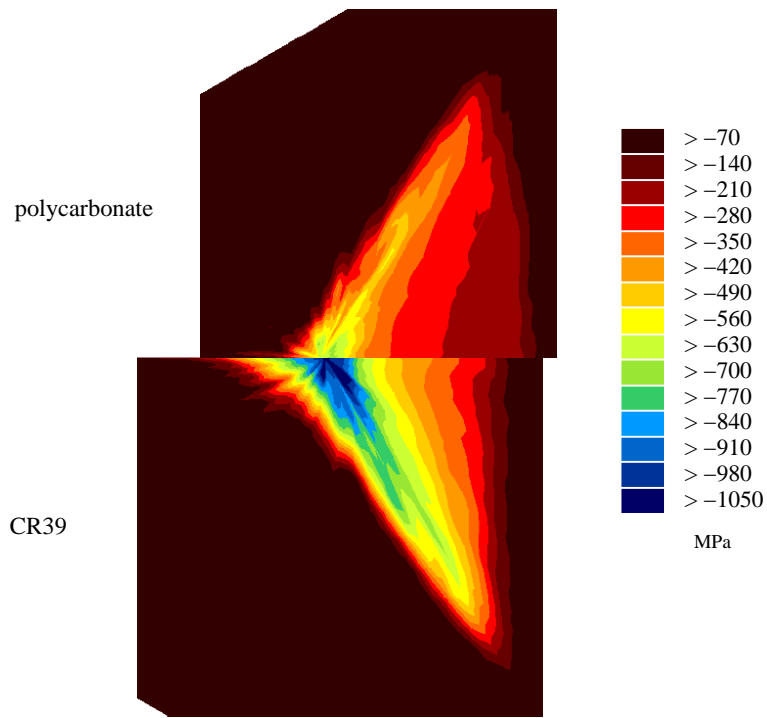
5.1.2 Contraintes longitudinales et transversales

Nous avons représenté les contraintes longitudinales dans le plan de symétrie de la rayure (figure 5.2). Lors de la rayure du polycarbonate avec la pyramide face en avant, les contraintes les plus élevées sont situées dans le fond sur sillon, à l'arrière de l'indenteur et sont des contraintes de traction, l'ordre de grandeur est de 300 MPa environ. Pour la rayure du CR39[®] avec la pyramide, les contraintes de traction sont deux fois plus faibles ; les contraintes les plus élevées sont essentiellement compressives en avant de l'indenteur près de la pointe : 450 MPa. Les essais de rayure avec la pyramide ne montrent pas d'endommagement.

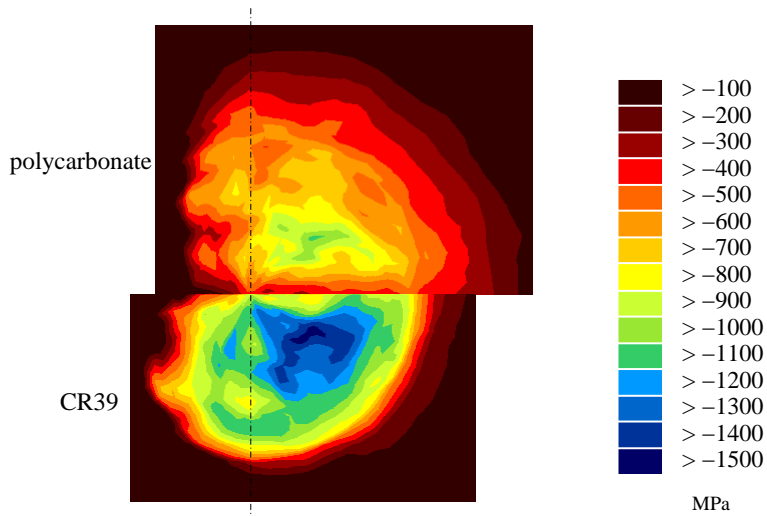
Pour la rayure avec le cône, le comportement est similaire, bien que les valeurs des contraintes soient beaucoup plus élevées. On observe en effet, des contraintes de traction pour le polycarbonate de l'ordre de 1000 MPa (800 MPa pour le CR39[®]) et des contraintes de compression de 360 MPa, pour le polycarbonate et de 700 MPa, pour le CR39[®]. On remarque donc que le mode d'écoulement de la matière, qui est différent pour les deux matériaux, est susceptible d'engendrer des endommagements différents.

Dans le cas de la rayure avec la pyramide, les contraintes sont relativement faibles (2 ou 3 fois la contrainte d'écoulement au plateau) ; par contre, pour la rayure avec le cône les valeurs sont élevées pour des polymères. La surestimation du coefficient d'écrouissage, h_g , dont l'influence se fait sentir surtout avec l'indenteur conique est une cause probable de ces valeurs élevées. Nous devons noter, tout de même, que les endommagements peuvent se produire lors de la rayure avec le cône et apparaîtront dans le fond du sillon. On observe d'ailleurs, lors d'essais avec un indenteur conique, des fissures dans le fond du sillon, pour la rayure du polycarbonate (figure 5.5(a)). D'après les résultats de nos simulations, et pour des faibles pénétrations, il est plus probable que le CR39[®] soit endommagé d'abord dans le volume. Les essais sur le CR39[®] pour des pénétrations de plus de 10 fois supérieures au défaut de pointe montrent, par contre, des fissures sur les côtés du sillon et convexes par rapport à la direction de rayage (figure 5.5(b)). Les simulations pour une pénétration de 1 μm tendent à montrer que lorsque la pénétration augmente, les contraintes de traction maximales se déplacent vers les côtés du sillon (figure 5.2(c)). Cette tendance est confirmée par les résultats de la section 5.4, où pour des indenteurs aigus sans défaut de pointe, les endommagements se situent sur les côtés du sillon. Il est donc possible que pour ce même indenteur, pour des pénétrations importantes lors des simulations, les endommagements se décalent vers les côtés du sillon. De telles simulations, à des pénétrations encore plus grandes nécessitent beaucoup de remaillage qui sont la source de problèmes de convergence du code de calcul et n'ont pas pu être réalisées.

Les contraintes transversales sont plus faibles que les contraintes longitudinales (figure

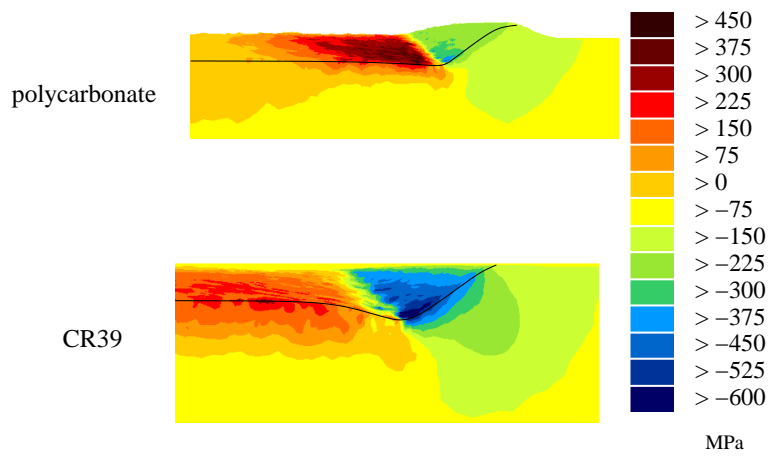


(a) Pyramide Berkovich

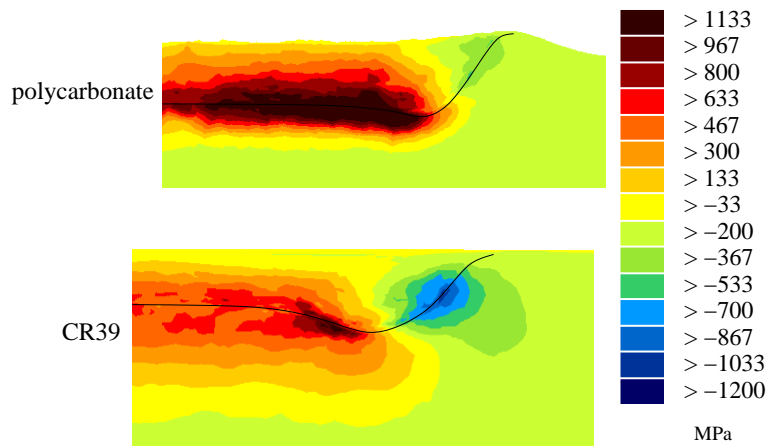


(b) Cône, $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm

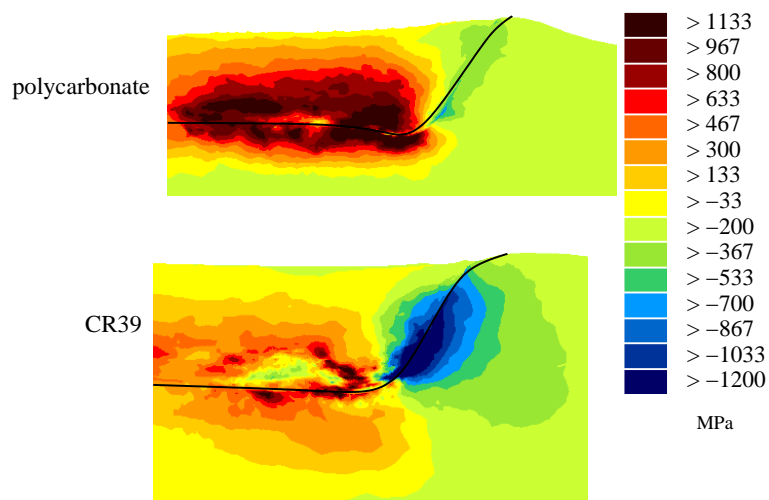
FIG. 5.1 – Contraintes normales au contact, rayure du polycarbonate et du CR39[®], $h=0,5 \mu\text{m}$, $v=0,2 \mu\text{m/s}$.



(a) Pyramide Berkovich, face en avant

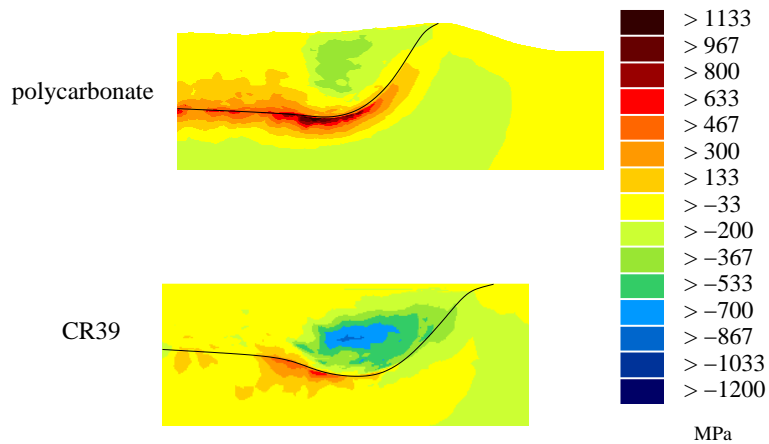


(b) Cône, $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm, $h=0,5$ μm

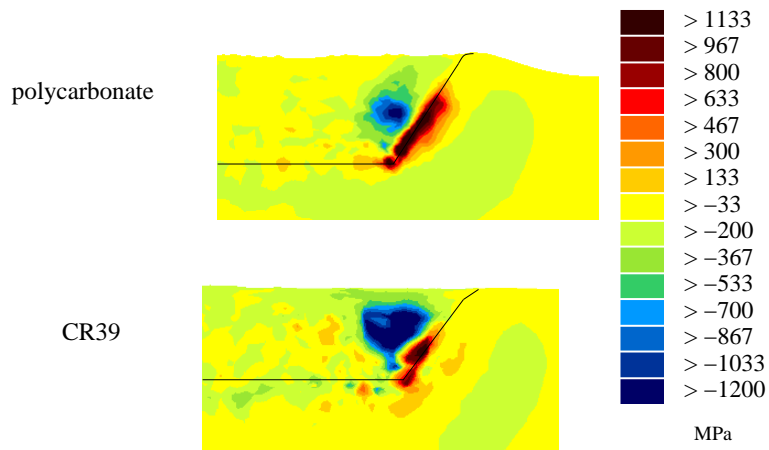


(c) Cône, $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm, $h=1$ μm

FIG. 5.2 – Contraintes longitudinales, rayure du polycarbonate et du CR39[®], $v=0,2$ $\mu\text{m/s}$.



(a) Cône, $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm, $h=0,5$ μm



(b) Cône, $\theta=30^\circ$, $\rho=0$ nm, $h=0,5$ μm

FIG. 5.3 – Contraintes transversales, rayure du polycarbonate et du CR39[®], $v=0,2$ $\mu\text{m/s}$.

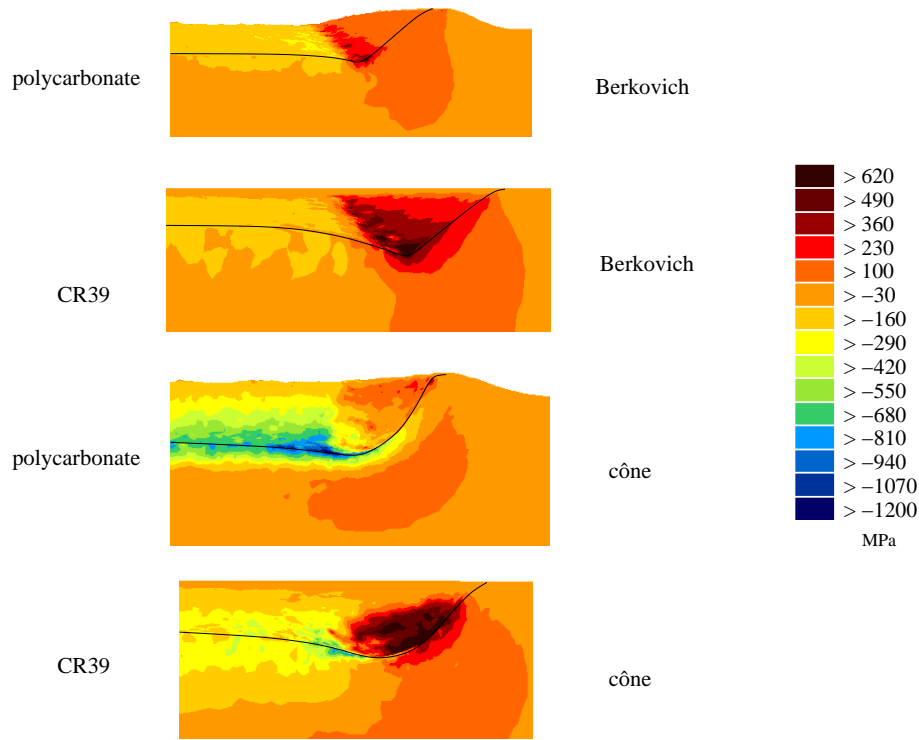


FIG. 5.4 – Carte de pression hydrostatique, rayure du polycarbonate et du CR39®.

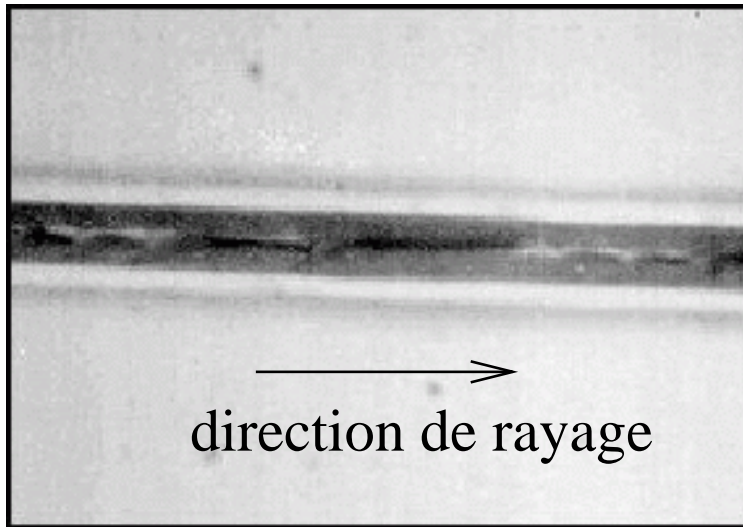
5.3). Les valeurs maximales sont situées dans le fond du sillon pour la rayure avec l'indenteur avec un défaut de pointe. Pour l'indenteur parfaitement pointu, les contraintes de traction maximales sont à l'avant de l'indenteur et sont de l'ordre de 1000 MPa. Globalement les contraintes longitudinales sont la cause la plus probable des fissures susceptibles d'apparaître.

5.1.3 Pression hydrostatique

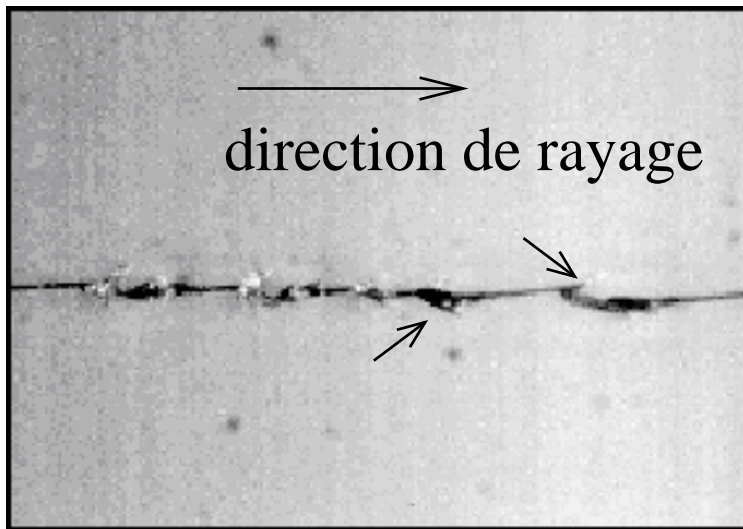
Pour la rayure sur le polycarbonate, la pression hydrostatique en avant de l'indenteur est positive et de l'ordre de 200 MPa pour la pyramide et de 100 MPa pour le cône (figure 5.4). Ces valeurs sont légèrement supérieures aux valeurs que l'on observe en indentation avec des indenteurs similaires (figure 3.14, chapitre 3). Pour le CR39®, les pressions sont plus élevées, mais également semblables pour les deux indenteurs : 400 MPa environ. Par contre, les pressions à l'arrière de l'indenteur dépendent du type de matériau et également de l'indenteur : les pressions sont négatives et plus grandes lors de la rayure avec le cône.

5.2 Influence du frottement

Le coefficient de frottement a été déterminé dans le chapitre 2 à partir de la mesure expérimentale et de la modélisation du frottement apparent. Nous avons supposé que ce coefficient est indépendant de la déformation et de la vitesse de déformation. Nous nous intéressons dans cette section à l'influence du frottement sur le comportement en rayure. Pour les deux matériaux (polycarbonate et oa10) que nous considérons ici, nous avons choisi de simuler l'essai de rayure avec l'indenteur de révolution de demi-angle 30° et de rayon de pointe 600 nm, avec une pénétration $h=0,5 \mu\text{m}$ et une vitesse $v=0,2 \mu\text{m/s}$. Les caractéristiques des calculs numériques



(a) Polycarbonate



(b) Orma

FIG. 5.5 – Rayure expérimentale sur le CR39[®] et le polycarbonate avec un indenteur conique $\theta=30^\circ$, $\rho=1 \mu\text{m}$, $W=25 \text{ mN}$, image obtenue en microscopie optique avec un grossissement de 800.

(rhéologie, taille du domaine, ...) sont les mêmes que celle des sections 4.3 et 4.4, chapitre 4.

5.2.1 Rayure sur le polycarbonate

La rhéologie du polycarbonate a été déterminée en indentation pour un coefficient de frottement de Coulomb de 0,3. Nous choisissons ici de faire varier le frottement de Coulomb de 0 - 0,1 - 0,2 - 0,3.

Lorsque le frottement augmente, la matière qui est au contact avec l'indenteur s'écoule moins facilement, ce qui a pour conséquence d'augmenter la taille du bourrelet frontal : la hauteur du bourrelet frontal augmente de 13 % lorsque μ augmente de 0 à 0,3 (figure 5.6). Par contre, l'évolution de la largeur de rayure et de la hauteur du bourrelet latéral avec le frottement est inférieure à la taille d'une maille, et est donc considérée comme négligeable. Le frottement modifie l'écoulement de la matière uniquement sur la partie avant du contact matériau indenteur. De plus, le retour élastique dans le fond du sillon n'est pas modifié lorsque le coefficient de frottement augmente, la hauteur dans le fond du sillon est inférieure à 20 % de la pénétration totale. L'aire de contact sous charge augmente donc faiblement (6 %) lorsque μ augmente de 0 à 0,3, cette augmentation est due à l'augmentation de la taille du bourrelet frontal. La géométrie du sillon résiduel n'est donc pas affectée par une modification du coefficient de frottement.

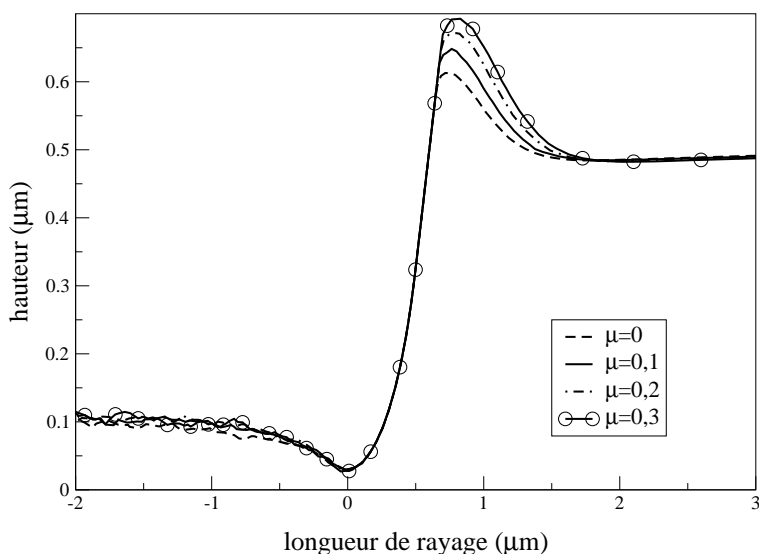


FIG. 5.6 – Profil de rayure pour le polycarbonate en fonction du frottement, $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm, $h=0,5$ μm , $v=0,2$ $\mu\text{m/s}$.

Par contre, les forces normales et tangentielles sont très influencées par la valeur du coefficient de frottement (tableau 5.2). La force tangentielle augmente de 130 % lorsque μ augmente de 0 à 0,3. L'augmentation de la force normale est plus faible (20 %) ce qui implique que l'angle de la cission de frottement, en un point donné, avec le plan horizontal est relativement faible, si bien que sa contribution à la résultante normale est faible. Pour une même variation de μ , le frottement apparent double presque (figure 5.7). Le calcul du frottement apparent avec une modélisation analytique sans prise en compte du contact sur l'arrière de l'indenteur, pour $\mu=0$, met en évidence un écart de 60 % avec la valeur calculée en simulation (0,505 pour la simulation et 0,81 pour la modélisation). Cette différence est principalement due à la part du frottement apparent sur l'arrière de l'indenteur. L'écart entre le calcul analytique et le calcul numérique

s'atténue sensiblement ensuite lorsque μ augmente, car d'une part, l'hypothèse supposant que la cission de frottement est horizontale que l'on fait dans le modèle analytique n'est pas entièrement vérifiée et d'autre part on doit également prendre en compte la composante adhésive de frottement apparent sur la partie arrière de l'indenteur.

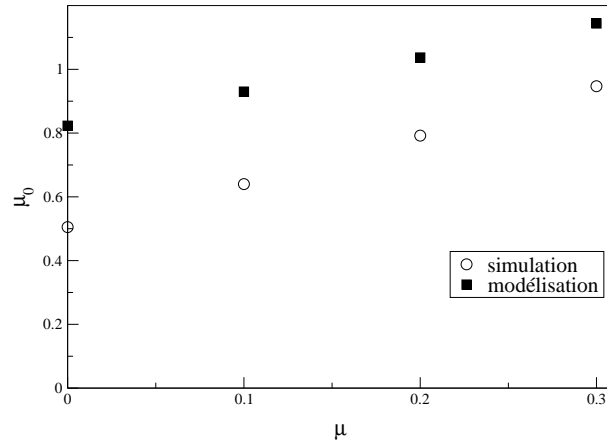


FIG. 5.7 – Evolution du frottement apparent pour la rayure du polycarbonate avec le coefficient de frottement, simulation numérique et modélisation analytique sans contact arrière, $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm, $h=0,5$ μm , $v=0,2$ $\mu\text{m/s}$.

μ	0	0,1	0,2	0,3
W (mN)	0,346	0,375	0,405	0,425
Ft (mN)	0,175	0,240	0,320	0,400
Ft/W	0,505	0,640	0,792	0,926
$H_{s\text{ avant}}$ (MPa)	394	419	455	481
$H_s=W/A$ (MPa)	321	348	363	383

TAB. 5.2 – Résultats obtenus en simulation sur le polycarbonate en fonction du coefficient de frottement de Coulomb, $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm, $h=0,5$ μm , $v=0,2$ $\mu\text{m/s}$.

La largeur de rayure étant constante lorsque μ augmente, c'est la force normale qui va imposer son évolution à la dureté rayure : $H_{s\text{ avant}}$ augmente ainsi de 20 % lorsque μ augmente de 0 à 0,3 (tableau 5.2). Le bourrelet frontal augmente avec μ , la dureté rayure définie par le rapport entre la force normale et l'aire de contact augmente donc moins. $H_s=W/A$ est environ 20 à 25 % plus faible que $H_{s\text{ avant}}$, les rayons de contact frontaux et latéraux étant sensiblement identiques, la différence est due principalement à l'aire de contact arrière. L'influence du frottement est encore plus nette lorsque l'on observe les cartes de pression normale (figure 5.9(a)). En effet, sans frottement, les pressions les plus élevées sont de l'ordre de 500 MPa, alors que pour $\mu=0,3$, on passe à des valeurs de 800 MPa. Ces valeurs élevées pour un polycarbonate sont principalement situées sur la zone avant du contact, les valeurs sur l'arrière étant égales à 500 MPa environ. La dureté rayure ($H_s=W/A$ ou $H_{s\text{ avant}}$) calculée à partir de la force normale ne permet pas de rendre suffisamment compte de l'influence du frottement. On peut également définir une dureté en rayure en faisant intervenir la force tangentielle :

$$H_t = \frac{Ft}{A_t}, \quad (5.3)$$

où A_t est l'aire de contact sur l'avant de l'indenteur projetée dans le plan xz. Cette définition présente deux avantages majeurs :

- Pour calculer A_t , il suffit de connaître la largeur limite de contact matériau indenteur. La connaissance de l'aire de contact arrière n'est pas nécessaire.
- Par l'intermédiaire de la force tangentielle, on fait intervenir la cission de frottement, même si celle-ci est horizontale.

Par contre, on ne tient pas compte des phénomènes élastiques qui peuvent survenir en arrière de l'indenteur. La dureté tangentielle, H_t , varie de 363 MPa à 838 MPa pour $\mu=0$ à $\mu=0,3$. Bien que la valeur de 363 MPa soit plutôt faible et la valeur 838 MPa soit relativement élevée, au regard des cartes de pression normale, l'évolution de cette dureté est très représentative de l'évolution de la pression normale et de l'augmentation de la déformation plastique (figure 5.10).

Les contraintes de compression, dans la direction de rayage sont relativement faibles (300 MPa au maximum, figure 5.9(b)). Par contre, les contraintes de traction maximales sont voisines de 800 MPa et 1200 MPa, pour $\mu=0$ et $\mu=0,3$ et sont situées dans le fond du sillon. Ces valeurs élevées pour un polycarbonate, pour une pénétration aussi faible, sont probablement surestimées en raison d'une mauvaise estimation du coefficient d'écroutissage. Ces résultats de simulation indiquent que lors de la rayure d'un polycarbonate, on risque de faire apparaître des fissures dans le fond du sillon, l'ajout d'un lubrifiant a pour incidence de limiter l'apparition de ces fissures. Expérimentalement, lorsque les conditions de rayage deviennent sévères ($h > 1,5 \mu\text{m}$), on voit effectivement apparaître des fissures dans le fond du sillon (figure 5.5(a)).

5.2.2 Rayure sur le vernis oa10

En pratique, les vernis sont recouverts d'une fine couche d'un anti-reflet et d'un revêtement hydrophobe, son action mécanique est faible, par contre elle modifie la nature du contact et change le frottement. Il est donc particulièrement intéressant de regarder l'influence du coefficient de frottement de Coulomb sur les endommagements. Dans nos simulations, le frottement de Coulomb varie de 0 - 0,05 - 0,1 - 0,15 - 0,20 ; la valeur de 0,2 correspondant à la valeur à laquelle la rhéologie a été identifiée.

Le frottement a très peu d'influence sur la force normale ($W=0,96 \text{ mN}$), par contre la force tangentielle augmente de 0,14 mN à 0,37 mN lorsque le coefficient de frottement passe de 0 à 0,2 (figure 5.8(a)). La contribution de la cission de frottement sur la force normale est donc très faible, ce qui implique que la cission de frottement est localement horizontale. L'orientation de la cission de frottement est également confirmée par l'évolution du frottement apparent avec le coefficient de frottement (figure 5.8(b)). En effet, nous avons utilisé le modèle du frottement apparent avec retour élastique présenté dans le chapitre 2, section 2.5.5, où la cission de frottement est supposée horizontale. L'influence du coefficient de frottement sur l'aire de contact et sur la géométrie de la rayure étant négligeable, nous avons mesuré les angles de contact arrière et avant pour en déduire, à partir des modèles analytiques, la valeur du frottement apparent, pour chaque μ . Pour un frottement nul, on remarque que le frottement apparent calculé par le modèle est supérieur au frottement apparent issu du calcul numérique. On attribue cette différence à une mauvaise modélisation de la géométrie de l'aire de contact : la surface de contact arrière n'est pas complètement circulaire, hypothèse utilisée dans le modèle analytique. L'influence de la partie adhésive calculée par le modèle reflète parfaitement ce que l'on observe en simulation : le modèle impose une augmentation de μ_0 de 0,056 lorsque le

coefficient de frottement augmente de 0,05, ce qui correspond parfaitement à l'augmentation observée lors des calculs. La modélisation de la composante adhésive du frottement apparent est donc bien adaptée aux simulations numériques. Une identification de μ pour ces pénétrations donne une valeur de μ égale à 0,05, ce qui est largement sous-estimé. Il est donc important d'identifier μ pour des faibles pénétrations, lorsque la composante de labourage est négligeable.

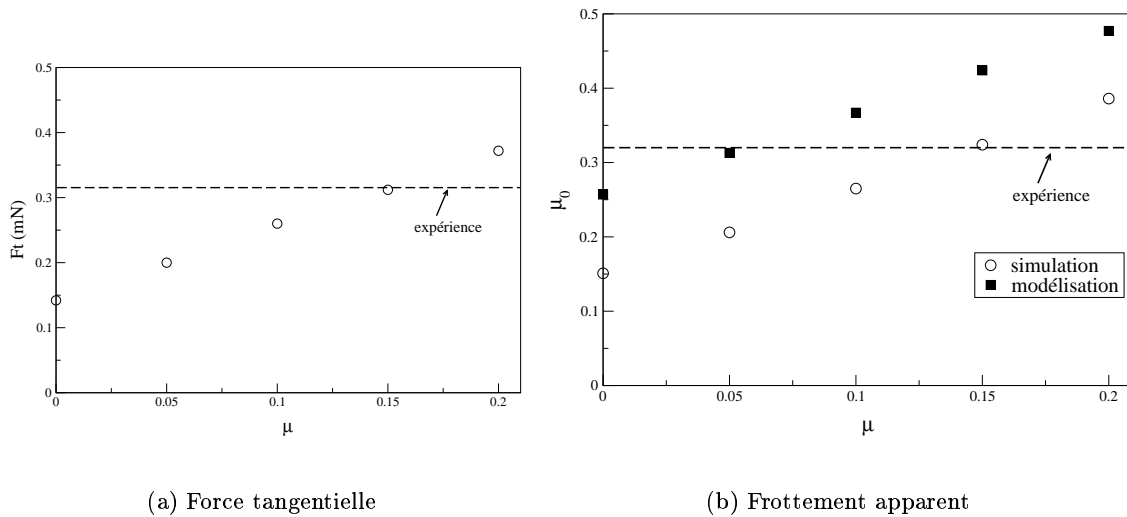


FIG. 5.8 – Force tangentielle et frottement apparent en fonction du coefficient de frottement de Coulomb pour l'oa10 et pour le cône $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm.

La force tangentielle et le frottement apparent obtenus en simulation numérique avec $\mu=0,15$ coïncident avec les résultats expérimentaux. Cette valeur est proche de la valeur de 0,2 pour laquelle nous avons identifié la rhéologie. Les résultats expérimentaux et de simulation du chapitre précédent sont identiques (F_t et μ_0) pour une vitesse de $20 \mu\text{m/s}$, avec $\mu=0,2$.

L'aire de contact sous charge est identique quel que soit le coefficient de frottement, les valeurs de dureté $H_{s\text{ avant}}$ et $H_s=W/A$ sont de l'ordre de 2250 MPa et de 1375 MPa. On sous-estime de 64 % environ l'aire de contact lorsque l'on estime la dureté avec uniquement l'aire de contact avant. Comme nous l'avons précisé dans la section 5.1, la pression de contact arrière est légèrement plus faible que celle sur l'avant ; par contre, pour ce matériau très élastique, l'aire de contact arrière est du même ordre de grandeur que l'aire de contact avant (figure 5.11(a)). La dureté calculée sur la partie avant est, par conséquent, supérieure aux pressions de contact, la dureté $H_s=W/A$ donne une valeur plus représentative des pressions normales au contact matériau indenteur. L'augmentation du frottement à l'interface a pour conséquence d'augmenter sensiblement la pression de contact : les zones de pression supérieures à 2000 MPa sont plus étendues.

Les contraintes longitudinales sont compressives sous l'indenteur les maxima sont de -1400 MPa (figure 5.11(b)). A l'arrière de l'indenteur, les contraintes de traction sont situées dans le fond du sillon et sont relativement faibles : 200 MPa, pour $\mu=0$. Le frottement augmente ces contraintes qui peuvent atteindre 400 MPa. Ces cartes suggèrent, contrairement au polycarbonate, que les endommagements susceptibles d'apparaître seront des fissures ou des bandes de compression convexes par rapport à la direction de rayage et localisées dans le fond du sillon.

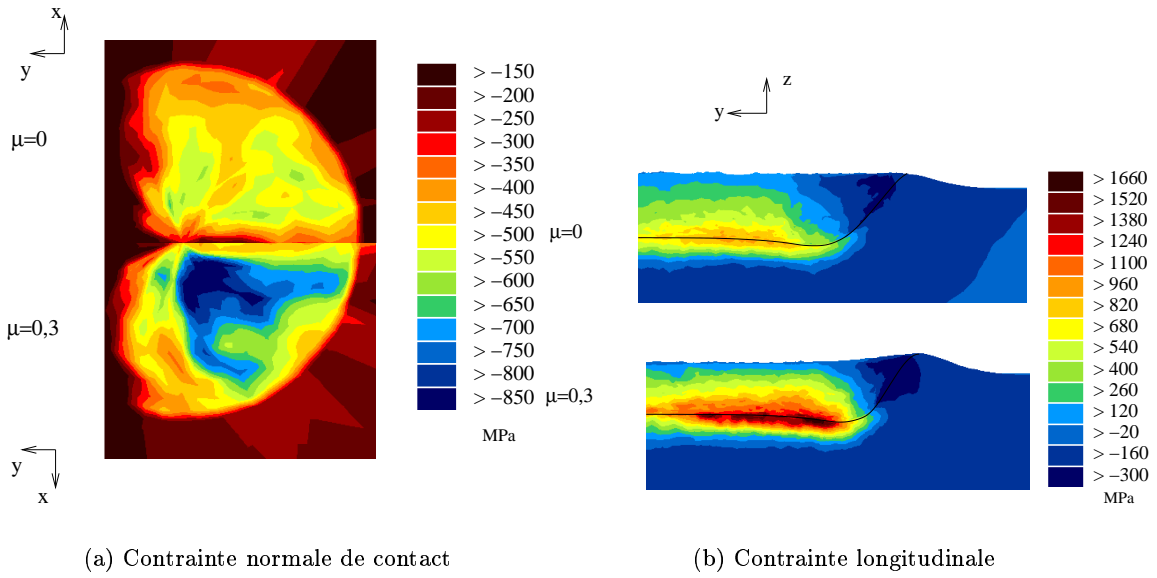


FIG. 5.9 – Contrainte normale de contact sur la partie sphérique et contrainte longitudinale pour deux coefficients de frottement pour le polycarbonate et pour le cône $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm.

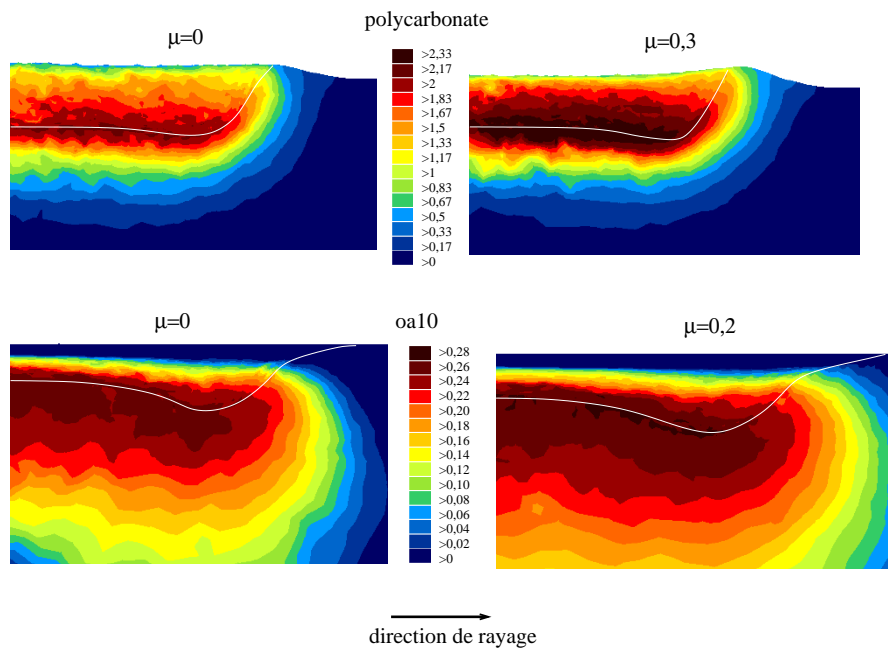
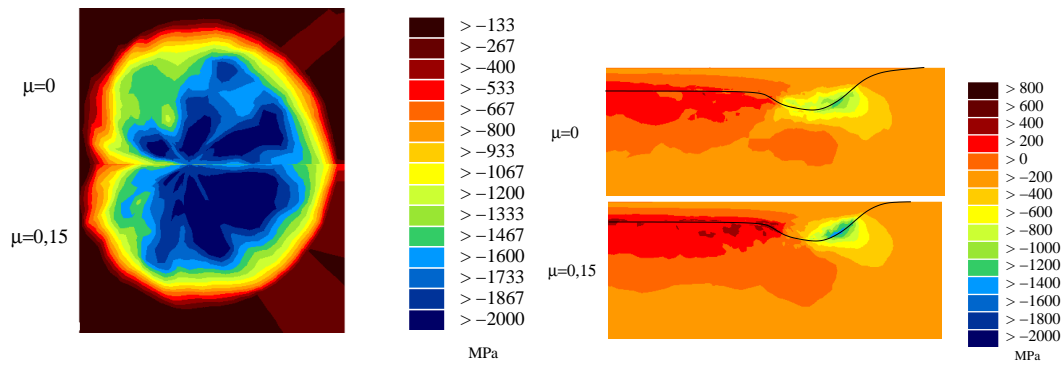


FIG. 5.10 – Déformations plastiques pour deux coefficients de frottement, polycarbonate et oa10.



(a) Contrainte normale de contact

(b) Contrainte longitudinale

FIG. 5.11 – Contrainte normale de contact et contrainte longitudinale pour deux coefficients de frottement pour l'oa10 et pour le cône $\theta=30^\circ$, $\rho=600$ nm.

5.2.3 Synthèse

Une modification des conditions de frottement entre le matériau et l'indenteur ne modifie donc pas la géométrie du sillon résiduel. Par contre, une mauvaise estimation du frottement a des conséquences sur l'identification des paramètres rhéologiques et donc sur la nature de l'écoulement de la matière lors de la rayure. L'introduction du frottement implique une augmentation importante de la force tangentielle. Lorsque le matériau s'écoule plastiquement autour de l'indenteur et forme des bourrelets, comme dans le cas du polycarbonate, la cission de frottement a une composante verticale ce qui se traduit par une augmentation de la force normale. Dans le cas de l'oa10, la force normale est très peu sensible au frottement car la cission de frottement est quasi horizontale, ce qui est dû, d'après nous, à la géométrie du contact sous charge : le matériau plonge sous l'indenteur. Ces remarques peuvent avoir une incidence pratique : pour avoir une idée de la géométrie du contact sous charge (bourrelet ou dépression) il faut faire varier le frottement (par ajout de lubrifiant) et regarder l'évolution de la force normale. Si la force normale évolue peu, cela signifie que la cission de frottement est principalement horizontale et qu'il se forme une dépression.

Les endommagements susceptibles de se produire lors de la rayure du polycarbonate et de l'oa10 ne sont pas du même type, mais sont situés dans le fond du sillon. Dans le cas du polycarbonate, les contraintes maximales sont des contraintes de traction, alors que pour l'oa10 elles sont compressives.

5.3 Rayure d'un métal pour différents angles de cône

L'étude de cette partie concerne l'analyse mécanique de la rayure d'un matériau à forte composante plastique pour plusieurs angles de cône. Cette étude est en liaison avec la section 4.2 relative à la rayure de matériaux élastoplastiques. Le matériau est ici modélisé par le module d'Young, $E=210$ GPa, le coefficient de Poisson, $\nu=0,3$, et la contrainte d'écoulement, $\sigma_0 = 750$ MPa. Il n'y a pas d'écrouissage, ni de sensibilité à la vitesse de déformation. Les indenteurs sont des cônes de révolution de demi-angles : 30° , 45° , 60° et $70,3^\circ$. Dans ces conditions, l'index rhéologique $X=E/\sigma_0 \cot \theta$, prend des valeurs de 100 à 486 (tableau 5.3), le comportement du

matériau en rayure est donc principalement plastique. Par commodité de langage, le modèle rhéologique de ce matériau est assimilé à celui d'un matériau métallique. Il n'y a pas de frottement entre le matériau et l'indenteur.

5.3.1 Géométrie de la rayure

Bien que les index rhéologiques choisis dans cette section soient compris entre les index choisis dans les simulations de rayure de la section 4.2, les profils de rayure sont différents pour les faibles angles d'indenteur. Pour $\theta=70,3^\circ$ et $\theta=60^\circ$, un bourrelet frontal se forme à l'avant et sur les côtés de l'indenteur (figure 5.12). Pour les indenteurs aigus, le bourrelet frontal dégénère en copeau ; ce type d'endommagement n'a pas été observé pour des index équivalents avec l'indenteur de demi-angle $70,3^\circ$. L'index rhéologique ne peut donc pas être considéré comme le seul facteur permettant de prédire le comportement en rayure, il faut lui associer une valeur d'angle de l'indenteur. Le retour élastique dans le fond du sillon est quasiment nul et le contact entre le matériau et l'indenteur se fait sur un demi-disque, quel que soit l'angle θ .

X	486	280	162	100
θ	30°	45°	60°	$70,3^\circ$

TAB. 5.3 – Index rhéologique et angle de l'indenteur pour les simulations de rayure avec la rhéologie de type métallique.

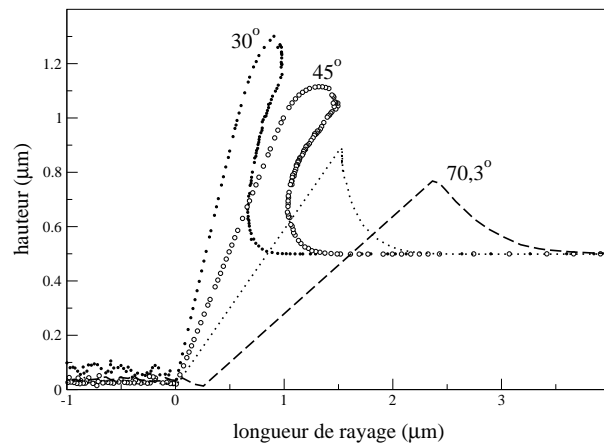


FIG. 5.12 – Profil du bourrelet frontal lors de la rayure d'un métal pour 4 angles d'indenteurs.

5.3.2 Frottement apparent et dureté rayure

La valeur du frottement apparent calculé lors des simulations est très proche des valeurs données par le modèle analytique :

$$\mu_0 = \frac{2}{\pi} \cot \theta. \quad (5.4)$$

En effet, lorsqu'il n'y a pas de frottement et que le contact a lieu essentiellement sur la partie avant de l'indenteur, le modèle est bien adapté. Lorsque l'angle diminue la force tangentielle

devient progressivement supérieure à la force normale.

La dureté rayure calculée avec l'aire de contact sous charge $H_s = W/A$ diminue lorsque θ diminue et chute d'un facteur deux lorsque θ passe de $70,3^\circ$ à 30° (figure 5.13(b)). Cette diminution de la dureté lorsque l'indenteur est plus aigu (X augmente) n'est pas conforme à l'évolution observée lorsque l'on fait varier la rhéologie (section 4.2). Par contre, en indentation sur des matériaux plastiques, Chitkara et Butt [28], Hill *et al.* [41] et nos travaux de la section 2.4 chapitre 2, montrent également un comportement similaire. Le rapport entre la dureté rayure ($H_s = W/A$) et la contrainte d'écoulement diminue de 2,25, pour $\theta=70,3^\circ$ à 1,08 pour $\theta=30^\circ$. Le rapport entre la dureté normale en indentation et la contrainte d'écoulement (définie pour une déformation représentative $\varepsilon_r = 0,2 \cot \theta$) est proche de 3 pour des angles importants. Les travaux de la section 4.2 (figure 4.22) montrent que ce rapport ne dépasse pas 2,25 en rayure et 2,7 en indentation, même pour des index égaux à 1000. Ces travaux mettent en évidence que, pour des matériaux à forte composante plastique, le rapport entre la dureté et la contrainte d'écoulement est plus élevé en indentation qu'en rayure.

L'évolution de la dureté demi-disque est similaire à celle observée par Brookes *et al.* [18] lors de la rayure d'un métal écroui avec plusieurs indenteurs coniques : on observe une diminution de la dureté lorsque θ diminue puis une saturation lorsque le bourrelet frontal dégénère en copeau (figure 2.18, chapitre 2).

D'autre part, la dureté rayure calculée sur la partie avant à partir de la largeur du sillon résiduel surestime de 20 à 30 % environ la dureté rayure calculée à partir de l'aire de contact sous charge (figure 5.13(b)). Cet écart est attribué principalement à un rayon de contact frontal environ 10 % supérieur au rayon de contact latéral.

Les cartes de la figure 5.14 montrent que la pression au contact diminue lorsque l'angle diminue : les pressions sur la majeure partie de l'aire de contact sont égales au minimum à 1750 MPa, pour $\theta=70,3^\circ$ et égales à 750 MPa pour $\theta=30^\circ$. Les valeurs de pression les plus élevées sont situées près de la pointe de l'indenteur et égales à 3250 MPa, pour $\theta=70,3^\circ$, elles sont ensuite plus faibles pour $\theta=60^\circ$ et $\theta=45^\circ$. La dureté rayure, $H_s = W/A$, semble tout de même sous-estimer la valeur des pressions de contact. Bien qu'il soit difficile de relier les valeurs de pression sur ces cartes avec la valeur de la dureté rayure, les tendances sont similaires.

5.3.3 Déformations et contraintes

Les déformations sont beaucoup plus faibles pour l'indenteur $\theta=70,3^\circ$, que pour les indenteurs aigus (figure 5.15) : les déformations plastiques ne dépassent pas 1,8 pour le premier indenteur et augmentent jusqu'à 9 pour $\theta=30^\circ$. Les déformations maximales sont situées autour de la pointe de l'indenteur. Quel que soit l'angle, les déformations plastiques sont très localisées autour de la zone de contact avec l'indenteur.

Bien que les déformations augmentent beaucoup, les contraintes longitudinales augmentent peu lorsque l'angle diminue : les contraintes de compression les plus élevées sont situées en avant de la pointe de l'indenteur et atteignent des valeurs de -2400 MPa, pour $\theta=70,3^\circ$ et de -3000 MPa pour $\theta=30^\circ$ (figure 5.16). Les contraintes de traction sont maximales sur le côté du sillon, mais les valeurs les plus élevées ne dépassent pas 260 MPa, ce qui est relativement faible comparé à la contrainte d'écoulement : $\sigma_0=750$ MPa. Les contraintes de traction sont faibles, car le contact est sans frottement, les valeurs augmentent fortement lorsque le coefficient de frottement est plus grand (section 5.2). Lorsque le bourrelet frontal dégénère en copeau, les

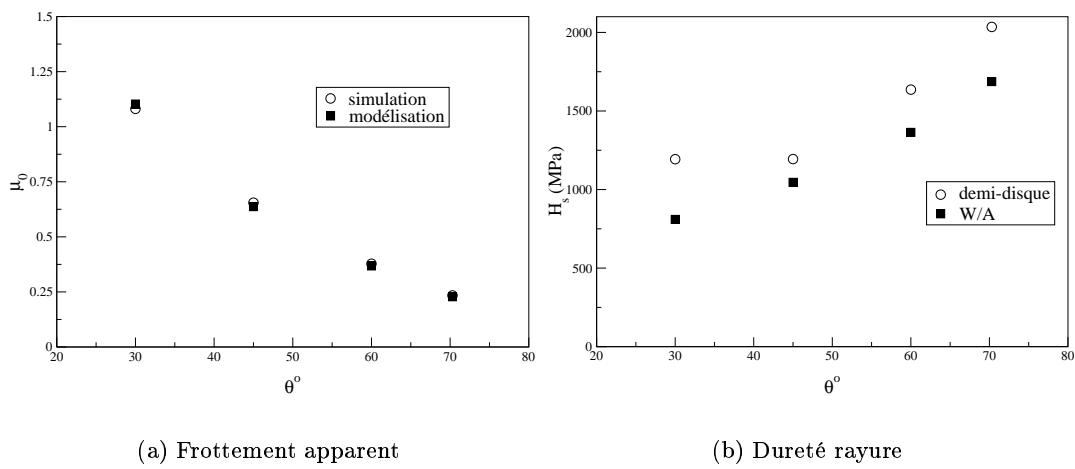


FIG. 5.13 – Frottement apparent et dureté lors de la rayure d'un métal en fonction de l'angle de l'indenteur.

contraintes de compression sont localisées autour de la zone de contact.

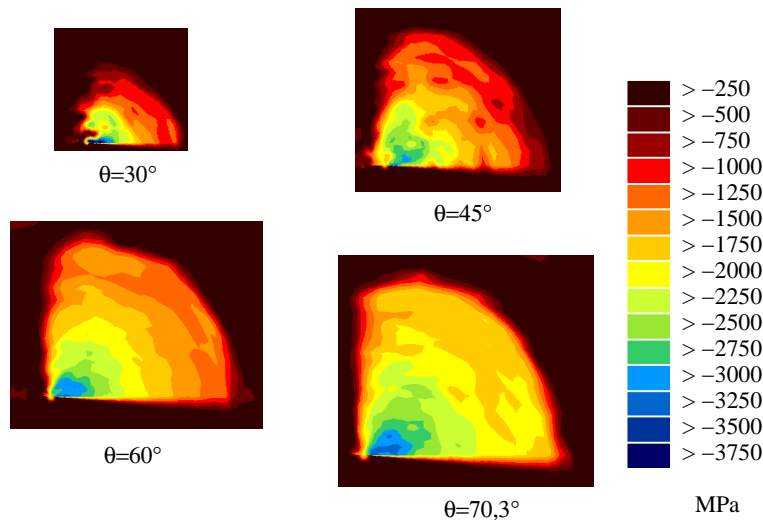


FIG. 5.14 – Contrainte normale de contact pour plusieurs angles de cône, rayure d'un matériau métallique, vue de dessus.

5.4 Rayure du polycarbonate pour différents indenteurs

Nous avons choisi d'étudier l'influence de l'angle de l'indenteur sur les endommagements lors de la rayure du polycarbonate. Les caractéristiques rhéologiques du polycarbonate sont celles indiquées dans le chapitre précédent pour un coefficient de frottement de 0,3 (tableau 4.12). Le coefficient de frottement est de 0,3. Les indenteurs sont des cônes de révolution dont les demi-angles au sommet sont de : 20° , 30° , 45° , 60° et $70,3^\circ$: les déformations moyennes varient ainsi d'un facteur 7,7 ($\varepsilon_r \sim \cot \theta$). La vitesse des indenteurs est de $0,2 \mu\text{m/s}$. Les indenteurs ont une pointe parfaite; pour les indenteurs très aigus : $\theta=20^\circ$ et $\theta=30^\circ$, la pointe

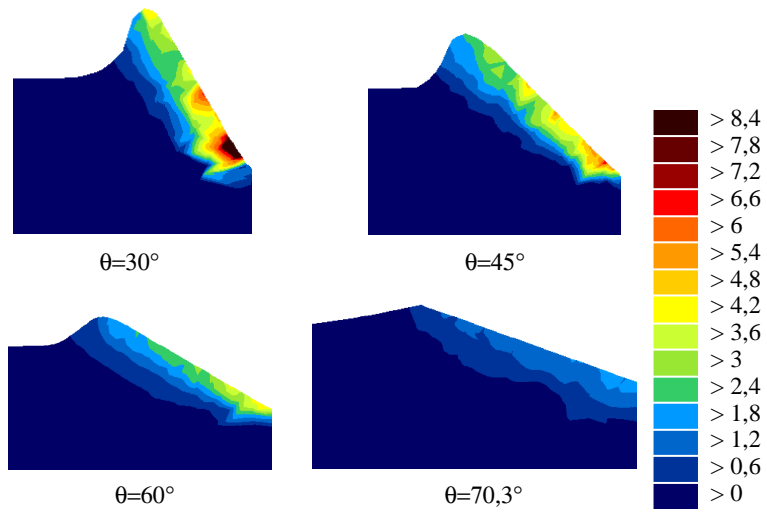


FIG. 5.15 – Déformation plastique équivalente sous charge pour plusieurs angles de cône, rayure d'un matériau métallique.

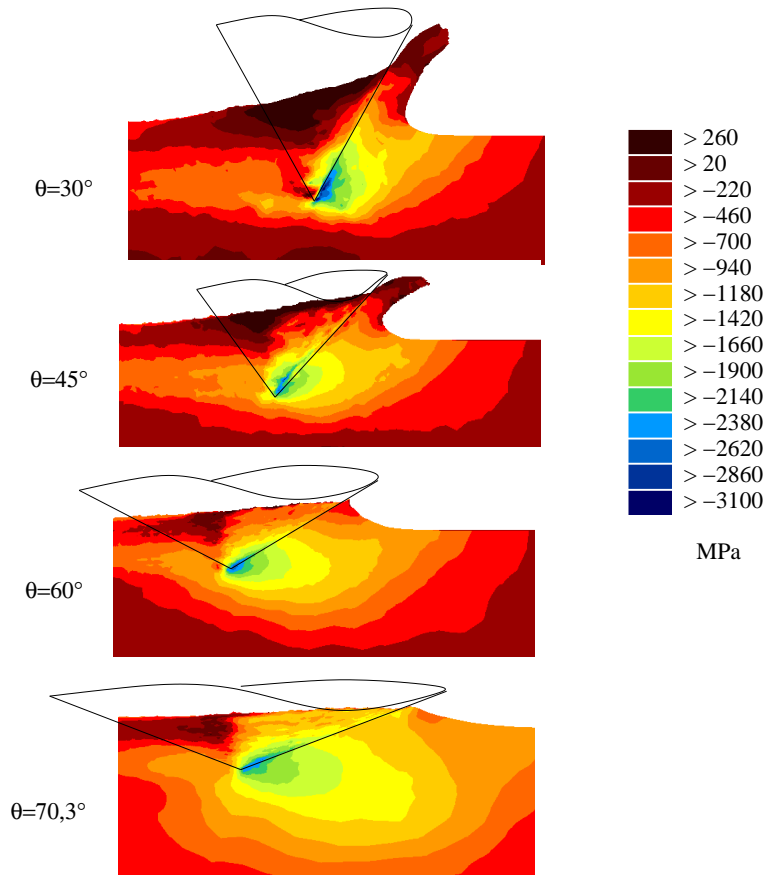


FIG. 5.16 – Contraintes longitudinales pour plusieurs angles de cône, rayure d'un matériau métallique, vue de côté.

pénètre beaucoup plus dans le maillage du fait de la définition du contact dans le logiciel Forge3®.

Dans un second temps, nous discutons l'influence du rayon de pointe et de l'angle d'attaque lors de la rayure du polycarbonate.

5.4.1 Etude du profil de rayure

La matière est poussée en avant de l'indenteur et forme un bourrelet frontal marqué, quel que soit l'angle d'attaque de l'indenteur (figure 5.17). Contrairement au cas de la rayure d'un matériau métallique comme nous l'avons vu dans la section précédente, le bourrelet frontal ne dégénère pas en copeau lorsque l'angle d'attaque est grand. A partir de la figure 5.18 représentant le rapport entre la déformation plastique et la déformation élastique en fonction de la déformation plastique, pour le polycarbonate et la rhéologie de type métal écroui utilisée dans la section précédente, nous allons expliquer l'écart entre les deux comportements. Les déformations plastiques les plus élevées dans le cas de la rayure du polycarbonate sont au minimum de 1 pour $\theta=70,3^\circ$ (figure 5.20) ; dans ce cas, le rapport entre la déformation plastique et la déformation élastique est maximal (figure 5.18), puis décroît pour des déformations plastiques supérieures. Bien que les déformations plastiques augmentent lorsque l'angle de l'indenteur diminue, la part de la déformation élastique devient supérieure à la part de la déformation élastique ce qui est attribué à l'écroutissage. Le rapport entre ε_p et ε_e est de l'ordre de 15 pour $\theta=70,3^\circ$ et de 7 pour $\theta=20^\circ$. Par contre, pour la rhéologie de type métallique, les déformations plastiques sont au moins 100 fois supérieures aux déformations élastiques, ce qui se traduit par la formation d'un copeau dès les angles de 45° .

Briscoe *et al.* [16] mettent en évidence des arrachements de matière lors de la rayure d'un polycarbonate lorsque θ est inférieur à 30° . Nos simulations ne montrent pas ce type d'endommagement, car l'écroutissage est considéré comme sans limite. Il pourrait être intéressant, comme nous l'avons fait dans le chapitre 4, de considérer que les contraintes d'écoulement se saturent à partir d'un certain niveau de déformation.

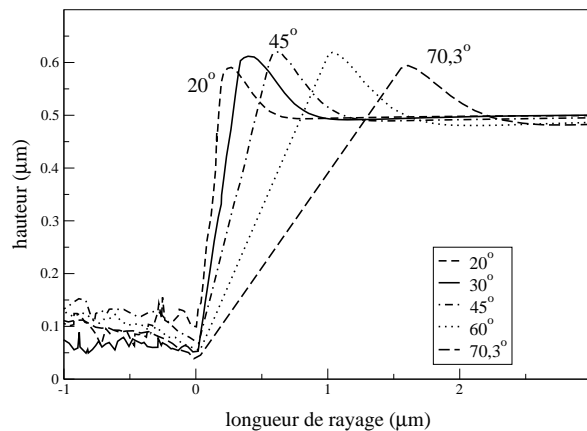


FIG. 5.17 – Profil du bourrelet frontal lors de la rayure du polycarbonate pour cinq angles d'indenteur.

La hauteur du bourrelet latéral est du même ordre de grandeur que la hauteur du bourrelet frontal et diminue sensiblement lorsque l'angle de l'indenteur augmente.

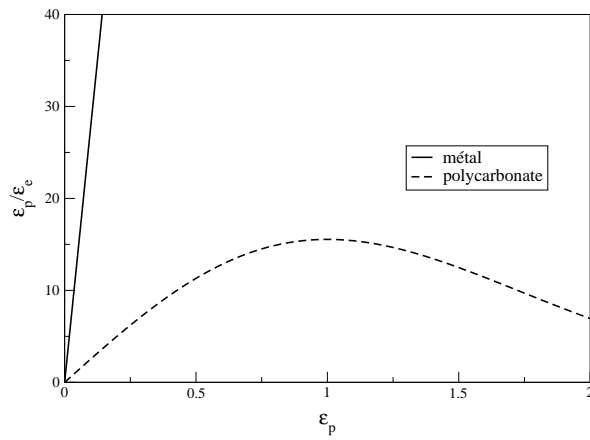


FIG. 5.18 – Rapport entre la déformation plastique et la déformation élastique en fonction de la déformation plastique pour le polycarbonate et un métal, $\dot{\epsilon} = 0,2 \text{ s}^{-1}$.

Le fond du sillon remonte pour les angles supérieurs à 45° (figure 5.17). Même pour les plus faibles angles et, bien que le bourrelet latéral n'évolue pas, la matière se rétracte à l'intérieur du sillon après le passage de l'indenteur. L'aire de contact sous charge est donc très voisine des aires que l'on a déjà observé dans la section 4.2, lors de la rayure de matériaux élasto plastiques avec un cône de révolution sans défaut de pointe.

5.4.2 Frottement apparent et dureté

Conformément à la modélisation analytique du frottement apparent (sans adhésion ni contact arrière), le frottement apparent diminue lorsque l'angle de l'indenteur augmente (figure 5.19(a)). L'écart entre le modèle et le calcul éléments finis pour les grandes valeurs d'angle est dû principalement à la composante adhésive du frottement apparent. Pour les plus faibles angles, nous avons vu dans la section 5.3 que le modèle analytique permet de décrire un écoulement de matière de type copeau. Or, dans le cas du polycarbonate, pour les angle $\theta=20^\circ$ et 30° , on observe un bourrelet frontal comme pour les grands angles. Le modèle analytique est donc inadapté si bien que les valeurs de frottement apparent obtenues en simulation sont plus faibles que les valeurs du modèle. Les cartes de vitesse de la matière au contact montrent que la matière descend le long de l'indenteur pour la rayure du polycarbonate alors que la matière remonte pour le métal.

L'évolution du frottement apparent du polycarbonate lors des simulations est similaire à celle observée par Stuart [67] lors d'essais de rayure sur un polycarbonate (figure 2.19(b), chapitre 2). Nous avons alors attribué l'écart entre le frottement apparent expérimental et le modèle analytique à l'usinage. D'après nos résultats, il semble donc que le mode d'écoulement soit toujours majoritairement du type labourage. Une simulation avec un frottement nul, $\mu=0$, pour $\theta=20^\circ$ montre que le frottement apparent est plus faible que pour $\mu=0,3$, ce qui montre que la cisssion est essentiellement dirigée vers le bas (figure 5.19(a)).

La dureté rayure ($H_s=W/A$) calculée à partir de l'aire de contact sous charge diminue lorsque θ augmente : on passe de 1000 MPa ($\theta=20^\circ$) à 150 MPa ($\theta=70,3^\circ$), figure 5.19(b). L'influence de l'angle de l'indenteur est très marquée, ces valeurs de dureté sont en bon accord avec les cartes de pression de la figure 5.22 : pour $\theta=20^\circ$, les pressions les plus élevées sont de l'ordre de 1000 MPa. Comme nous l'avons précisé au début de cette section, pour $\theta=20^\circ$ et $\theta=30^\circ$ la pointe de l'inden-

teur pénètre dans le maillage, les isovaleurs calculées sur l'outil ne sont donc pas accessibles près de la pointe. Cette augmentation de dureté est la conséquence de l'écroissage du polycarbonate : les déformations plastiques augmentent lorsque θ diminue (figure 5.20). La dureté rayure (H_s $_{1/2}$ ou H_s $_{avant}$) calculée à partir du sommet du bourrelet latéral n'est, par contre, pas représentative des valeurs de pression de contact, surtout pour les faibles angles pour lesquels la dureté diminue lorsque θ devient inférieur à 30° (figure 5.19(b)). Ceci est dû à l'écart important qui existe entre la valeur de la largeur de contact sous charge, a_c , et la valeur de largeur déterminée avec le bourrelet latéral, a . En effet pour $\theta=20^\circ$, $a \sim 2a_c$, ce qui donne une dureté quatre fois plus faible que la dureté $H_s=W/A$ (figure 5.21). Ce type d'évolution est également observé par Briscoe *et al.* [16] lors de la rayure du polycarbonate avec plusieurs indenteurs (figure 2.20(b), chapitre 2).

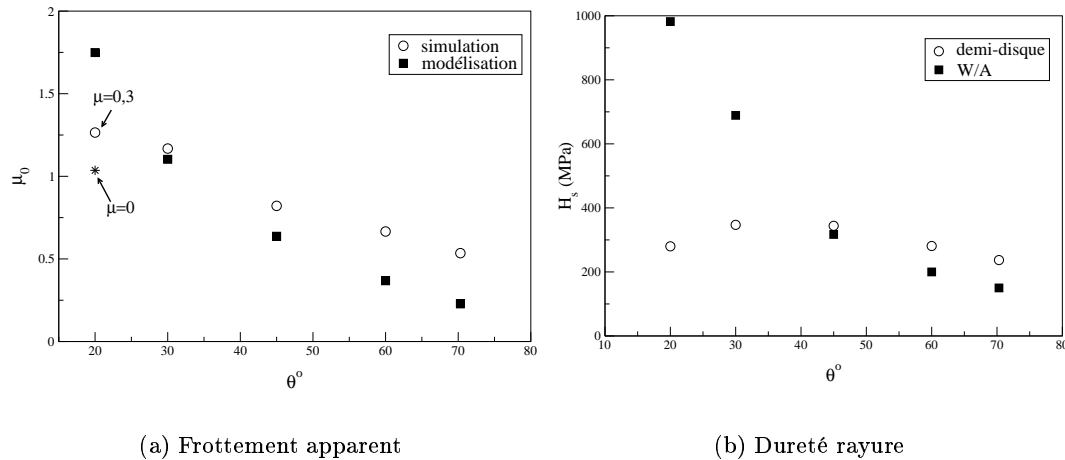


FIG. 5.19 – Frottement apparent et dureté lors de la rayure du polycarbonate en fonction de l'angle de l'indenteur.

5.4.3 Contraintes dans le matériau

Les contraintes dans la direction de rayage, pour le cône de demi-angle $70,3^\circ$, sont localisées dans le fond du sillon et sont essentiellement des contraintes de traction, les valeurs les plus élevées sont de 150 MPa (figure 5.23). Pour les angles de 60° et 45° , les cartes de contraintes sont similaires, mais les valeurs deviennent supérieures et s'étendent sur un volume plus grand. Pour $\theta=45^\circ$, les valeurs les plus élevées sont de l'ordre de 650 MPa, ce qui est déjà beaucoup pour un polycarbonate, et certainement la cause de fissures dans le fond du sillon. Ces types de carte de contrainte ont déjà été observés lors de la rayure du polycarbonate avec la pyramide Berkovich et le cône avec un rayon de pointe de 600 nm.

Lorsque l'angle devient plus aigu, les zones où sont localisées les contraintes les plus élevées se déplacent vers le bourrelet latéral, les valeurs deviennent encore plus importantes et supérieures à 650 MPa. En effet, lorsque l'angle diminue, on délocalise les déformations, et les valeurs maximales s'étendent sur une zone plus large et se rapprochent du bourrelet latéral (figure 5.20). On note toujours une zone de contrainte maximale au voisinage de la "pointe" de l'indenteur. De plus, on voit apparaître des zones à l'avant de l'indenteur, où les contraintes de compression sont de l'ordre de -550 MPa. Pour ces indenteurs aigus, on risque de voir apparaître des fissures amorcées sur les côtés du sillon.

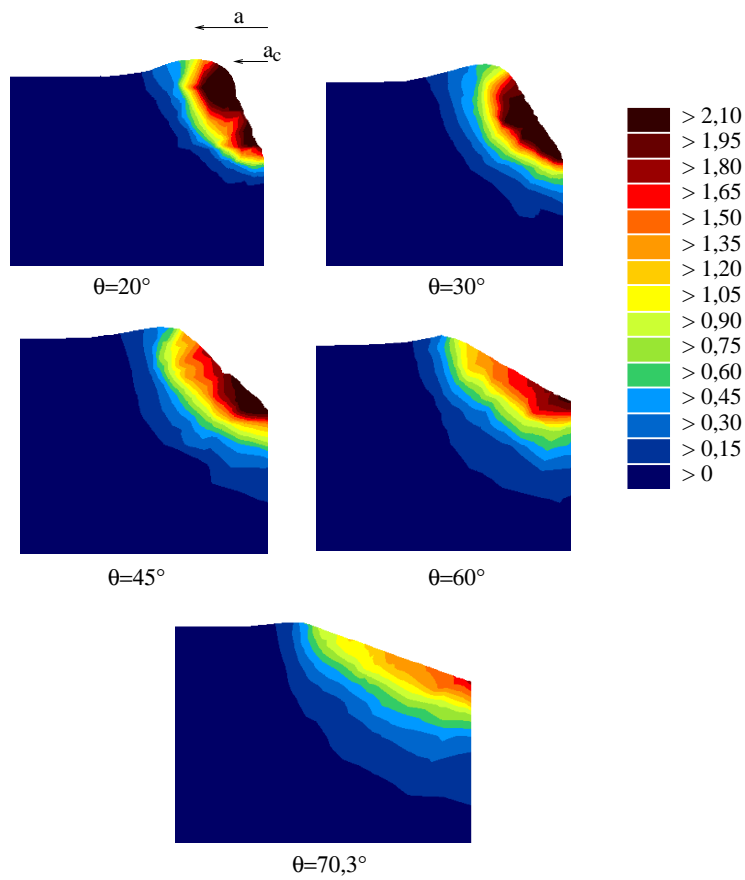


FIG. 5.20 – Déformation plastique équivalente sous charge pour plusieurs angles de cône, rayure du polycarbonate.

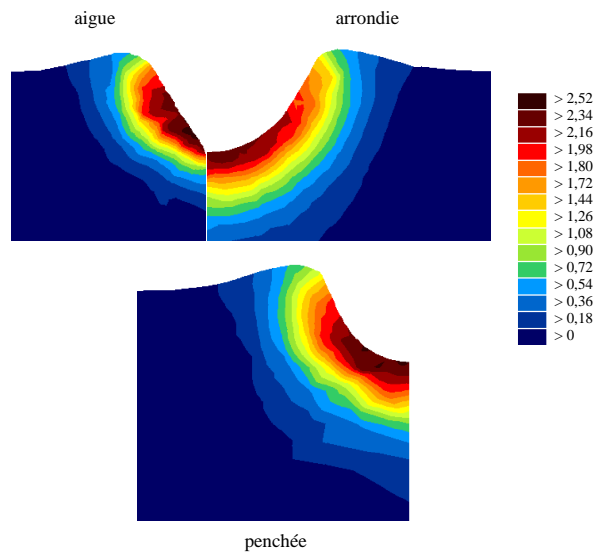


FIG. 5.21 – Déformation plastique équivalente du polycarbonate pour des indenters de demi-angle 30° . Influence de l'angle d'attaque et du rayon de pointe.

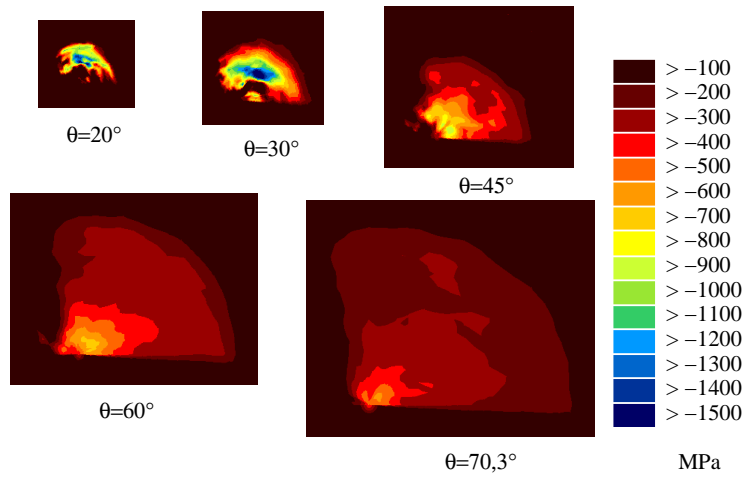


FIG. 5.22 – Contrainte normale de contact pour plusieurs angles de cône, rayure du polycarbonate, vue de dessus.

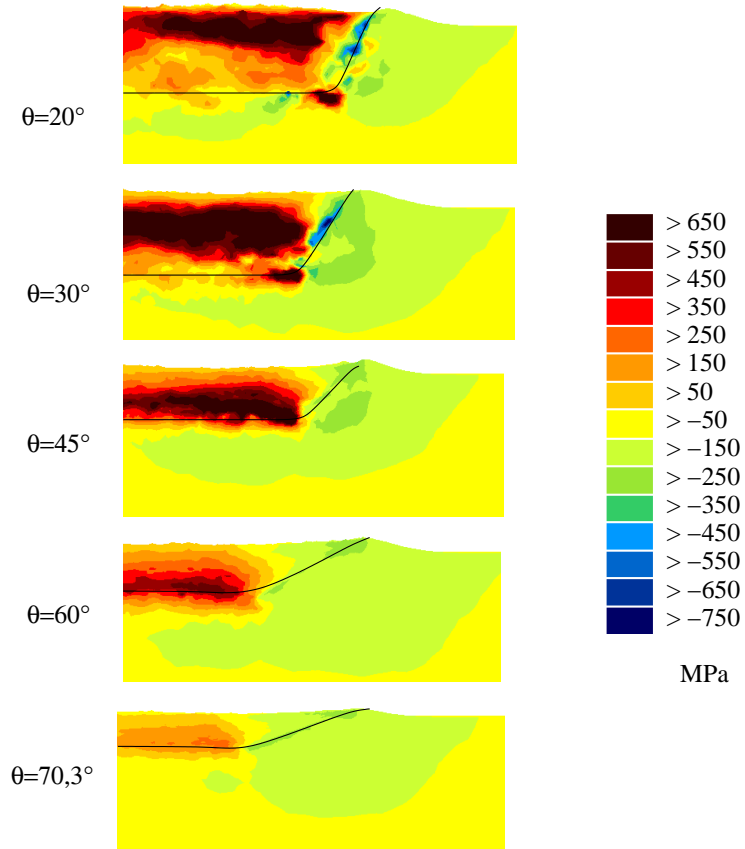


FIG. 5.23 – Contraintes longitudinales pour plusieurs angles de cône, rayure du polycarbonate, vue de côté.

5.4.4 Influence du rayon de pointe

Nous montrons ici l'influence du rayon de pointe pour le cas d'un cône de révolution de demi-angle 30° et lors de la rayure du polycarbonate. Le premier indenteur a une pointe parfaite, le second a un rayon de pointe de 600 nm, pour une pénétration de 500 nm, la vitesse de l'indenteur est de $0,2 \mu\text{m/s}$. Nous avons également testé l'influence de l'angle d'attaque pour l'indenteur avec un rayon de pointe, en imposant un angle d'attaque de 90° : essai de rayure pointe penchée. La pénétration de l'indenteur est alors de 600 nm.

Lorsque l'indenteur est parfaitement pointu, les déformations plastiques atteignent des valeurs égales à 2,5, dans le fond du sillon, alors qu'avec un défaut de pointe les déformations sont plus faibles et moins étalées (figure 5.21). La dureté rayure $H_s=W/A$ est par conséquent plus grande lorsqu'il n'y a pas de défaut de pointe, l'augmentation est de 80 % (tableau 5.4). On peut remarquer que l'interprétation de ces simulations, à partir de la dureté $H_{s \text{ avant}}$ est trompeuse car son évolution est faible et de plus la dureté est plus grande lorsque la pointe est arrondie. Le frottement apparent est également supérieur de 16 % lorsque la pointe est parfaite. On observe que la matière remonte dans le fond du sillon après le passage de l'indenteur lorsque le matériau est déformé avec une pointe sphérique, ce qui n'est pas le cas lorsque la pointe est parfaite (section 5.4.1).

Bien que l'angle d'attaque ($\beta=60^\circ$) soit le même pour les deux indenteurs, les déformations sont donc plus faibles lorsque l'indenteur a un rayon de pointe. L'angle d'attaque ne peut donc pas être considéré comme le paramètre permettant de définir le niveau de déformation en rayure, il faut tenir compte de toute la géométrie de l'indenteur qui est dans le matériau. Comme dans le cas de l'indentation, un paramètre plus approprié pour prendre en compte la déformation induite par l'indenteur est le rapport entre la hauteur de contact sous charge et le rayon de contact sous charge : h_c/a_c , ces valeurs étant difficilement accessibles expérimentalement, nous suggérons de choisir les grandeurs nominales :

$$\varepsilon_r \sim \frac{h}{a}. \quad (5.5)$$

La déformation moyenne (ou représentative) lors de la rayure avec l'indenteur de rayon de pointe 600 nm, pour une pénétration de 500 nm, est donc 2,2 fois plus faible que pour l'indenteur à pointe parfaite. Cela ne se traduit pas nettement sur les cartes de déformation, mais la dureté est en effet 1,8 fois plus grande lorsque la pointe est parfaite.

pointe	$\theta=30^\circ, \rho=0, \beta=60^\circ$	$\theta=30^\circ, \rho=600 \text{ nm}, \beta=60^\circ$	$\theta=30^\circ, \rho=600 \text{ nm}, \beta=90^\circ$
	aigüe	arrondie	penchée
Ft/W	1,103	0,947	1,188
W (mN)	0,132	0,432	0,560
$H_{s \text{ avant}}$ (MPa)	347	481	458
$H_s=W/A$ (MPa)	689	383	464

TAB. 5.4 – Influence du rayon de pointe et de l'angle d'attaque lors de la simulation sur le polycarbonate.

5.4.5 Rayure pointe penchée

Les déformations plastiques sont légèrement supérieures lorsque la pointe de l'indenteur est penchée, avec un angle d'attaque de 90° , que lorsque l'angle est de 60° (figure 5.21). Cela se traduit par une augmentation de la dureté de 21 % et du frottement apparent de 25 % (tableau 5.4). L'influence de l'angle d'attaque sur les déformations, n'est pas aussi nette que ce que l'on a pu observer avec les indenteurs parfaitement pointus. Pour la pénétration que nous avons considérée, le rayon de pointe a un effet important.

Par contre, pour les plus faibles angles, notre modèle analytique devient inadapté, on observe un bourrelet frontal de grande épaisseur et de grande hauteur : le redressement de l'indenteur tendrait donc à favoriser la formation d'un copeau (figure 5.24).

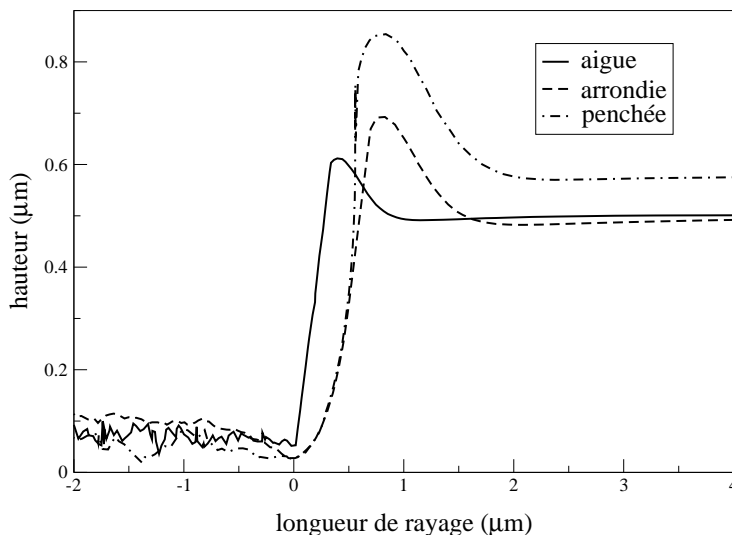


FIG. 5.24 – Profil du bourrelet frontal lors de la rayure du polycarbonate en fonction du rayon de pointe et de l'angle d'attaque.

5.5 Conclusions

Le calcul de la dureté, pour être cohérent avec les pressions de contact, doit être fait à partir de l'aire de contact totale sous charge. Cette grandeur est difficilement accessible à partir de nos expériences. Nous pouvons distinguer deux types de comportement en rayure :

- Nous proposons de considérer que le contact se fait en totalité sur l'avant et l'arrière de l'indenteur (disque complet pour la rayure avec le cône) pour la rayure sur le CR39[®] et l'oa10.
- Pour des matériaux dont la composante plastique est plus marquée, comme le polycarbonate dans nos conditions de rayure, il est suffisant de ne considérer que le contact sur l'avant de l'indenteur. Par contre, on doit corriger cette aire d'un facteur de 30 % pour la pyramide face en avant et de 10 % pour le cône.

Pour estimer dans quel cas l'on se situe, le profil de rayure est un atout important. Si le bourrelet latéral est très faible, on calculera la dureté en prenant l'aire totale. On choisira le

deuxième cas pour des bourrelets latéraux plus marqués.

Les simulations mettent en évidence des zones de contrainte de traction maximales dans le fond du sillon pour la rayure avec le cône à pointe sphérique, lorsque la pénétration est faible $h < 1 \mu\text{m}$. Ces zones se décalent vers le côté du sillon lorsque la pénétration augmente. Ceci est en bon accord avec les endommagements que l'on observe expérimentalement sur le CR39® : fissures sur les côtés.

Pour les polymères que nous avons étudiés, le frottement n'a pas d'influence notable sur la géométrie du sillon résiduel. Par contre, la force tangentielle et les contraintes longitudinales sont fortement augmentées, surtout pour le polycarbonate, lorsque le frottement est plus élevé. On montre clairement que les endommagements peuvent être limités en diminuant le frottement à l'interface. Pour l'oa10, bien que les contraintes de compression soient plus élevées que les contraintes de traction, ce matériau est certainement plus fragile lorsqu'il est soumis à une sollicitation de traction. Il est donc intéressant d'orienter les recherches futures vers la détermination de critères de rupture pour nos matériaux. Le frottement a peu d'influence sur la force normale et sur l'aire de contact. La dureté rayure évolue donc très peu, ce qui ne traduit pas l'augmentation de la pression normale avec le frottement. Pour rendre compte de cette évolution, il est préférable de calculer la dureté en faisant intervenir la force tangentielle.

La diminution de l'angle de l'indenteur lors de la rayure d'un matériau équivalent à un métal écroui montre le passage d'un mode de labourage à un mode de coupe, susceptible d'être accompagné de fissures sur les côtés du sillon, ce qui est en accord avec l'expérience. L'évolution de la dureté rayure avec l'angle de l'indenteur est en bon accord avec des travaux sur des matériaux similaires en indentation et en rayure.

Par contre, pour le polycarbonate, on observe toujours des bourrelets frontal et latéraux, ce qui est la conséquence de l'écrouissage. En effet, bien que les déformations plastiques augmentent, le rapport entre la déformation plastique et la déformation élastique diminue lorsque l'angle de l'indenteur est plus faible. Pour des angles importants, les contraintes longitudinales sont relativement faibles, alors que pour des indenteurs aigus, des endommagements sont susceptibles de se produire sur les côtés du sillon, sous l'effet des contraintes de traction. Nous avons mis en évidence que pour les indenteurs aigus, la largeur de rayure est largement supérieure à la largeur de contact, ce qui induit des erreurs sur le calcul de la dureté et sur l'interprétation de la dureté avec l'angle de l'indenteur.

Enfin, nous avons montré, comme dans le cas de l'indentation, que le paramètre majeur pour estimer le niveau de déformation en rayure est le rapport entre la pénétration et le rayon de contact. L'augmentation de l'angle d'attaque par inclinaison du cône à pointe arrondie produit une forte augmentation de la hauteur et de l'épaisseur du bourrelet frontal, amorce peut être de la formation d'un copeau.

Chapitre 6

Conclusion générale

Les essais d'indentation et de rayure sont des essais dont l'interprétation mécanique est très complexe. Les études de Tabor et Johnson ont permis une très grande avancée dans la compréhension de l'indentation des métaux. Plus récemment, les différents travaux de Briscoe sur la rayure des polymères ont mis en évidence que le matériau reste en contact sur l'arrière de l'indenteur. Ce phénomène qui nous semble évident désormais n'est à priori pas intuitif surtout lorsque l'on est habitué à travailler sur des matériaux métalliques : la mécanique de l'essai de rayure sur polymères en est encore à ses balbutiements.

Un premier travail sur des matériaux élastoplastiques sans écrouissage a permis de montrer que le niveau de déformation en rayure est plus grand qu'en indentation et est plus faible pour des matériaux à forte composante élastique que pour des métaux. Pour les polymères, matériaux avec un écrouissage tardif et très prononcé, pour que le niveau de déformation moyen soit représentatif de l'état de déformation à l'intérieur du matériau, il faut ajouter un facteur multiplicatif aux formules que nous avons suggérées pour définir la déformation représentative pour des matériaux élastiques parfaitement plastiques. Le niveau de déformation en indentation et en rayure est proportionnel au rapport entre la profondeur nominale et le rayon nominal : ainsi l'angle d'attaque n'est pas une grandeur caractéristique car il ne tient pas compte de l'éventuel défaut de pointe de l'indenteur. Nous avons confirmé que le niveau de déformation augmente lorsque l'angle de l'indenteur diminue. Le niveau de déformation augmente également lorsque le frottement entre l'indenteur et le matériau augmente.

En indentation, la vitesse de déformation moyenne, pour des matériaux viscoplastiques, dépend de la cinématique de l'indenteur et également de la géométrie de l'indenteur. Le niveau moyen diminue lorsque l'angle de l'indenteur augmente.

L'analyse du comportement des polymères montre qu'une de leur caractéristique principale est l'écrouissage aux fortes déformations. Nous avons choisi de modéliser le comportement viscoplastique des polymères par la loi de G'Sell Jonas. Le domaine élastique est représenté très schématiquement par le module d'Young et le coefficient de Poisson. Ces modèles ne rendent pas compte en particulier de la visco-élasticité, de l'influence de la pression hydrostatique et de la différence entre les durcissements structuraux en compression et en traction. La loi que nous identifions est donc une loi équivalente et spécifique à l'essai d'indentation que nous supposons pertinente pour l'essai de rayure. L'essai d'indentation est un essai proche mécaniquement de l'essai de rayure, par contre son interprétation est plus simple. Les paramètres élastiques et viscoplastiques sont donc déterminés avec l'essai de nano-indentation en utilisant deux indenteurs (pyramide Berkovich et indenteur axisymétrique, de demi-angle 30° à pointe sphérique) afin d'explorer un large domaine de déformation. Nous avons mis en place une méthode qui

est fortement dépendante de la connaissance du frottement à l'interface entre le matériau et l'indenteur et également de la géométrie des indenteurs utilisés. Pour les identifications que nous avons faites, la géométrie des indenteurs n'est pas connue avec beaucoup de précision, si bien que certains paramètres ont sans doute été mal évalués. Pour améliorer la modélisation de la loi de comportement des polymères, il est important donc, au premier chef d'affiner notre connaissance de la géométrie des indenteurs. Nous avons montré également l'intérêt d'utiliser un code de calcul multimatériaux pour déterminer la rhéologie des vernis. Malgré ces problèmes, il faut noter que les lois rhéologiques obtenues pour les matériaux massifs (le polycarbonate, le CR39[®] et le PMMA) sont proches de celles mesurées par l'essai de compression traditionnel. Nous avons pu ainsi montrer que le CR39[®] se différencie fortement du polycarbonate, par la valeur élevée de son coefficient d'écoulement h_g : 4,5 contre 0,5 environ. Les vernis auraient des coefficients d'écoulement encore plus élevés, entre 15 et 35.

Comme l'a montré Briscoe expérimentalement, le logiciel que nous avons utilisé met en évidence un retour élastique sur l'arrière de l'indenteur pour les matériaux élastoplastiques. Ce retour diminue le frottement apparent, conformément aux modèles élémentaires. Ce retour a pour conséquence un contact sur l'arrière de l'indenteur qui dépend du rapport entre la part de déformation plastique et la part de déformation élastique, et également de la géométrie de l'indenteur. En effet, pour des matériaux très élastiques ayant un rapport inférieur à deux, le retour est presque complet. Pour des indenteurs à pointe aiguë, le retour s'effectue sur les côtés du sillon alors que pour des indenteurs dont la pointe est sphérique, il est également effectif dans le fond du sillon.

Les simulations de rayure avec la pyramide Berkovich et le cône aigu mettent en évidence un écoulement de type labourage pour les polymères, mais selon des modalités différentes pour les polymères thermoplastiques et thermodurcissables. Bien que ces polymères soient de structure chimique différente, la loi de comportement que nous avons utilisée permet de rendre compte des phénomènes observés expérimentalement : formation de bourrelet pour les polymères thermoplastiques que nous avons étudiés, et dépression pour les thermodurcissables. Les valeurs de dureté et de frottement apparent calculées en simulation sont cohérentes avec les valeurs expérimentales. On observe en particulier une augmentation de la dureté et du retour élastique lorsque le coefficient d'écoulement est élevé. Nous avons montré clairement l'importance de prendre en compte ce phénomène dans la modélisation de la rayure des polymères. L'accord entre les valeurs expérimentales et de simulation peut être amélioré en identifiant plus précisément les paramètres rhéologiques. Nous avons montré que l'effet de la déformation est supérieur à celui de la vitesse de déformation.

Afin que la dureté rayure représente fidèlement la pression moyenne au contact, il est important de calculer la dureté avec l'aire totale de contact. La détermination expérimentale de cette aire est délicate, la seule donnée que l'on ait étant la largeur de rayure. Nous avons montré que pour le polycarbonate, et dans nos conditions de rayage, l'aire de contact doit être corrigée pour tenir compte de la formation d'un important bourrelet frontal. Par contre pour des matériaux à très forte composante élastique comme les vernis, il faut considérer que le retour élastique est complet.

Le logiciel que nous avons à notre disposition n'est pas adapté pour prédire la rupture ou la fissuration des matériaux, par contre, les cartes de contrainte nous montrent la localisation où des endommagements sont susceptibles de se produire. Nous avons remarqué en particulier que, lorsque l'angle de l'indenteur diminue, les contraintes de traction maximales se déplacent vers les côtés du sillon et augmentent en intensité. Pour le CR39[®] les contraintes maximales sont

principalement compressives, alors qu'elles sont de traction pour le polycarbonate. Bien que le logiciel permette de calculer les contraintes, il reste à définir des critères de rupture pour les matériaux que nous avons étudiés.

Pour conclure de façon plus globale sur ce travail, nous avons montré clairement qu'il existe une relation forte entre l'écroissage d'un matériau et sa résistance à la rayure. En effet, un matériau avec un fort écroissage, a une dureté très élevée, les endommagements sont très faibles car il n'y a pas de bourrelets latéraux et le retour élastique est très important. Les matériaux résistants à la rayure sont des matériaux très durs et en même temps très élastiques. Cette conclusion a été parfaitement vérifiée par les performances respectives des divers matériaux étudiés qui se classent par performance croissante : polycarbonate, CR39[®], vernis.

Bibliographie

- [1] <http://www.essilor.fr/telecharger/cahiers.html>.
- [2] <http://www.psrc.usm.edu/french/index.htm>.
- [3] A. G. Atkins et D. Tabor. Plastic indentation in metals with cones. *J. Mech. Phys. Solids*, 13 :149–164, 1965.
- [4] A. Azarkhin et O. Richmond. A model of ploughing by a pyramidal indenter - upper bound method for stress-free surfaces. *Wear*, 157 :409–418, 1992.
- [5] E.S. Berkovich. Three-faceted diamond for micro-hardness testing. *Industrial Diamond Review*, 11(127) :129–133, 1951.
- [6] A. K. Bhattacharya et W. D. Nix. Finite element simulation of indentation experiments. *Int. J. Solids Structures*, 24 :881–891, 1988.
- [7] M. L. Bisilliat. *Comportement mécanique d'un polycarbonate à grande vitesse de sollicitation. Etude expérimentale et simulation*. Thèse de doctorat en science et génie des matériaux, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1997.
- [8] A. J. Black, E. M. Kopalinsky, et P. L. B. Oxley. An investigation of the different regimes of deformation which can occur when a hard wedge slides over a soft surface : the influence of wedge angle, lubrication and prior working of the surface. *Wear*, 123 :97–114, 1988.
- [9] C. Boutton-Rochelle. *Etude des mécanismes de déformation plastique dans des mélanges de poly(méthacrylate de méthyle)*. Thèse de doctorat en science et génie des matériaux, INPL, 1991.
- [10] F.P. Bowden et D. Tabor. Friction, lubrication and wear : a survey of work during the last decade. *Br. J. appl. Phys.*, 17 :1521–1544, 1966.
- [11] M. C. Boyce et E. M. Arruda. An experimental and analytical investigation of the large strain compressive and tensile response of glassy polymers. *Polymer Engineering and Science*, 30(20) :1288–1298, 1990.
- [12] B. J. Briscoe, S. K. Biswas, S. K. Sinha, et S. S. Panesar. The scratch hardness and friction of a soft rigid-plastic solid. *Tribology International*, 26 :183–193, 1993.
- [13] B. J. Briscoe, P. D. Evans, S. K. Biswas, et S. K. Sinha. The hardness of poly(methylmethacrylate). *Tribology International*, 29(2) :93–104, 1996.
- [14] B. J. Briscoe, P. D. Evans, E. Pelillo, et S. K. Sinha. Scratching maps for polymers. *Wear*, 200 :137–147, 1996.
- [15] B. J. Briscoe, E. Pelillo, F. Ragazzi, et S. K. Sinha. Scratch deformation of methanol plasticized poly(methylmethacrylate) surfaces. *Polymer*, 39(11) :2161–2168, 1998.
- [16] B. J. Briscoe, E. Pelillo, et S. K. Sinha. Scratch hardness and deformation maps for polycarbonate and polyethylene. *Polymer Engineering and Science*, 36(24) :2996–3005, 1996.
- [17] B. J. Briscoe et K. S. Sebastian. The elastoplastic response of polymethylmethacrylate to indentation. *Proc. R. Soc. Lond. A*, 452 :439–457, 1996.

- [18] C. A. Brookes, P. Green, P. H. Harrison, et B. Moxley. Some observations on scratch and indentation hardness measurements. *J. Phys. D : Appl. Phys.*, 5 :1284–1293, 1972.
- [19] N. Brown. *Failure of plastics*, chapter Yield behavior of polymers, pages 98–118. Hanser Publishers, 1986.
- [20] J.L. Bucaille et E. Felder. Finite element analysis of deformation during indentation and scratch tests on elastic perfectly-plastic materials. In *to be published*, Cambridge july 2001.
- [21] J.L. Bucaille et E. Felder. Mécanique de l’essai de rayure sur polymères et métaux. modélisations et approches expérimentales. *Matériaux et Techniques*, (3-4) :29–44, 2001.
- [22] J.L. Bucaille et E. Felder. Vitesse de déformation moyenne en indentation. Dans *à paraître*, Obernai mai 2001.
- [23] J.L. Bucaille, E. Felder, et G. Hochstetter. Identification of the viscoplastic behavior of a polycarbonate based on experiments and numerical modeling of the nanoindentation test. *Journal of Materials Science*, to be published, 2001.
- [24] J.L. Bucaille, E. Felder, et G. Hochstetter. Mechanical analysis of the scratch test on elastic perfectly-plastic materials with the three dimensional finite element modeling. *Wear*, 249(5-6) :422–432, 2001.
- [25] J. M. Challen et P. L. B. Oxley. An explanation of the different regimes of friction and wear using asperity deformation models. *Wear*, 53 :229–243, 1979.
- [26] Y-T. Cheng et C-M. Cheng. Can stress-strain relationship be obtained from indentation curves using conical and pyramidal indenters? *Journal of Materials Research*, 14(9) :3493–3496, 1999.
- [27] T. H. C. Childs. The sliding of rigid cones over metals in high adhesion conditions. *Int. J. Mech. Sci.*, 12 :393–403, 1970.
- [28] N.R. Chitkara et M. A. Butt. Numerical construction of axisymmetric slip-line fields for indentation of thick blocks by rigid conical indenters and friction at the tool-metal interface. *Int. J. Mech. Sci.*, 34(11) :849–862, 1992.
- [29] G. Cossart. Comportement mécanique de verres organiques traités multicouches. Rapport de stage d’option, Centre des Matériaux, ENSMP Paris, 1998.
- [30] M. De Vathaire, F. Delamare, et E. Felder. An upper bound model of ploughing by a pyramidal indenter. *Wear*, 66 :55–64, 1981.
- [31] P. D. Evans. *The hardness and abrasion of polymers*. Ph. d. thesis, London University, 1987.
- [32] E. Felder. Le contact métal-outil en mise en forme des métaux-tome ii. Modèles microplastiques : interaction métal-outil rugueux-chapitre d. iii. Cours, CEMEF-Ecole des Mines de Paris, 1996.
- [33] E. Felder. Approches scientifiques des procédés de mise en forme des métaux-tome i. Présentation des procédés et des méthodes d’approches-chapitre b.iv. Cours, CEMEF-Ecole des Mines de Paris, 1998.
- [34] C. Gauthier, S. Lafaye, et R. Schirrer. Elastic recovery of a scratch in a polymeric surface : experiments and analysis. *Tribology International*, 34 :469–479, 2001.
- [35] C. Gauthier et R. Schirrer. Time and temperature dependance of the scratch properties of poly(methylmethacrylate) surfaces. *Journal of Materials Science*, 35 :2121–2130, 2000.
- [36] P. Gilormini et E. Felder. Theoretical and experimental study of the ploughing of rigid-plastic semi-infinite body by a rigid pyramidal indenter. *Wear*, 88 :195–206, 1983.
- [37] J. Goddard et H. Wilman. A theory of friction and wear during the abrasion of metals. *Wear*, 5 :114–135, 1962.

- [38] C. G'Sell. *Introduction à la mécanique des polymères*, chapitre lois de comportement mécanique des polymères solides, pages 141–168. C. G'Sell et J. M. Haudin, Institut National Polytechnique de Lorraine, 1995.
- [39] C. G'Sell et J.J. Jonas. Determination of the plastic behaviour of solid polymer at constant true strain rate. *J. Mater. Sci.*, 14 :583–591, 1979.
- [40] G. M. Hamilton et L. E. Goodman. The stress field created by a circular sliding contact. *Journal of Applied Mechanics*, 33 :371–376, 1966.
- [41] R. Hill, E.H. Lee, et S.J. Tupper. The theory of wedge indentation of ductile materials. *Proc. R. Soc.*, A188 :273, 1947.
- [42] G. Hochstetter, A. Jimenez, J.P. Cano, et E. Felder. True stress-strain curves of amorphous polymer's surface obtained from nanoindentation experiments. *Trib. Int.*, 2001.
- [43] K. Hokkirigawa, K. Kato, et Z. Z. Li. The effect of hardness on the transition of the abrasive wear mechanism of steels. *Wear*, 123 :241–251, 1988.
- [44] V. Jardret, H. Zahouani, J. L. Loubet, et T. G. Mathia. Understanding and quantification of elastic and plastic deformation during a scratch test. *Wear*, 218 :8–14, 1998.
- [45] K. L. Johnson. The correlation of indentation experiments. *J. Mech. Phys. Solids*, 18 :115–126, 1970.
- [46] V. Kailas et S. K. Biswas. Material response to two-dimensional scratching by wedges. *Wear*, 162-164 :110–118, 1993.
- [47] R. J. Kirkpatrick, J. A. Williams, et S. J. Paetke. Groove formation and interaction during abrasion of copper. In *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers International Conference : Tribology - Friction, Lubrication and Wear ; Fifty Years On*, pages 239–245. Institution of Mechanical Engineers Conference Publications, 1987, 1987.
- [48] E. R. Kral et K. Komvopoulos. Three-dimensional finite element analysis of subsurface stress and strain fields due to sliding contact on an elastic-plastic layered medium. *Transactions of the ASME*, 119 :332–341, 1997.
- [49] B. Lamy. Modélisation expérimentale des dégradations créées à la surface d'un polymère par le frottement d'une aspérité dure et rigide. pages 1–5. Congrès Groupe Français d'Etudes et d'Applications des Polymères, Mulhouse, 1981, 1981.
- [50] P. Laval. *Etude théorique et expérimentale de l'indentation des matériaux élastoplastiques homogènes ou revêtus. Application à la mesure de la rhéologie et à l'adhérence des films minces*. Thèse de doctorat en science et génie des matériaux, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1995.
- [51] J.L. Loubet, M. Bauer, A. Tonck, S. Bec, et B. Gauthier-Manuel. Nanoindentation with a surface force apparatus. In *Mechanical properties and deformation behaviour of materials having ultra-fine microstructures*, pages 429–447. 1993, Kluwer Academic Publishers, 1993.
- [52] B.N. Lucas, W.C. Oliver, G.M. Pharr, et J.-L. Loubet. Understanding time dependent deformation during indentation testing. In W.-W. Gerberich, H. Gao, J.-E. Sundgren, and S.-P. Baker, editors, *Stresses and Mechanical Properties VI*, page 233, 1997.
- [53] D. M. Marsh. *Proc. R. Soc.*, A279 :420, 1964.
- [54] S. Matsuoka. *Failure of plastics*, chapter Nonlinear viscoelastic stress-strain relationships in polymeric solids, pages 24–59. Hanser Publishers, 1986.
- [55] M. Mauger. *Synthèse, caractéristique physico-chimique et propriétés mécaniques de nanocomposites polyméthacrylate de méthyle / particules de silice*. Ecole doctorale matériaux, Université Paris VI, 2000.

- [56] M.J. Mayo et W.D. Nix. A micro-indentation study of superplasticity in Pb, Sn, and Sn-38 Wt%Pb. *Acta Metallurgica*, 36(8) :2183–2192, 1988.
- [57] B. Y. Ni et A. Le Faou. Scratching behaviour of polymer films using blunt spherical styli. *J. Mat. Sci.*, 31 :3955–3963, 1996.
- [58] W.C. Oliver et G.M. Pharr. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.*, 7 :1564–1583, 1992.
- [59] H. S. Park et D. Kwon. An energy approach to quantification of adhesion strength from critical loads in scratch tests. *Thin Solid Films*, 307 :156–162, 1997.
- [60] S. Rabinowitz, I. M. Ward, et J. S. C. Parry. The effect of hydrostatic pressure on the shear yield behaviour of polymers. *Journal of Material Science*, 5 :29–39, 1970.
- [61] C. Ramond-Angélélis. *Analyse mécanique des essais d'indentation sur matériaux élastoplastiques homogènes ou multi-couches. Application à la caractérisation de la rhéologie et de la tenue mécanique des films minces*. Thèse de doctorat en science et génie des matériaux, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1998.
- [62] N. Renon. *Modélisation du labourage des sols en grandes déformations*. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2001.
- [63] A. Schallamach. How does rubber slide? *Wear*, 17 :301–312, 1971.
- [64] I. N. Sneddon. The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *Int. J. Eng. Sci.*, 3 :47–57, 1965.
- [65] R. F. Staats-Westover et W. J. Vroom. *Soc. Plant Engrs*, 25, 1968.
- [66] N. A. Stilwell et D. Tabor. Elastic recovery of conical indentations. *Proc. Phys. Soc.*, 78 :169–179, 1961.
- [67] B. H. Stuart. Scratch friction studies of polycarbonate. *Polymer testing*, 16 :517–522, 1997.
- [68] B. H. Stuart et B. J. Briscoe. Scratch hardness studies of poly(ether ether ketone). *Polymer*, 37(17) :3819–3824, 1996.
- [69] D. Tabor. *The Hardness of Metals*. Clarendon Press, Oxford, 1951.
- [70] D. Tabor. The hardness of solids. *Rev. Phys. Technol.*, pages 145–179, 1970.
- [71] A. G. Tangena, S. Franklin, et J. Franse. Scratch tests on hard layers. In D. Dowson, C. M. Taylor, and M. Godet, editors, *Mechanics of coatings*, pages 169–174. Elsevier, 1989. Lyon France, Septembre 1989.
- [72] N. Tardieu. *Identification de lois de comportement élastoviscoplastique par indentation*. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, 2000.
- [73] A. A. Torrance. A three-dimensional cutting criterion for abrasion. *Wear*, 123 :87–96, 1988.
- [74] T. Y. Tsui, G. M. Pharr, W. C. Oliver, C. S. Bhatia, R. L. White, S. Anders, et I. G. Brown. Nanoindentation and nanoscratching of hard carbon coatings for magnetic disks. *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, 383 :447–452, 1995.
- [75] T.A. Venkatesh, K.J. Vliet, A.E. Giannakopoulos, et S. Suresh. Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation : guidelines for property extraction. *Scripta Materiala*, 42 :833–839, 2000.
- [76] J. A. Williams. Analytical models of scratch hardness. *Tribology International*, 29(8) :675–694, 1996.

Nomenclature

Géométrie des indenteurs

a^* ou R^*	: rayon de l'indenteur à la fin de la partie sphérique de l'indenteur
h^*	: profondeur de pénétration à la fin de la partie sphérique de l'indenteur
h	: pénétration nominale de l'indenteur
h_0	: défaut de pointe de l'indenteur
h_c	: hauteur entre la pointe de l'indenteur et la limite du contact sous charge
c^2	: facteur de forme
ρ	: rayon de pointe de l'indenteur
θ	: demi-angle de l'indenteur, pour un cône de révolution
β	: angle d'attaque de l'indenteur (cône ou sphère)

Paramètres mécaniques

μ	: coefficient de frottement local de Coulomb
\bar{m}	: coefficient de frottement local de Tresca
E	: module d'Young du matériau
ν	: coefficient de Poisson
E^*	: module d'Young réduit
ε_{eq}	: déformation plastique équivalente calculée en simulation
ε_{eq}^c	: déformation critique
ε_v	: déformation moyenne volumique
σ_0	: contrainte d'écoulement plastique du matériau
τ	: cission locale de frottement
p	: pression locale de contact
X	: index d'indentation
T	: température
K	: consistance
a	: coefficient thermique de la loi de G'Sell Jonas
w	: paramètre décrivant les petites déformations de la loi de G'Sell Jonas
h_g	: coefficient d'écrouissage de la loi de G'Sell Jonas
m	: sensibilité à la vitesse de déformation

Paramètres spécifiques à l'indentation

$\bar{\varepsilon}_r$ ou ε_r	:	déformation représentative définie par Tabor
$\bar{\varepsilon}_i$ ou ε_i	:	déformation généralisée moyenne en indentation
P ou F	:	force normale en indentation
$c = \dot{P}/P$:	vitesse de chargement
H_n	:	dureté normale
H_v	:	dureté Vickers
H_{app}	:	dureté nominale
S	:	raideur de contact quasi statique
S_d	:	raideur de contact dynamique
R_c ou a_c	:	rayon de contact sous charge
d	:	diamètre de l'empreinte en indentation

Paramètres spécifiques à la rayure

$\dot{\varepsilon}_s$:	vitesse de déformation généralisée en rayure
ε_s	:	déformation généralisée moyenne en rayure
F_t	:	force tangentielle en rayage
F_p	:	composante de labourage de la force tangentielle
F_a	:	composante adhésive de la force tangentielle
W	:	force normale en rayure
μ_0	:	frottement apparent, $\mu_0 = \frac{F_t}{W}$
H_s	:	dureté rayure
$H_{s\text{ avant}}$ ou $H_{s\ 1/2}$:	dureté rayure calculée sur la partie avant, à partir de la largeur de rayure
$H_{s=W/A}$:	dureté rayure calculée à partir de l'aire totale de contact
a	:	demi largeur du sillon après passage de l'indenteur
a_l	:	demi largeur de contact latérale
a_f	:	demi largeur de contact frontale
b	:	largeur du sillon après passage de l'indenteur
b_c	:	largeur de contact sous charge
b_h	:	largeur de contact nominale
h	:	pénétration sous charge
h_c	:	hauteur de contact latérale sous charge
h_b	:	hauteur du bourrelet latéral après le passage de l'indenteur
h_f	:	hauteur du bourrelet frontal après le passage de l'indenteur
h_{bc}	:	hauteur du bourrelet latéral sous charge
h_{fc}	:	hauteur du bourrelet frontal sous charge
h_r	:	hauteur résiduelle après le passage de l'indenteur
α	:	paramètre angulaire du retour arrière
v	:	vitesse de rayage
Γ	:	taux de perte de matière

Abréviations

PET	:	polyéthylène téréphtalate
PE	:	polyéthylène
UHMWPE	:	polyéthylène à très haute masse moléculaire
PMMA	:	polyméthacrylate de méthyle
PC	:	polycarbonate

Fichier de données Forge3[®]

Ci-dessous un exemple de fichier de données utilisé pour les simulations de la rayure du CR39[®] avec Forge3[®].

```
!===== Module fichiers =====
.FICHIER

FMAY = maillage.may      !nom du fichier de maillage

FOUT = outillage.out     !nom du fichier outillage

FRES = resultat.res      !nom du fichier de déroulement du calcul

FAUX =auxiliaire.aux     !nom du fichier de stockage des résultats

nomgen = nom_gen         !nom des fichiers .fg3

.FIN FICHIER

!===== Module rhéologie =====

.RHEOLOGIE

! Parametres de la loi de gsell :

Thermocroui: polymeresolide ,a= 0.d0 ,w = 5000, h = 4.5

K = 80.205D+3            ! K=145/racine(3)^1+m
m = 0.078                ! sensibilité à la vitesse de déformation

! contact matériau outill1 (indenteur)
outill1
  coulomb                 ! loi de frottement de Coulomb
  mu=0.3d0
  mbarre=0d0
fin outil

! régularisation de la cission de frottement
! évite d'avoir des cissions nulles
Regul tribologie= 1D-2
```

Module young = 2.1D+06
coeff poisson = 0.4d0

.FIN RHEOLOGIE

!===== Module tolérance de convergence =====

.TOLERCONV

conv gradient=1.d-6 ! critère de convergence
Nb incrmax = 10000 ! nombre maximum d'incrèments

! pénétration maximale entre l'indenteur et le maillage :
DPEN=.01

! distance à laquelle on teste si les noeuds vont être en contact
à l'incrément suivant :
DPENPLUS = 0.6

.FIN TOLERCONV

!===== Module incrément =====

.INCREMENT

! déformation moyenne à chaque incrément
! paramètre régissant le pas de temps

Deformation = 0.005

.FIN INCREMENT

!===== Module exécution =====

.EXECUTION

dt deformation ! pas de temps proportionnel à la déformation

dt max = 0.5 ! pas de temps maximal autorisé

dhsto= 0.25 ! stockage des résultats

calcul outillage ! calcul dans les outils autorisé

.FIN EXECUTION

!===== Module de maillage =====

.Mauto

```
periode=100 ! remaillage tous les 100 incréments  
qualtri=0.4 ! critère de remaillage sur la qualité des éléments  
lbase= 3 ! remaillage avec une taille caractéristique de 3
```

```
.Fin Mauto
```

```
!===== Boîtes de remaillage =====
```

```
.BOITE
```

```
! nom du fichier où est définie la taille des boîtes et des  
éléments :
```

```
fichier=mesh.box
```

```
.FIN BOITE
```