



Caractérisation mécanique de céramiques poreuses sous forme massive et de revêtement par indentation instrumentée Knoop

Ghailen Ben Ghorbal

► To cite this version:

Ghailen Ben Ghorbal. Caractérisation mécanique de céramiques poreuses sous forme massive et de revêtement par indentation instrumentée Knoop. Matériaux. Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis, 2017. Français. NNT : 2017VALE0022 . tel-02182660

HAL Id: tel-02182660

<https://theses.hal.science/tel-02182660>

Submitted on 13 Jul 2019

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.

Thèse de doctorat

Pour obtenir le grade de Docteur de l'Université de VALENCIENNES ET DU HAINAUT-CAMBRESIS

Discipline, spécialité selon la liste des spécialités pour lesquelles l'École Doctorale est accréditée :
Molécules et Matière Condensée

Présentée et soutenue par Ghailen BEN GHORBAL

Le 12/07/2017, à Maubeuge

École doctorale :

Sciences de la Matière, du Rayonnement et de l'Environnement (SMRE)

Équipe de recherche, Laboratoire :

Laboratoire des Matériaux Céramiques et Procédés Associés (LMCPA)

Laboratoire de Mécanique de Lille, LML FRE 3723

Caractérisation mécanique de céramiques poreuses sous forme massive et de revêtement par indentation instrumentée Knoop

Jury

Président du jury

- H. STAIA, Mariana. Professeur à l'Université Centrale du Venezuela.

Rapporteurs

- NOUVEAU, Corinne. Maître de Conférences Habilitée à Diriger des Recherches à l'École National Supérieure des Arts et Métiers de Cluny.

- MEILLE, Sylvain. Maître de Conférences Habilité à Diriger des Recherches à Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.

Examineurs

- ROUDET, Francine. Maître de Conférences Habilitée à Diriger des Recherches à l'Université de Lille 1.

Directeur de thèse : TRICOTEAUX, Arnaud. Professeur à l'Université de Valenciennes.

Co-directeur de thèse : CHICOT, Didier. Professeur à l'Université de Lille1.

Co-encadrant : THUAULT, Anthony. Maître de Conférences à l'Université de Valenciennes.

Co-encadrant : LOUIS, Ghislain. Maître de Conférences à l'École des Mines de Douai.

Membres invités

- PETIT, Fabrice. Docteur au Belgian Ceramic Research Centre (BCRC).

« Hard is what is dense, and soft what is rare... Hard and soft as well as heavy and light are differentiated by the position and arrangement of the voids. Therefore iron is harder and lead heavier. »

Démocrite (460-370 av. J.-C)

« Entre fond et forme, la forme est la compétence des incompetents. »

Laurent Martinez

À mes parents

À mes sœurs

À ma future épouse

Remerciements

Je ne saurais commencer sans dire merci au Dieu tout puissant qui m'a accordé l'humilité, la patience, la persévérance et la volonté au cours de la réalisation de cette thèse.

Ces travaux de recherche ont été réalisés au sein du Laboratoire des Matériaux Céramiques et Procédés Associés (EA 2443 – LMCPA) de l'Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis en collaboration avec le Laboratoire de Mécanique de Lille (FRE 3723 – LML) de l'Université de Lille 1.

Je tiens tout d'abord à remercier les membres du Jury : Madame Corinne Nouveau, Maître de Conférences Habilitée à Diriger des Recherches à l'École Nationale Supérieure des Arts et Métiers (ENSAM) de Cluny et Monsieur Sylvain Meille, Maître de Conférences Habilité à Diriger des Recherches à Institut National des Sciences Appliquées de Lyon (INSA) de m'avoir fait l'honneur de rapporter cette thèse. Mes remerciements vont également à Madame Mariana H. Staia, Professeur à l'Université Centrale du Venezuela et Madame Francine Roudet Maître de Conférences Habilitée à Diriger des Recherches à l'Université de Lille 1 qui ont accepté de faire partie de mon Jury en tant qu'examinateurs. Je remercie également Monsieur Fabrice Petit, Docteur au *Belgian Ceramic Research Centre* (BCRC), pour sa participation au jury de thèse comme invité.

Merci à l'ensemble des membres du jury pour leur expertise et leurs questions aussi pertinentes qu'intéressantes qui ont contribué à un enrichissement conséquent de ce travail.

Je tiens à exprimer ma gratitude à Madame Anne Leriche, Professeur de l'Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis et ancienne directrice du LMCPA, pour m'avoir accueilli dans son laboratoire et Monsieur Christian Courtois, Professeur de l'Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis et présent directeur du LMCPA, de m'avoir permis de finir cette thèse par l'intermédiaire d'un contrat de recherche sur un projet INTERREG.

Je remercie très sincèrement Monsieur Arnaud Tricoteaux, Professeur de l'Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis et directeur de thèse, pour m'avoir confié cet ambitieux projet. Je vous remercie pour votre patience, votre écoute ainsi que pour les échanges que nous avons pu avoir. Je tiens à vous faire part de ma profonde reconnaissance pour la confiance que vous avez su me témoigner dans mes initiatives personnelles.

Je remercie particulièrement Monsieur Didier Chicot, Professeur de l'Université de Lille 1 et co-directeur de thèse pour sa disponibilité, son aide précieux et son encouragement infaillible. Je prends toujours un véritable plaisir de discuter avec vous, surtout de votre bonne humeur. En plus des compétences que vous m'avez transmises, vous avez toujours fait preuve d'une grande disponibilité et vous avez pu m'encourager surtout dans les moments les plus difficiles. Je reste admiratif devant vos qualités scientifiques et humaines.

Je remercie également Monsieur Anthony Thuault, Maître de conférence à l'Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis et co-encadrant, pour son dévouement et ses conseils avisés sans lesquels ce travail n'aurait pas pu être réalisé. Qu'il soit remercié pour sa bienfaisance, ses encouragements et pour son assistance. Qu'il soit remercié également pour sa confiance et pour l'opportunité qu'il m'a accordé pour terminer cette thèse en travaillant sur le projet TECH2FAB. Je lui exprime mes grandes admirations pour ces qualités humaines et professionnelles.

Je remercie Monsieur Ghislain Louis, Maître de conférence à l'École des Mines de Douai et co-encadrant, et Monsieur Damien Betrancourt, Technicien à l'École des Mines de Douai, de m'avoir fait profiter de leurs domaines d'expertise respectifs et pour leur contribution en indentation sous MEB.

Cette thèse était pour moi une aventure unique, loin de ma famille, mais m'a permis d'avoir une nouvelle qui a facilité mon intégration en France. Je remercie tous les membres du laboratoire qui ont contribué, de près ou de loin, à la réussite de ce travail de recherche. Merci pour votre assistance, votre disponibilité et votre bonne humeur. Je souhaite aussi bonne chance aux collègues avec qui j'ai partagé le bureau des thésards (Mélanie, Marion, Hélène, Kelly, Ahmed, Youcef, Shaan, Saliou...).

Néanmoins, j'adresse des remerciements tout particuliers au Docteur Kurt Hermange et Mélanie Wynn d'avoir fait tout le chemin de la thèse en ma compagnie, pour votre encouragement et les centaines de cafés qu'on a partagé. Avec vous je me suis senti chez moi ! Je vous remercie pour les moments inoubliables passés ensemble. Nous avons construit une belle amitié qui, je pense, résistera au temps et à l'usure.

Un merci spécial à ma compatriote, Docteur Mariem Nciri, qui a été plus qu'une amie mais une sœur avec qui j'ai partagé des moments de joie et de tristesse. Mariem tu as toujours

été là quand j'avais besoin de toi. Je te remercie pour tout et je te souhaite tout le bonheur du monde.

Je remercie également tous mes amis, ceux qui me soutiennent toujours malgré les distances et ceux que j'ai connu en France et ont facilité mon intégration.

Un tout grand merci à ma famille, à mes parents et mes chères sœurs qui se sont toujours sacrifiés pour moi. C'est grâce à vous que j'en suis là aujourd'hui et je suis certain que cela n'aurait pas été possible sans votre soutien, vos prières et votre amour. Ce manuscrit je vous le doit et bien plus encore !

Enfin, un remerciement évident à mon indéfectible soutien durant cette thèse, ma chère fiancée au prénom de la reine de Saba, Balkis. Merci pour ton amour, ton soutien, et surtout ta patience. C'est ton engagement et ta motivation qui m'ont donné la force de continuer. Merci pour ce que tu es et ce que tu fais pour moi.

Table des matières

Introduction générale	1
Chapitre I : Synthèse bibliographique	7
I.1. Les matériaux céramiques	8
I.1.1. Frittage naturel des céramiques	8
I.1.2. Mise en forme des céramiques	10
I.1.3. Revêtements céramiques	12
I.1.4. Propriétés des matériaux céramiques	13
I.2. Généralités sur l'indentation	16
I.3. L'indentation instrumentée	19
I.3.1. Généralités	19
I.3.2. Détermination des propriétés mécaniques	20
I.3.3. Analyse d'une courbe d'indentation	25
I.3.4. Correction des données d'indentation	30
I.4. L'effet de taille en indentation	34
I.5. Comparaison entre indentations Vickers et Knoop	37
I.6. Indentation des céramiques	44
I.6.1. Comportement mécanique sous indentation	44
I.6.2. Influence de la porosité sur les propriétés mécaniques	47
I.7. Conclusion	48
Chapitre II : Matériaux et méthodes expérimentales	51
II.1. Introduction	52
II.2. Matériaux étudiés	52
II.2.1. Matériaux denses	52
II.2.2. Matériaux poreux massifs	54
II.2.3. Revêtement poreux	57
II.3. Techniques expérimentales de caractérisation	59
II.3.1. Analyse dilatométrique	59
II.3.2. Mesure de densité	60
II.3.3. Préparation et polissage	61
II.3.4. Microscopie confocale	62

II.3.5. Caractérisation microstructurale	63
II.3.6. Caractérisation des propriétés mécaniques	65
Chapitre III : Analyse de l'essai d'indentation instrumentée à l'aide d'un indenteur Knoop sur des matériaux fragiles	73
III.1. Introduction.....	74
III.2. Traitement des données brutes et corrections	74
III.2.1. Analyse préliminaire des courbes d'indentation.....	74
III.2.2. Correction du défaut de pointe.....	76
III.2.3. Correction de la complaisance de l'instrument.....	76
III.2.4. Détermination du mode de déformation	80
III.3. Détermination du module d'élasticité	83
III.3.1. Comparaison entre les résultats obtenus par <i>IIT</i> Vickers et par <i>IIT</i> Knoop...	83
III.3.2. Prise en compte du retour élastique radial en <i>IIT</i> Knoop	84
III.3.3. Détermination d'un facteur de correction nominal γ_{nom}	86
III.4. Détermination de la dureté	93
III.4.1. Comparaison entre les duretés obtenues par <i>IIT</i> Vickers et par <i>IIT</i> Knoop...	93
III.4.2. Considération de l'aire projetée de l'empreinte résiduelle pour le calcul de dureté en indentation instrumentée	94
III.5. Comparaison des duretés Vickers et Knoop en indentation conventionnelle	96
III.5.1. Considération de l'aire de contact réelle pour le calcul de dureté	98
III.5.2. Considération de l'aire résiduelle réelle pour le calcul de dureté.....	100
III.5.3. Considération de l'aire résiduelle projetée pour le calcul de dureté.....	102
III.6. Détermination du module d'élasticité par indentation conventionnelle.....	103
III.7. Conclusion	104
Chapitre IV : Caractérisation mécanique des matériaux poreux par indentation instrumentée à l'aide d'un indenteur Knoop.....	107
IV.1. Introduction	108
IV.2. Caractérisation des matériaux poreux massifs	108
IV.2.1. Élaboration et caractérisation microstructurale	108
IV.2.2. Caractérisation mécanique par indentation instrumentée	115
IV.3. Caractérisation de revêtements céramiques poreux	131
IV.3.1. Présentation du revêtement étudié	131
IV.3.2. Caractérisation mécanique du revêtement étudié	133

IV.4. Conclusion	144
Conclusion générale	145
Annexes.....	151
Références bibliographiques	153

Glossaire

β : facteur de correction géométrique	b : petite diagonale d'une empreinte Knoop à charge maximale
γ : coefficient de correction de retour élastique radial	b' : petite diagonale résiduelle d'une empreinte Knoop
γ_{nom} : coefficient de correction de retour élastique nominal	B, m : coefficient géométrique de lissage de la courbe de déchargement
ε : constante de contact	$B.E.T$: Brunaver Emmett Teller
θ : demi-angle au sommet de l'indenteur	C_i : constantes de lissage de la fonction d'aire
θ_1 : demi-angle au sommet de l'indenteur Knoop suivant la grande direction	C_T : complaisance totale
θ_2 : demi-angle au sommet de l'indenteur Knoop suivant la petite direction	C_f : complaisance de l'instrument
λ : coefficient de correction qui représente le produit des facteurs de correction β et γ à $2/\sqrt{\pi}$ près	C : complaisance du matériau
ν : coefficient de Poisson du matériau	e : épaisseur de l'échantillon
ν_i : coefficient de Poisson de l'indenteur	E : module d'élasticité du matériau
ρ : masse volumique	E_r : module réduit
ρ_f : masse volumique finale	E_i : module d'élasticité de l'indenteur
σ_y : limite d'élasticité	E_{nom} : module d'élasticité nominal
Ψ : angle de cône équivalent	E_{Knoop} : module d'élasticité mesuré à l'aide d'un indenteur Knoop
Ψ_{eff} : angle de cône équivalent effectif	$E_{Vickers}$: module d'élasticité mesuré à l'aide d'un indenteur Vickers
ϕ_f : diamètre moyen final de l'échantillon	f_{PO} : fraction de porosité ouverte
ϕ_0 : diamètre moyen initial de l'échantillon	f_{PF} : fraction de porosité fermée
a : rayon du cercle de contact	h : profondeur de pénétration
a_i : constantes de lissage	h_{corr} : profondeur corrigée
A : aire représentative de l'empreinte	h_{mes} : profondeur mesurée
A_P : aire projetée	h_b : la troncature du défaut de pointe
A_T : aire réelle	h_c : profondeur de contact
A_c : aire de contact projetée	h_m : profondeur d'indentation maximale
$A_T(eff)$: aire réelle effective	h_s : hauteur de la déflexion élastique
$A_P(eff)$: aire projetée effective	h_f : profondeur résiduelle
	h_e : hauteur de restitution élastique

H : dureté
 H_0 : macro-dureté
 HK : dureté Knoop (conventionnelle)
 HK_T : dureté Knoop (conventionnelle) mesurée en considérant l'aire de contact réelle
 HK_T' : dureté Knoop (conventionnelle) mesurée en considérant l'aire résiduelle réelle
 HV : dureté Vickers (conventionnelle)
 HV_P : dureté Vickers (conventionnelle) mesurée en considérant l'aire résiduelle projetée
 HB : dureté Brinell
 HIT : dureté de contact (instrumentée)
 HIT_K : dureté de contact mesurée à l'aide d'un indenteur Knoop
 HIT_V : dureté de contact mesurée à l'aide d'un indenteur Vickers
 H_M : dureté Martens
 HP : dureté considérant l'aire résiduelle projetée (instrumentée)
 HP_K : dureté Knoop (instrumentée) mesurée en considérant l'aire résiduelle projetée
 HP_V : dureté Vickers (instrumentée) mesurée en considérant l'aire résiduelle projetée

HIP : hot isostatic pressing
 HVOF : High Velocity Oxy-Fuel
 HVOF : High Velocity Air-Fuel
 IIT : instrumented indentation technique
 ISE : indetation size effect
 k : coefficient géométrique qui dépend de l'indenteur pour le calcul d'aire
 L_f : longueur finale de l'échantillon
 L_0 : longueur initiale de l'échantillon
 $\Delta L(t)$: variation de la longueur de l'échantillon à l'instant t
 L : grande diagonale d'une empreinte Knoop à charge maximale
 L' : grande diagonale résiduelle d'une empreinte Knoop
 P : charge d'indentation
 p : porosité totale
 P_T : taux de porosité totale
 P_O : taux de porosité ouverte
 P_F : taux de porosité fermée
 PTA : plasma transferred arc
 r_e : déplacement élastique radial
 S : raideur de contact, pente au début de déchargement
 SPS : Spark plasma sintering
 V : vitesse des ondes ultrasonores
 V_L : vitesse des ondes longitudinales
 V_T : vitesse des ondes transversales

Introduction générale

Ce travail de thèse s'inscrit dans le développement des méthodes de caractérisation mécanique des matériaux céramiques aussi bien denses que poreux, mais également massifs ou sous forme de revêtements.

En effet, les matériaux poreux présentent un grand intérêt industriel puisqu'ils combinent les propriétés usuelles des matériaux céramiques, telles que la stabilité chimique, la capacité d'isolation thermique, la résistance à l'usure, à des propriétés multifonctionnelles telles que la légèreté, une grande surface d'échange favorisant les réactions chimiques ou biologiques. C'est pourquoi ce genre de matériaux présente des avantages majeurs pour plusieurs domaines d'application tels que la construction (isolation acoustique et thermique), le transport (filtration, pièce d'usure), le biomédical (substitut osseux). Ils peuvent être sous forme massive ou éventuellement, sous forme de couche déposée sur un substrat pour améliorer les performances souhaitées. Cependant, la porosité affecte les propriétés mécaniques de ces matériaux. Ainsi, il est essentiel de pouvoir caractériser tout matériau de manière fiable en vue de simuler sa tenue en service.

En effet, la particularité des céramiques poreuses est leur hétérogénéité qui participe à leur faible rigidité et les rendent sensibles à la fissuration. Il est donc essentiel d'avoir une mesure englobant l'hétérogénéité, notamment la porosité du matériau, tout en évitant de l'endommager par fissuration pour que la mesure soit jugée fiable.

Les propriétés mécaniques souvent analysées dans l'étude des matériaux telles que le module d'élasticité, la limite d'élasticité et éventuellement la ténacité, sont habituellement déterminées par des essais de traction, de compression ou de flexion, qui ne sont pas toujours facilement réalisables et exploitables pour ce genre de matériaux. Pour cela, les techniques d'indentation ont trouvé un grand essor ces dernières décennies pour évaluer les propriétés mécaniques de la majorité des matériaux allant des matériaux massifs aux couches minces. Le caractère non destructif et la simplicité de mise en œuvre de ces techniques sont les principaux avantages qui font de l'essai d'indentation une technique conventionnelle pour évaluer la dureté des matériaux, même si ce type d'essai permet de déterminer d'autres propriétés usuelles comme le module d'élasticité, en étudiant le comportement élastique du matériau pendant l'indentation. Cette technique s'est aussi avérée utile pour évaluer la

ténacité à partir des mesures de longueur de fissures développées aux extrémités de l'empreinte d'indentation.

Le développement de l'indentation instrumentée a rendu possible l'évaluation des propriétés locales d'une phase constituant un matériau ou d'un revêtement en s'affranchissant de l'influence du substrat. Toutefois, pour une large variété de matériaux hétérogènes, généralement fragiles, en particulier les céramiques poreuses, la macro/micro-indentation paraît satisfaisante pour avoir une mesure globale qui représente la microstructure hétérogène ou poreuse.

Cependant, les indenteurs communément utilisés en indentation instrumentée comme l'indenteur Vickers et Berkovich engendrent la fissuration du matériau, parfois même à très faible charge. C'est pourquoi nous nous sommes intéressés à l'utilisation de l'indenteur Knoop qui possède une forme plus allongée et moins aigüe que les indenteurs Vickers et Berkovich, ce qui permet de solliciter une surface plus grande tout en s'enfonçant moins et de limiter ainsi la fissuration du matériau. Cependant, l'utilisation de ce type d'indenteur reste très peu développée. À titre d'exemple, plus de 5000 études sont disponibles sur le moteur de recherche ScienceDirect en entrant les mots clés « Vickers instrumented indentation » ou « Berkovich instrumented indentation », alors que les résultats ne dépassent pas 1000 articles pour « Knoop instrumented indentation ». En effet, l'utilisation de l'indenteur Knoop en indentation instrumentée présente un obstacle lié à sa forme en losange moins symétrique que les autres indenteurs.

Ainsi, le présent mémoire s'articule autour de deux axes. Le premier concerne le développement de la méthodologie d'analyse de l'essai d'indentation instrumentée en utilisant un indenteur Knoop pour la caractérisation de matériaux fragiles, en particulier des matériaux céramiques. Le deuxième axe est consacré à la vérification de la méthodologie développée sur des matériaux céramiques poreux sous forme massive et sous forme de revêtement dans l'objectif d'obtenir des propriétés fiables et représentatives et de mieux appréhender les phénomènes mis en jeu lors de l'indentation de ce type de matériaux.

Dans le premier chapitre, nous présenterons tout d'abord les matériaux céramiques en décrivant l'interaction entre leur élaboration et leurs propriétés mécaniques. Nous présenterons ensuite en détail la technique d'indentation instrumentée en décrivant les deux types d'indenteurs utilisés dans ce travail (Vickers et Knoop). Dans cette partie nous décrirons également les aspects considérés pour l'analyse de ce type d'essai en utilisant un indenteur

Knoop ainsi que les précautions nécessaires à mettre en place (correction de défaut de pointe, correction de complaisance). Le comportement mécanique de matériaux céramiques poreux sous indentation sera ensuite présenté, en particulier la transition fragile/quasi-plastique.

Le deuxième chapitre présente les matériaux étudiés dans le cadre de ce travail ainsi que leur élaboration et leur préparation. Ce chapitre présente également l'ensemble des techniques expérimentales utilisées au cours de ce travail. La méthodologie d'analyse adoptée pour l'essai d'indentation instrumentée est également détaillée puisqu'une bonne maîtrise de la technique d'analyse des données se montre indispensable.

Le troisième chapitre est consacré à l'analyse des résultats obtenus par indentation instrumentée (Knoop et Vickers) de divers matériaux céramiques usuels comme la silice fondue (SiO_2), l'alumine (Al_2O_3), le nitrure de silicium (Si_3N_4) et d'autres biocéramiques denses et homogènes comme le bioverre oxynitruré, le beta phosphate tricalcique (β -TCP). Dans ce chapitre, nous discuterons en premier lieu les aspects intrinsèques à l'essai d'indentation instrumentée comme les effets de la géométrie de l'indenteur, du défaut de pointe et de la complaisance de l'instrument. Nous présenterons également les avantages que peut présenter la forme moins aigüe et plus allongée de l'indenteur Knoop, en particulier la sollicitation d'une surface plus grande ainsi que l'enfoncement moins important. Nous comparerons ensuite les résultats obtenus à l'aide des deux indenteurs en analysant l'origine de leur divergence. Nous présentons une analyse du retour élastique radial engendré dans l'empreinte Knoop après retrait de l'indenteur qui est le principal facteur freinant l'utilisation de l'indenteur Knoop dans ce genre d'essai. En nous basant sur les propriétés élastiques du matériau nous proposerons une méthode permettant de corriger les résultats issus de l'essai d'indentation instrumentée à l'aide d'un indenteur Knoop. Une attention particulière sera également accordée à la discussion du terme dureté, puisque celui-ci peut prendre plusieurs définitions.

Le quatrième chapitre porte sur la vérification de la méthodologie d'analyse de l'essai d'indentation instrumentée en utilisant un indenteur Knoop sur des matériaux céramiques poreux sous formes de massif et de revêtement. Dans cette partie, nous présenterons les microstructures des matériaux massifs analysés en vue d'appréhender leur comportement sous indentation. Nous discuterons en détail de l'influence de la porosité sur le comportement mécanique, en particulier le mode de déformation. Par la suite, nous discuterons de l'origine de l'effet de taille d'empreinte souvent rencontré pour ce genre de matériaux. Nous

montrons que ce phénomène est principalement lié à l'effet de l'échelle introduit par le défaut de pointe. Dans cette partie, nous montrerons que l'indentation instrumentée à l'aide d'un indenteur Knoop peut fournir des mesures fiables et comparables à celles obtenues à l'aide d'un indenteur Vickers, pour des matériaux céramiques poreux sous forme massive. Dans ce dernier chapitre, nous étudierons également un revêtement d'alumine, obtenu par projection thermique sur un substrat en acier, en vue de vérifier la validité de la méthodologie d'analyse proposée dans le cas de revêtements poreux.

Ce travail a conduit à différentes publications et plusieurs communications :

Publications dans des revues internationales de rang A :

1. G. Ben Ghorbal, A. Tricoteaux, A. Thuault, D. Chicot, G. Louis, "Mechanical characterization of brittle materials using instrumented indentation with Knoop indenter", *Mechanics of Materials*, 108, 58–67, (2017).
2. G. Ben Ghorbal, A. Tricoteaux, A. Thuault, D. Chicot, G. Louis, "Comparison of conventional Knoop and Vickers hardness of ceramic materials", *Journal of the European Ceramic Society* 37 (6), 2531-2535 (2017).
3. Y. Hadji, A. Tricoteaux, G. Ben Ghorbal, M. Yah, R. Badji, T. Sahraoui, M. Hadji, M.W. Barsoum, "Microstructure and microindentation of Ti_3SiC_2 – Titanium filler brazed joints by tungsten inert gas (TIG) process", *Ceramics International*, (2017).

Communications orales à des congrès nationaux et internationaux :

1. G. Ben Ghorbal, A. Tricoteaux, A. Thuault, G. Louis, D. Chicot, "Study of the influence of the elastic recovery during conventional Knoop indentation tests on ceramics", XXXI International Conference on Surface Modification Technologies (SMT31), 5-7 Juillet 2016, Mons – Belgique.
2. G. Ben Ghorbal, A. Tricoteaux, A. Thuault, G. Louis, D. Chicot, "Analyse d'essai d'indentation instrumentée à l'aide d'un indenteur Knoop", Colloque indentation 2016, 5ème édition, organisé par le Groupe Indentation Multi-Echelle, 12 – 14 octobre 2016, Lille – France.
3. G. Ben Ghorbal, A. Tricoteaux, A. Thuault, G. Louis, D. Chicot, "Analysis of Instrumented Indentation with Knoop Indenter", 17th International Conference on Experimental Mechanics (ICEM 17), 3-7 juillet 2016, Rhodes – Grèce.

4. G. Ben Ghorbal, A. Tricoteaux, A. Thuault, G. Louis, D. Chicot, “Assessment of Hardness and Elasticity by Micro-Depth Sensing Indentation with Knoop Indenter”, 15th European Inter-Regional Conference on Ceramics (CIEC 15), 5-7 Sep 2016, Lyon – France.
5. G. Ben Ghorbal, A. Tricoteaux, A. Thuault, G. Louis, D. Chicot, “Identification du mode de déformation par indentation Knoop”, 9ème Journées d’Etudes Techniques (JET’2016), 3 – 5 mai 2016, Hammamet – Tunisie.
6. G. Ben Ghorbal, A. Tricoteaux, A. Thuault, G. Louis, D. Chicot, “Caractérisation mécanique de céramiques poreuses avec indentation Knoop”, Journées Annuelles du Groupe Français de Céramiques (GFC), mars 2016, Valenciennes - France.
7. G. Ben Ghorbal, A. Tricoteaux, A. Thuault, G. Louis, D. Chicot, “Développement de méthodologie de caractérisation mécanique des matériaux fragiles par indentation Knoop”, Journée des Jeunes Chercheurs (UGéPE_Nord de France-GEPROC 2015), 15 octobre 2015, Saint-Quentin - France.
8. G. Ben Ghorbal, A. Tricoteaux, A. Thuault, G. Louis, D. Chicot, “Development of mechanical characterization methodology for brittle materials with Knoop indentation”, Annual Meeting of Belgian Ceramic Society (BCerS 2015), 26 octobre 2015, Mons – Belgique.

Chapitre I : Synthèse bibliographique

I.1. Les matériaux céramiques	8
I.1.1. Frittage naturel des céramiques	8
I.1.1.1. Définition du frittage	8
I.1.1.2. Force motrice du frittage.....	9
I.1.1.3. Les étapes de la densification	9
I.1.2. Mise en forme des céramiques	10
I.1.3. Revêtements céramiques	12
I.1.4. Propriétés des matériaux céramiques	13
I.2. Généralités sur l'indentation	16
I.3. L'indentation instrumentée	19
I.3.1. Généralités	19
I.3.2. Détermination des propriétés mécaniques	20
I.3.2.1. Dureté.....	20
I.3.2.2. Module d'élasticité	23
I.3.3. Analyse d'une courbe d'indentation.....	25
I.3.4. Correction des données d'indentation	30
I.3.4.1. Défaut de pointe.....	31
I.3.4.2. Complaisance de l'instrument	32
I.4. L'effet de taille en indentation	34
I.5. Comparaison entre indentations Vickers et Knoop.....	37
I.6. Indentation des céramiques	44
I.6.1. Comportement mécanique sous indentation.....	44
I.6.2. Influence de la porosité sur les propriétés mécaniques	47
I.7. Conclusion	48

I.1. Les matériaux céramiques

Les matériaux sont des solides d'origine naturelle ou artificielle qui se divisent en trois grandes familles : céramiques, métalliques et polymères. Elles se différencient les unes des autres par leurs propriétés physico-chimiques. Les céramiques sont des matériaux non métalliques et inorganiques formés par frittage à haute température d'un compact de poudre (le plus souvent) mis dans la forme de l'objet voulu. Le frittage d'une céramique, c'est-à-dire la densification, peut-être :

- naturel, quand on chauffe le compact pulvérulent en dessous de sa température de fusion, de manière à former un solide cohérent (frittage conventionnel, frittage par micro-ondes),
- sous charge, lorsqu'on applique une pression simultanée au chauffage, lorsque le matériau est difficile à densifier (SPS, HIP...).

Dans tous les cas, les principaux mécanismes de frittage sont les mêmes et correspondent à un transport de matière initié par une force motrice.

I.1.1. Frittage naturel des céramiques

I.1.1.1. Définition du frittage

Le frittage est un processus physico-chimique qui consiste à chauffer un matériau, sous forme d'un compact pulvérulent en général, en dessous de sa température de fusion de manière à former un solide cohérent unique.

Dans certains cas, la composition chimique du matériau après frittage ne correspond pas à celle de la poudre initiale ; on parle alors de frittage réactif. La nature des composés chimiques de la poudre initiale permet de former de nouveaux composés ou d'aider à la densification du matériau.

Par ailleurs, il existe trois types de frittage (vitrification, frittage en phase liquide, frittage en phase solide). Dans le cadre de ce travail, nous ne traiterons que le cas du frittage en phase solide car il correspond au type de frittage que nous avons utilisé pour l'élaboration des matériaux analysés dans ce travail.

I.1.1.2. Force motrice du frittage

Pendant le frittage, l'énergie apportée par le chauffage initie des mécanismes diffusionnels de la matière, conduisant au soudage des grains. Thermodynamiquement, par effet de la température, la tension de surface oriente le système vers une diminution de son enthalpie libre par conséquence de la réduction de son énergie de surface. Ainsi, le processus de frittage dépend essentiellement de la taille des particules et de leur tension de surface. Plus la poudre est fine et pure, plus elle est réactive. Lors du frittage à l'état solide, les mécanismes de frittage sont des mécanismes de diffusion de la matière qui :

- diminuent l'aire des interfaces solide/gaz au profit des interfaces solide/solide moins énergétiques, par formation de cous entre les grains qui s'accompagne ou non de densification,
- diminuent le nombre d'interfaces solide/solide, c'est le phénomène de grossissement de grains.

I.1.1.3. Les étapes de la densification

La figure I.1 représente l'évolution de la densité relative d'un matériau ($\rho_{\text{apparente}}/\rho_{\text{théorique}}$) au cours de son frittage, ainsi que les différentes étapes de sa densification.

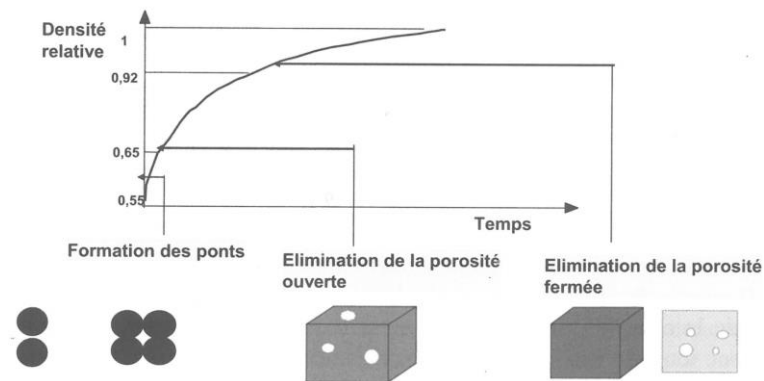


Figure I.1. Les différents stades du frittage en phase solide [1].

- **Stade initial du frittage : $0,5 < \text{densité relative} < 0,65$**

Au début du frittage, des ponts se forment entre les grains. Cette consolidation du matériau sans retrait est la conséquence d'activation des mécanismes non-densifiant que sont la diffusion superficielle et/ou le transport de matière en phase gazeuse.

À la fin du stade initial et au début du stade intermédiaire du frittage, les ponts sont édifiés et le matériau est constitué d'un squelette de grains soudés. La porosité est dite ouverte.

- ***Stade intermédiaire du frittage : $0,65 < \text{densité relative} < 0,92$***

L'élimination de la porosité ouverte se fait par transport de matière depuis le joint de grains vers la surface des pores par diffusion le long du joint de grains ou par diffusion en volume. La cohérence du matériau ne peut être conservée que si les centres des grains se rapprochent : ce phénomène de retrait est l'étape principale de la densification d'un matériau. À l'issue du stade intermédiaire du frittage, les pores sont isolés : on parle alors de porosité fermée.

- ***Stade final du frittage : $\text{densité relative} > 0,92$***

Le stade final du frittage consiste en l'élimination de la porosité fermée jusqu'à atteindre la densité théorique du matériau. C'est principalement au cours de cette étape que la densification est concurrencée par le phénomène de croissance des grains et par la présence de gaz occlus dans les pores notamment si ce gaz est insoluble dans le solide.

L'optimisation des paramètres de frittage (temps, température) peut être réalisée à l'aide d'un essai dilatométrique dans lequel on contrôle la montée en température et le temps de maintien lors d'un palier isotherme. L'évolution de la densité du matériau peut ainsi être suivie en fonction de la température, du temps et de la vitesse de frittage.

I.1.2. Mise en forme des céramiques

La mise en forme est une étape essentielle dans le processus de fabrication d'une céramique, car chaque application nécessite une forme ou géométrie précise : tasse, barrière thermique (revêtement en Al_2O_3 par exemple), prothèse dentaire (couronne en ZrO_2)... Par ailleurs, les propriétés physico-chimiques des matériaux céramiques, et surtout leur fragilité, leur dureté et leur haut point de fusion, sont un obstacle à leur mise en forme avec les méthodes classiques d'usinage. Généralement, une céramique peut être mise en forme à cru par :

- pressage uniaxial ou isostatique d'une poudre sèche,
- coulage dans un moule ou en bande, d'une barbotine dans laquelle la poudre est dispersée dans un milieu liquide,

- fabrication additive (stéréolithographie, jet d'encre...).

Le choix de la méthode de mise en forme dépend de plusieurs facteurs, notamment des propriétés désirées du compact ainsi que de la géométrie et des tolérances dimensionnelles, ainsi que du coût de production. Par ailleurs, il s'avère que l'utilisation d'un additif est parfois essentielle pour la mise en suspension de la poudre ou pour faciliter sa compaction. Ces additifs organiques sont généralement éliminés avant frittage par pyrolyse. Cette étape est appelée déliantage. Elle peut provoquer des défauts et des fissures au sein du compact cru si la vitesse de chauffage est supérieure à la vitesse de diffusion des gaz à travers le matériau.

La figure I.2 représente un organigramme qui décrit le processus d'élaboration d'une céramique. La structure finale du produit est en relation étroite avec la structure de la matière de départ, ainsi qu'avec l'histoire de fabrication et le processus thermique subis par le matériau durant sa transformation de poudre en pièce frittée. On peut ainsi contrôler les étapes d'élaboration afin d'obtenir la densité, la taille des grains ou la taille de pores souhaitées.

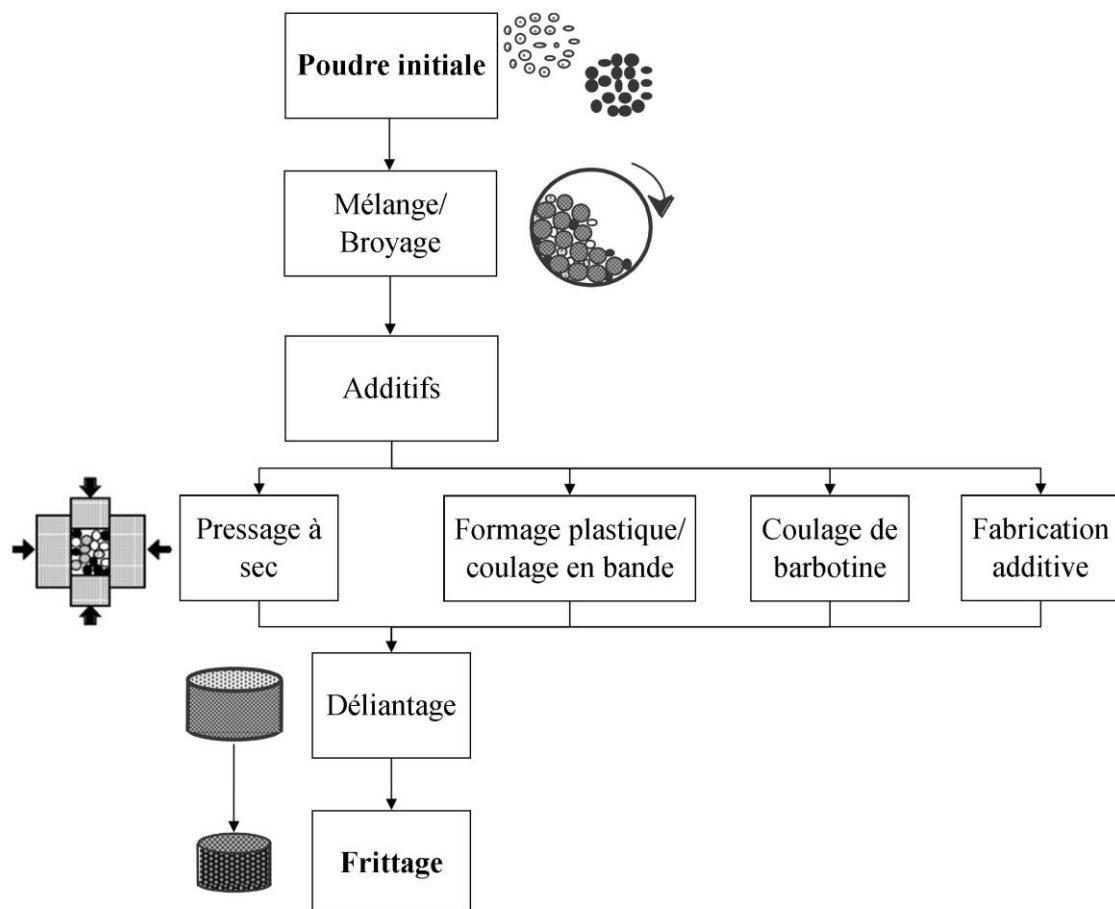


Figure I.2. Organigramme montrant les différentes étapes de la mise en œuvre des céramiques.

I.1.3. Revêtements céramiques

Les revêtements céramiques sont utilisés dans le milieu industriel, pour fonctionnaliser les surfaces et obtenir des propriétés biologiques (biomatériaux), tribologiques (revêtements anti-usure), thermiques (écrans thermiques). Il existe plusieurs procédés permettant d'élaborer des revêtements céramiques, dont les techniques de dépôt physique en phase vapeur PVD (Physical Vapor Deposition), de dépôt chimique en phase vapeur CVD (Chimical Vapor Deposition), de dépôt sol-gel et de dépôt par projection thermique. 65 % des dépôts céramiques dits épais ($> 50 \mu\text{m}$) sont obtenus par projection thermique [2]. La plus grande partie des revêtements projetés thermiquement est utilisée pour protéger des pièces de moteurs (environ 64 %), des outils de coupe (17 %) et comme protection contre l'usure (15 %) [2]. Actuellement, les techniques les plus utilisées pour la réalisation de dépôts par projection thermique sont :

- la flamme oxyacétylénique,
- la torche à détonation ou D-GunTM,
- la torche flamme supersonique (à grande vitesse) à l'oxygène HVOF (High Velocity Oxy-Fuel) ou à l'air HVAF (High Velocity Air-Fuel),
- l'arc électrique en utilisant deux fils consommables,
- la torche à plasma,
- l'arc transféré PTA (plasma transferred arc).

Chacune de ces techniques diffère principalement par la source d'énergie utilisée. Quelle que soit la technique de projection thermique, mis à part le PTA, les dépôts élaborés sont formés par un empilement de particules plus ou moins fondues accélérées dans l'écoulement gazeux, qui s'étalent et se solidifient sur la pièce à revêtir (Figure I.3).

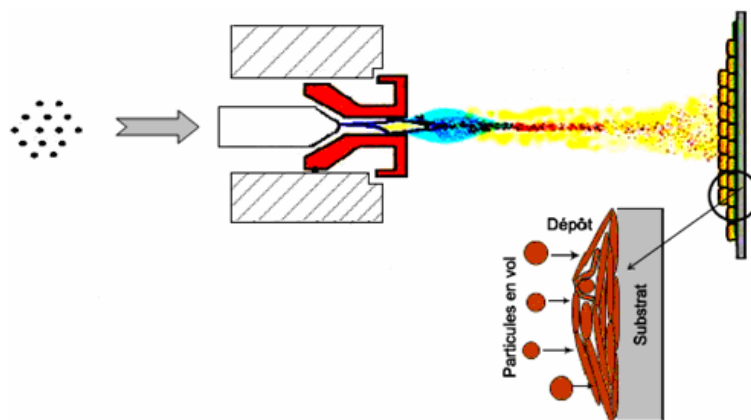


Figure I.3. Schéma de principe de la projection thermique [3].

Dans ce travail, les dépôts céramiques étudiés ont été élaborés avec la technique de projection par plasma.

- **La projection thermique par plasma**

Dans cette technique, l'énergie thermique est produite par un plasma à pression atmosphérique dans lequel un gaz neutre, ou réducteur, est partiellement ionisé lors de son passage à travers un arc électrique. Ce dernier est produit par une décharge de courant continu dont la puissance peut atteindre 250 kW pour certaines torches [2]. Une telle puissance produit un jet plasma avec une température entre 6000 K et 14000 K qui provoque la fusion des particules éjectées à hautes vitesses (jusqu'à 5 m/s) [2].

La nature du gaz plasmagène, son débit massique, ainsi que la puissance de la décharge électrique sont donc les paramètres opératoires qui ont une grande influence sur les propriétés du dépôt. Ce procédé est utilisé pour élaborer essentiellement des dépôts céramiques, métalliques mais aussi des cermets, dont l'épaisseur varie de quelques dizaines à plusieurs centaines de micromètres. Les dépôts obtenus présentent généralement une bonne adhérence au substrat, car les particules sont éjectées à grande vitesse. Ces revêtements permettent d'améliorer les propriétés mécaniques et tribologiques des matériaux métalliques [2].

I.1.4. Propriétés des matériaux céramiques

À l'exception des verres amorphes, les matériaux céramiques se caractérisent par leur microstructure polycristalline, c'est-à-dire comportant un grand nombre de grains bien ordonnés reliés par des zones moins ordonnées appelées joint de grains. La figure I.4 montre la microstructure d'une surface polie d'une alumine (Al_2O_3) et illustre les grains monocristallins, joints de grains et pores résiduels après le frittage du matériau. L'ensemble des propriétés microstructurales (taille et morphologie des grains et des phases, porosité ouverte ou fermée...) dépend du processus d'élaboration du matériau.

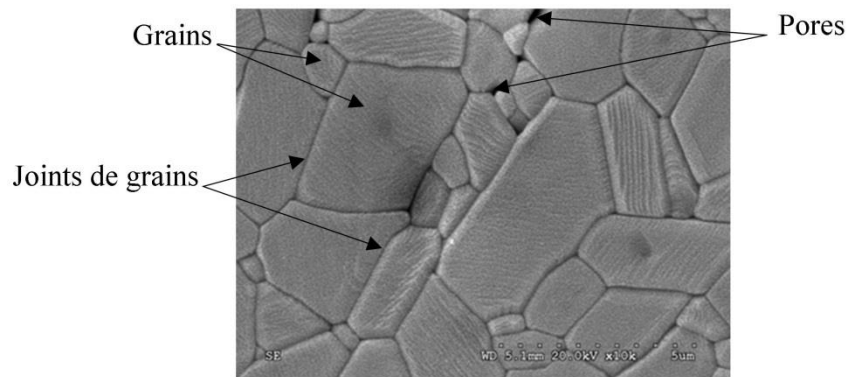


Figure I.4. Micrographie MEB d'une surface polie d'une alumine élaborée dans le cadre de ce travail.

Par ailleurs, les propriétés générales des matériaux céramiques découlent de leurs liaisons atomiques. En effet, la majorité des céramiques sont des oxydes (Al_2O_3 , SiO_2 , MgO), des carbures (WC , TiC , SiC) et des nitrures (Si_3N_4 , BN) élaborés à partir des premiers éléments de la classification périodique. Ils ont donc, pour la plupart, des liaisons atomiques fortes de type iono-covalente. Les céramiques sont des matériaux relativement légers, de masses volumiques similaires à celle de l'aluminium, de l'ordre de 2 à 4 g/cm^3 . Cela rend leur utilisation très avantageuse pour certaines applications où le gain de masse, et donc d'énergie, est nécessaire. De plus, la possibilité de contrôler le taux de porosité au cours du processus d'élaboration joue aussi un rôle important dans l'allègement des structures. D'autre part, les matériaux céramiques sont généralement de bons isolants électriques et thermiques. Cependant, certaines céramiques présentent des propriétés ferroélectriques (BaTiO_3), piézoélectriques (PZT) et semi-conductrices (SiC). Généralement, les matériaux céramiques ont des températures de fusion très élevées, une grande stabilité chimique et donc une bonne résistance à la corrosion. Cela permet leur utilisation dans des milieux agressifs notamment à température élevée où la majorité des matériaux fondent ou s'oxydent.

Par ailleurs, la forte liaison chimique des matériaux céramiques leur confère des modules d'élasticité et des duretés élevés. Les matériaux céramiques ont des modules d'élasticité compris entre 50 GPa et 1000 GPa. Ils ont des duretés très élevées pouvant atteindre 90 GPa pour le diamant. Quelques valeurs de dureté et de modules d'élasticité sont données dans le tableau I.1.

Tableau I.1. Module d'élasticité et dureté Vickers de quelques matériaux céramiques [1].

Matériau	Module d'élasticité (GPa)	Dureté Vickers (GPa)
Diamant	1000	90
SiC	410	33
Al ₂ O ₃	390	23
ZrO ₂	205	14
Silice vitreuse	70	5,5
NaCl	44	0,2

En contrepartie, ces matériaux sont très fragiles comme on peut le constater sur le diagramme d'Ashby [4] (Figure I.5) donnant la ténacité en fonction du module d'élasticité pour toutes les classes de matériaux. La ténacité des matériaux céramiques varie de 0,1 à 10 MPa.m^{1/2}. On peut remarquer sur la figure I.5, que les matériaux céramiques se situent près du seuil minimal de ténacité. Par conséquent, les matériaux céramiques ne présentent pratiquement aucune plasticité avant rupture. La contrainte à la rupture n'est pas une propriété intrinsèque des céramiques, car elle dépend de plusieurs paramètres microstructuraux comme la taille des grains, la porosité et elle est liée à la taille de la pièce. En effet, la ténacité dépend des défauts existant dans le matériau puisque la probabilité de fissuration augmente avec la quantité de défauts, tel que la porosité. Par conséquent, les matériaux céramiques présentent de meilleures propriétés en compression qu'en traction. Dans les céramiques poreuses, la compression provoque la fermeture des pores et l'effondrement des interfaces matière/porosité qui se traduit par un comportement appelé quasi-plasticité.

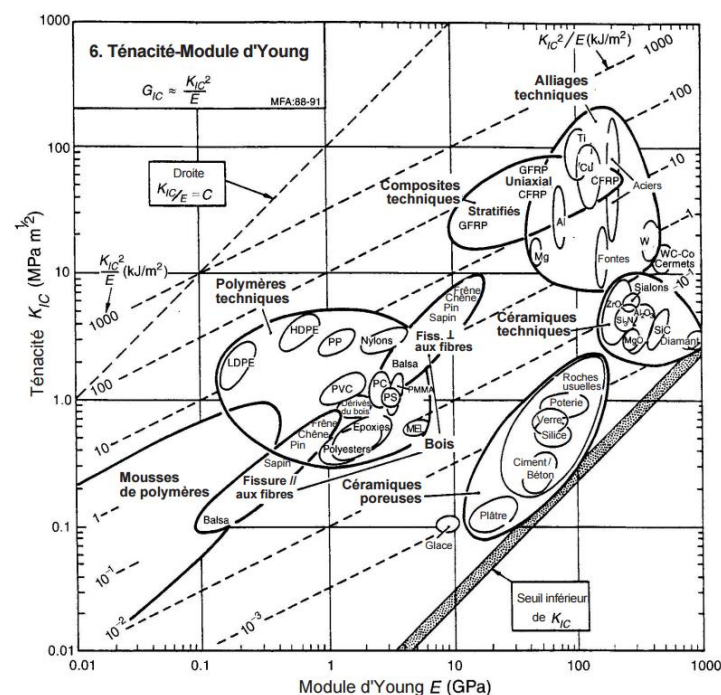


Figure I.5. Diagramme ténacité-module d'élasticité [4].

I.2. Généralités sur l'indentation

L'essai d'indentation consiste à enfoncer une pointe très dure (diamant ou carbure de tungstène) sur la surface de l'échantillon à caractériser, de manière à avoir une déformation permanente qui se traduit par une empreinte résiduelle après le retrait de la pointe. Cette déformation permanente correspond à une déformation plastique. Pour certains matériaux, en particulier les matériaux céramiques, la plasticité est liée à des mécanismes de microfissuration et/ou de densification, contrairement aux matériaux métalliques pour lesquels la plasticité est liée au mouvement des dislocations [5].

La dureté représente la résistance à la déformation plastique par indentation comme le propose Tabor [6] ou la pression moyenne de contact définie par Meyer [6,7].

L'indenteur peut prendre plusieurs géométries (sphère, pyramide, cône), d'où l'existence d'une variété d'essais d'indentation. Les principaux essais d'indentation sont présentés dans le tableau I.2. Il existe d'autres méthodes de mesure de la dureté qui ne sont pas incluses dans le tableau I.2, notamment l'essai de dureté Rockwell où la dureté est déterminée à partir de la profondeur d'indentation. Dans ce travail de recherche nous nous sommes limités aux essais de dureté par indentation Vickers et Knoop car ce sont des essais particulièrement adaptés pour la caractérisation des matériaux fragiles.

Dans un essai de dureté conventionnelle, la dureté s'exprime sous le nom du nombre de dureté, qui est lié au type d'indenteur utilisé, soit *HK* pour la dureté Knoop, *HV* pour la dureté Vickers et *HB* pour la dureté Brinell. La dureté d'un matériau, notée *H*, de manière générale, correspond au rapport entre la charge d'indentation et une aire représentative de l'empreinte résiduelle (Eq. I.1).

$$H = \frac{P}{A} \quad \text{Eq. I.1}$$

où *P* est la charge en mN et *A* l'aire représentative de l'empreinte en μm^2 . La dureté *H* s'exprime alors en GPa.

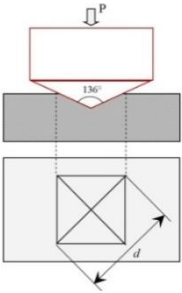
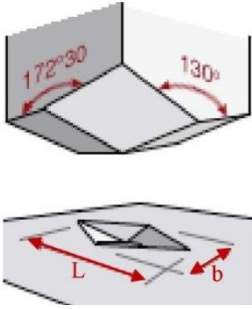
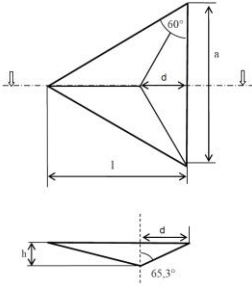
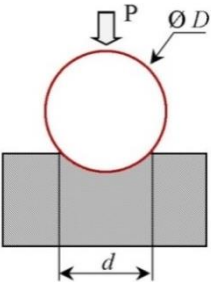
L'aire représentative de l'empreinte correspond à l'aire de contact réel entre l'indenteur et le matériau ou l'aire de l'empreinte résiduelle projetée en surface.

En indentation conventionnelle, sous charges discrètes, la mesure de la diagonale de l'empreinte se fait par microscopie optique ou électronique. Un calcul qui tient compte de la

géométrie de l'indenteur permet de déterminer l'aire représentative de l'empreinte et permet donc de calculer la dureté. En revanche, en indentation instrumentée, l'aire représentative de l'empreinte est déterminée à partir de la profondeur d'indentation et des lois développées par Sneddon [8].

Dans la suite nous soulignerons les principaux points importants et les précautions à prendre pour une mesure fiable et reproductible en utilisant cette technique, puisqu'elle sera le centre de ce travail.

Tableau I.2. Description des principaux essais d'indentation.

Type d'indenteur	Géométrie	Nombre de dureté	Surface représentative
Vickers : Pyramide à base carrée d'angle entre faces de 136°		$HV = 2 \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right) \cdot \left(\frac{P}{d^2}\right)$ $= 1,854 \frac{P}{d^2}$ HV en MPa, P en N et d en mm	Aire réelle de contact
Knoop : Pyramide à base losange de grande diagonale L et de petite diagonale b		$HK = \frac{2 \cdot \tan\left(\frac{172^\circ 30'}{2}\right) P}{\tan\left(\frac{130^\circ}{2}\right) L^2}$ $= 14,228 \frac{P}{L^2}$ HK en MPa, P en N et L en mm	Aire de contact projetée en surface
Berkovich : Pyramide à base triangulaire d'angle entre faces 65,3°		$H = \frac{P}{(4,95 \times d)^2}$ H en GPa, P en mN et d en mm	Aire réelle de contact
Brinell : sphère de diamètre D		$HB = \frac{2P}{\pi D \left(D - \sqrt{D^2 - d^2}\right)}$ HB en MPa, P en N et d en mm	Aire réelle de contact

Les différents indenteurs peuvent se répartir en deux grandes familles : indenteurs pyramidaux ou coniques et indenteurs sphériques.

Les indenteurs pyramidaux peuvent être assimilés à un indenteur conique avec un angle de cône équivalent permettant d'avoir la même relation géométrique entre l'aire indentée et la profondeur d'indentation que la pointe en question. Ceci veut dire que pour une profondeur de pénétration donnée, le cône équivalent déplace le même volume de matière que l'indenteur pyramidal [9]. Par conséquent, les équations établies par Sneddon [8] pour le cas d'un contact entre un cône rigide et un demi-espace élastique sont applicables à un indenteur pyramidal.

Pour un indenteur pyramidal ou conique, le rapport entre le rayon du cercle de contact et la profondeur d'indentation, a/h , reste constant quelle que soit la profondeur d'indentation (Figure I.6). Ce type d'indenteur est dit géométriquement similaire. Cela se traduit par une déformation constante, quelle que soit la profondeur d'indentation et quelle que soit la charge appliquée sur l'indenteur.

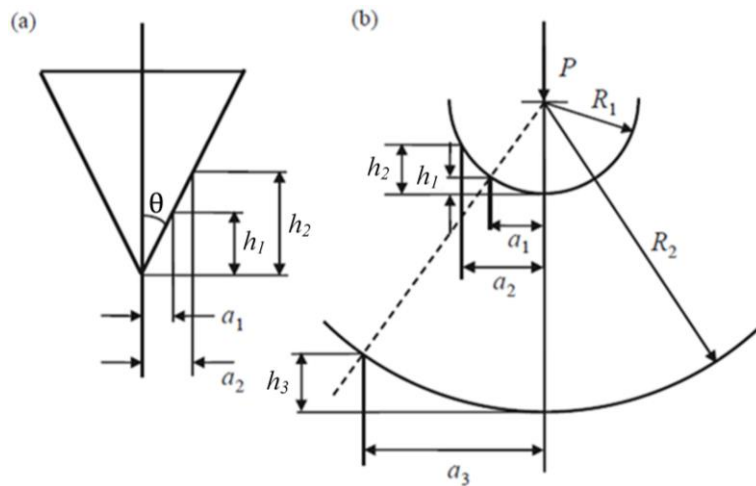


Figure I.6. Similarité géométrique (a) d'un indenteur pyramidal ou conique, (b) indenteur sphérique. Pour l'indenteur conique, $a_1/h_1 = a_2/h_2$. Pour l'indenteur sphérique, $a_1/h_1 \neq a_2/h_2$ mais $a_1/h_1 = a_3/h_3$ si $a_1/R_1 = a_3/R_2$ [10].

Inversement dans le cas d'un indenteur sphérique, le rapport entre le rayon de contact et la profondeur d'indentation a/h augmente avec la charge. L'indenteur sphérique n'est pas géométriquement similaire.

La similarité géométrique d'un indenteur est un facteur important pour la mesure de dureté. En effet, dans ce cas seulement la dureté est théoriquement indépendante de la charge de l'essai et est alors une caractéristique intrinsèque au matériau. Pour cette raison, les indenteurs pyramidaux (ou coniques) sont privilégiés pour la mesure de dureté.

Pourtant, l'indentation sphérique est couramment utilisée pour la caractérisation des matériaux fragiles [11,12], et des céramiques poreuses [13]. Ce type d'indentation se rapproche d'un essai de compression conventionnel [14] et permet de déterminer les propriétés élastiques du matériau [11,12,14] en se basant sur les équations de contact élastique de Hertz [15].

I.3. L'indentation instrumentée

I.3.1. Généralités

Afin de caractériser les matériaux fragiles, sensibles à la fissuration, et les couches minces, il est préférable d'appliquer de petites charges d'indentation. Cependant, en indentation conventionnelle, plus l'empreinte est petite plus les erreurs de mesure optique dimensionnelle augmentent. C'est pour répondre à cette problématique que le premier appareil d'indentation instrumentée, permettant d'enregistrer en continu la charge appliquée en fonction du déplacement de l'indenteur, a été mis au point par Martens [16]. Le résultat est une courbe charge – déplacement comme le montre la figure I.7. La plus grande avancée dans le domaine a été apportée par le développement des premières méthodes d'analyse de l'essai d'indentation instrumentée (*instrumented indentation test – IIT*) par Loubet *et al.* [17] et par Doerner et Nix [18]. L'interprétation de l'essai d'indentation instrumentée telle que nous le connaissons aujourd'hui, repose sur l'analyse de la partie de déchargement de la courbe charge – décharge, développée par Oliver et Pharr [19]. En se basant sur les équations de contact élastique établies par Sneddon, Oliver et Pharr ont développé une méthode d'analyse permettant de déterminer le module d'élasticité et la dureté du matériau en mesurant la pente au début de la courbe de déchargement (Figure I.7).

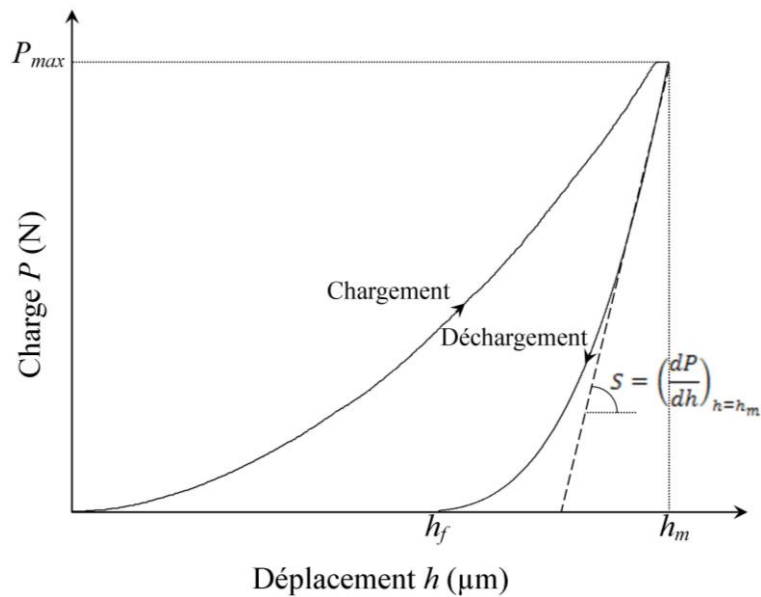


Figure I.7. Courbe charge – déplacement d’un essai d’indentation instrumentée. S représente la pente de la tangente à la courbe au début du déchargement.

L’essai peut être piloté en contrôlant la force ou le déplacement de l’indenteur, même si le pilotage en force est préféré par les opérateurs.

En plus de la dureté et du module d’élasticité, d’autres informations, comme le travail d’indentation élastique et plastique, peuvent être déterminées par mesure des aires sous la courbe [20–22]. Cette technique permet d’étudier également le comportement au fluage par indentation [23,24], de simuler le comportement en fatigue des matériaux par indentation cyclique [25,26] ou d’évaluer le profil de propriétés mécaniques des matériaux multicouches et des surfaces traitées chimiquement [27–29].

Toutes ces possibilités d’essai font de cet outil d’analyse, un outil très intéressant. Il est parmi les techniques les plus utilisées en caractérisation mécanique.

I.3.2. Détermination des propriétés mécaniques

I.3.2.1. Dureté

La dureté peut être déterminée selon la définition de Meyer [6,7] en fonction de l’aire de contact projetée en surface, ou selon la définition de Tabor [6,7] en fonction de la pression de contact donc à partir de l’aire de contact réelle.

La détermination de l’aire de contact (réelle ou projetée) nécessite de connaître les paramètres géométriques de la pointe, en particulier son demi-angle au sommet θ , et de la profondeur h . Les expressions nécessaires pour le calcul des aires projetées, A_P , et réelles A_T ,

dans le cas des indenteurs pyramidaux sont rassemblées dans le tableau I.3. Les angles des cônes équivalents Ψ sont également indiqués. Les aires réelles, $A_T(eff)$ et projetée $A_P(eff)$, calculées à partir de l'angle du cône équivalent pour chaque indenteur, sont également indiquées dans le tableau I.3. Dans tous les cas d'indenteurs pyramidaux, l'aire de contact A s'exprime en fonction de la profondeur h suivant la relation suivante :

$$A = k \cdot h^2 \quad \text{Eq. I.2}$$

Où k représente un coefficient géométrique qui dépend de l'indenteur et de l'aire considérée.

Tableau I.3. Géométries et expressions des aires pour les indenteurs pyramidaux.

Type d'indenteur	Berkovich modifié	Vickers	Knoop
θ	65,27°	68°	$\theta_1=86,25^\circ$ $\theta_2=65^\circ$
Ψ	70,3°	70,3°	77,64°
A_P	$3\sqrt{3} \tan^2 \theta \cdot h^2$ $= 24,5 \cdot h^2$	$4 \tan^2 \theta \cdot h^2 = 24,5 \cdot h^2$	$2 \tan \theta_1 \tan \theta_2 \cdot h^2$ $= 65,42 \cdot h^2$
$A_P(eff)$	$\pi \tan^2 \Psi \cdot h^2$ $= 24,5 \cdot h^2$	$\pi \tan^2 \Psi \cdot h^2 = 24,5 \cdot h^2$	$\pi \tan^2 \Psi \cdot h^2 = 65,42 \cdot h^2$
A_T	$3\sqrt{3} \frac{\tan \theta}{\cos \theta} \cdot h^2$ $= 26,98 \cdot h^2$	$4 \frac{\tan \theta}{\cos \theta} \cdot h^2 = 26,43 \cdot h^2$	$2 \frac{1}{\cos \theta_1} \frac{1}{\cos \theta_2} \cdot h^2$ $= 72,36 \cdot h^2$
$A_T(eff)$	$\pi \frac{\tan \Psi}{\cos \Psi} h^2$ $= 26,03 \cdot h^2$	$\pi \frac{\tan \Psi}{\cos \Psi} h^2 = 26,03 \cdot h^2$	$\pi \frac{\tan \Psi}{\cos \Psi} h^2 = 66,98 \cdot h^2$

- **Dureté *HIT***

En indentation instrumentée, la dureté d'Oliver et Pharr, dite dureté de contact et notée *HIT*, reprend la définition de la dureté Meyer. Elle est calculée en fonction de l'aire projetée du contact entre le matériau et l'indenteur, notée A_c . Son calcul fait intervenir une hauteur dite de contact dont nous verrons la définition dans ce qui suit (partie I.3.3). La relation qui lie la dureté *HIT* à l'aire de contact A_c ou à la profondeur de contact h_c est la suivante :

$$HIT = \frac{P}{A_c} = \frac{P}{k \cdot h_c^2} \quad \text{Eq. I.3}$$

où A_c représente l'aire de contact projetée et k vaut 24,5 pour un indenteur Vickers ou Berkovich (modifié) et 65,42 pour un indenteur Knoop (*cf.* Tableau I.3).

- **Dureté Vickers en indentation instrumentée**

Le calcul de la dureté Vickers à partir des diagonales d'empreinte ne prend en compte que la déformation plastique sous l'indenteur. En outre, Oliver et Pharr [19] ont montré par observation AFM d'empreintes Berkovich, que l'aire de contact projetée A_c , calculée à partir de la profondeur de contact h_c , est égale à l'aire projetée calculée à partir des diagonales de l'empreinte résiduelle. Ceci a également été vérifié par d'autres chercheurs [30–36], dans le cas d'indentations Vickers. Par conséquent, on peut en déduire que les diagonales de l'empreinte résiduelle sont géométriquement liées à la hauteur de contact h_c , comme le montre la figure I.8.a, et non pas à la hauteur maximale h_m . Selon la norme ISO 14577:2015 [37], il est possible de calculer la dureté Vickers, en indentation instrumentée, en utilisant la relation suivante :

$$HV = \frac{P}{26,43 \cdot h_c^2} \quad \text{Eq. I.4}$$

Il est important à noter que cette condition n'est vraie que pour le cas des matériaux durs qui ne présentent pas de bourrelet autour de l'empreinte (voir partie I.3.3).

- **Dureté Martens**

La dureté Martens H_M est calculée à partir de la profondeur d'indentation maximale h_m . Elle prend en compte les déformations plastiques mais aussi les déformations élastiques ainsi que les fissurations qui peuvent survenir aux coins des indenteurs (dans le cas notamment des matériaux fragiles). La dureté Martens H_M est calculée à partir de l'aire de contact réelle qui est fonction de la profondeur maximale.

$$H_M = \frac{P}{k \cdot h_m^2} \quad \text{Eq. I.5}$$

où k vaut 26,43 pour un indenteur Vickers et 72,36 pour un indenteur Knoop (*cf.* Tableau I.3).

I.3.2.2. Module d'élasticité

- **Solution de Sneddon**

La première formulation pour un contact élastique entre un indenteur conique et supposé rigide, et une surface plane a été proposée par Sneddon [8] (Figure I.8.a).

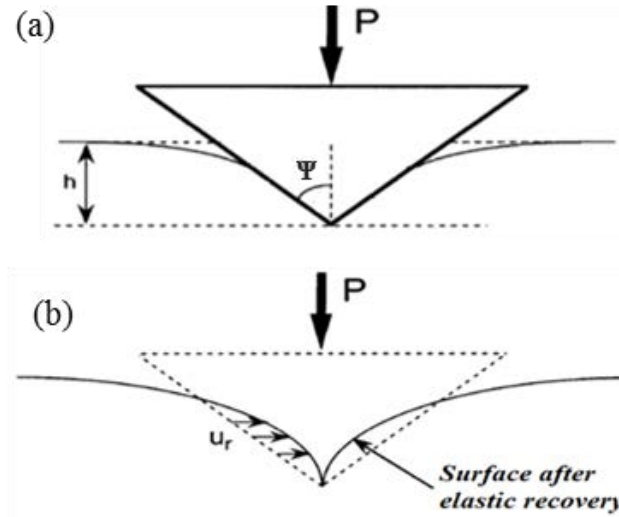


Figure I.8. Représentation schématisée de la zone de contact (a) sous chargement, (b) après dégagement de l'indenteur [38].

Elle relie le module d'élasticité E et le coefficient de Poisson ν de la surface indentée à la charge P appliquée par :

$$P = \frac{\pi}{2} \frac{E}{(1 - \nu^2)} a^2 \cdot \tan \Psi \quad \text{Eq. I.6}$$

où Ψ représente le demi-angle au sommet de l'indenteur conique et a représente le rayon du cercle de contact (Figure I.8.a). Avec :

$$h_m = \frac{1}{2} \pi a \tan \Psi \quad \text{Eq. I.7}$$

En se basant sur cette relation, Oliver et Pharr [19] proposent de déterminer le module d'élasticité en considérant le retour élastique du matériau au cours du déchargement. Oliver et Pharr [19] montrent que, pour tous types d'indenteurs (paraboloïdes de révolution, indenteurs pyramidaux), la raideur de contact S est fonction des propriétés élastiques du matériau et de l'indenteur comme suit :

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_m} = 2aE_r = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c} \quad \text{Eq. I.8}$$

Où E_r représente le module réduit qui dépend des modules d'élasticité et des coefficients de Poisson du matériau (E, ν) et de l'indenteur (E_i, ν_i) :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1 - \nu^2)}{E} + \frac{(1 - \nu_i^2)}{E_i} \quad \text{Eq. I.9}$$

- **Correction de la formulation de Sneddon**

La relation de Sneddon a été établie pour un indenteur conique. Or, plusieurs auteurs [39–45] ont montré que cette relation doit être corrigée pour les autres types d'indenteur. Ils ont proposé d'introduire un coefficient de correction β dans la formulation de Sneddon.

Par ailleurs, Sneddon [46] a montré que des déplacements radiaux ont lieu à l'intérieur de l'empreinte au moment du dégagement du cône (Figure I.8.b). Ces déplacements dépendent du coefficient de Poisson du matériau et de l'angle du cône.

La forme de la zone de contact déformée dans le problème modélisé par Sneddon [8] n'est pas parfaitement conique comme le montre la figure I.8.b. Ces déplacements ont néanmoins été négligés par Oliver et Pharr [19].

Hay *et al.* [38] ont proposé de prendre en compte ces déformations radiales en considérant un indenteur conique d'angle Ψ_{eff} tel que $\Psi_{\text{eff}} > \Psi$. L'angle Ψ_{eff} est supérieur à l'angle du cône Ψ d'une proportion liée au retour radial, de manière à ce qu'après le retour élastique Ψ_{eff} soit égal à l'angle de cône Ψ (Figure I.9).

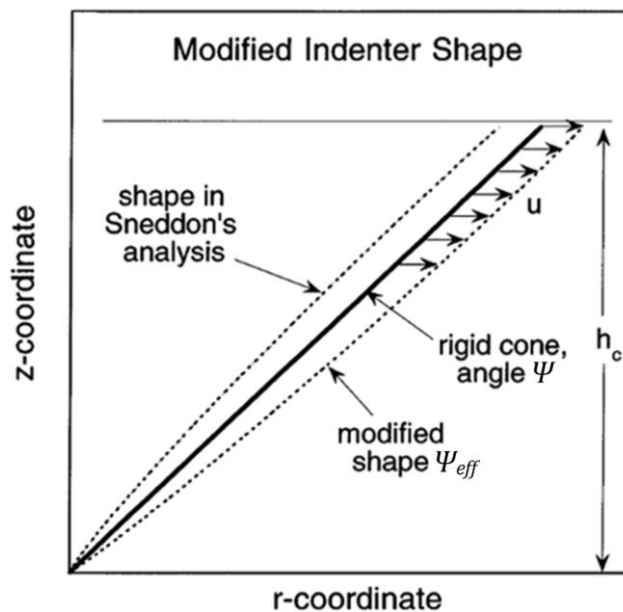


Figure I.9. Représentation schématique de la modification de la forme du cône pénétrateur proposé par Hay *et al.* [38].

Hay *et al.* [38] définissent l'angle Ψ_{eff} à partir de la relation :

$$\tan \Psi_{eff} = \gamma \tan \Psi \quad Eq. I.10$$

Où γ représente un coefficient de correction ($\gamma > 1$) qui dépend du coefficient de Poisson du matériau indenté ν et du demi-angle de cône équivalent de l'indenteur Ψ :

$$\gamma = \pi \frac{\pi/4 + 0.1548 (1 - 2\nu)/(4(1 - \nu)) \cot \Psi}{(\pi/2 - 0.8312 (1 - 2\nu)/(4(1 - \nu)) \cot \Psi)^2} \quad Eq. I.11$$

Afin de prendre en compte les deux coefficients de correction, de nombreux auteurs [47–50] introduisent ces coefficients dans la relation I.8. Cette relation devient alors :

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_m} = \frac{2\beta\gamma}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c} \quad Eq. I.12$$

Pour un indenteur ayant une symétrie de révolution, le facteur β est égal à 1, tandis que pour les autres indenteurs sa valeur reste un sujet de discussion [39–41,44,45]. Cependant, le facteur de forme β ne dépend que de la forme de l'indenteur. Ainsi, Oliver et Pharr [42] ont montré qu'une valeur égale à 1,05 permet d'avoir des erreurs ne dépassant pas 5% pour le calcul du module d'élasticité.

Comme nous venons de le voir, il est donc clair que le paramètre clé pour évaluer d'une manière précise les propriétés mécaniques, que ce soit la dureté ou le module d'élasticité, est la détermination de l'aire de contact A_c qui se calcule à partir de la profondeur de contact. Cette profondeur n'étant pas accessible par observation de l'empreinte, c'est l'analyse d'une courbe d'indentation qui va nous la donner. Le paragraphe suivant présente la méthodologie généralement employée pour l'exploitation des données d'un essai *IIT*.

I.3.3. Analyse d'une courbe d'indentation

La courbe obtenue à l'aide d'un essai *IIT* représente l'évolution de la charge en fonction de l'enfoncement de l'indenteur dans le matériau au cours du cycle d'indentation, comme le montre la figure I.7.

Elle présente deux parties distinctes relatives au cycle de chargement et de déchargement. La première partie de charge correspond à l'enfoncement de la pointe d'indentation jusqu'à la pénétration maximale h_m , correspondant à la charge maximale appliquée P_{max} . Elle représente à la fois les contributions élastiques et plastiques, et ne peut donc pas être exploitée

directement pour le calcul de la dureté. Elle peut être modélisée par une loi puissance qui relie la charge P à la profondeur de pénétration h comme suit :

$$P = C \cdot h^m \quad \text{Eq. I.13}$$

Où C et m représentent des coefficients qui dépendent du type d'indenteur et du matériau indenté.

La surface de contact indenteur/matériau est calculée à partir de la profondeur de contact h_c qui représente la hauteur de la zone déformée plastiquement (Figure I.10).

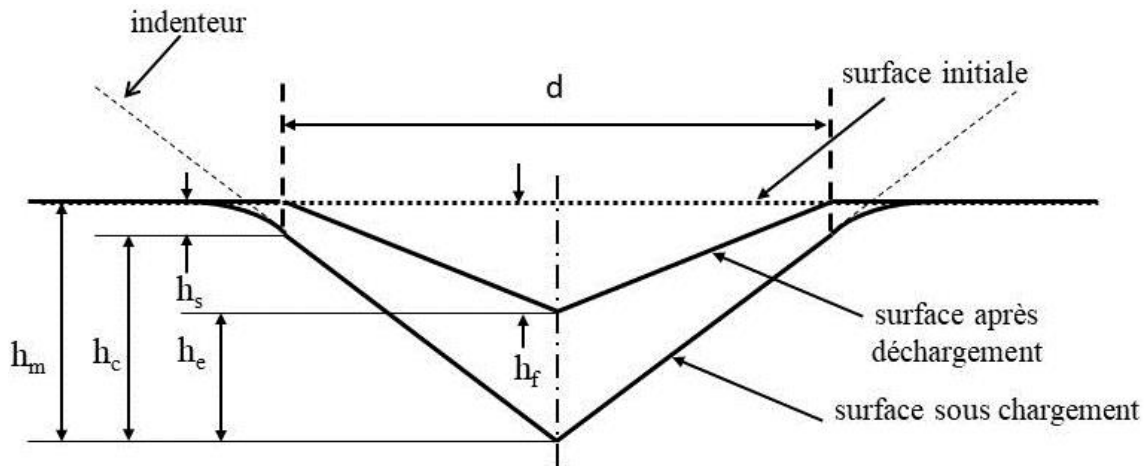


Figure I.10. Représentation de la géométrie d'indentation à charge maximale et après déchargement pour un indenteur conique idéal.

La hauteur de contact h_c peut être calculée à partir de la relation suivante :

$$h_c = h_m - h_s \quad \text{Eq. I.14}$$

dans laquelle h_s correspond à la déflexion élastique du matériau sous charge qui est restituée à la décharge. La déflexion élastique h_s est liée aux propriétés élastoplastiques du matériau, en particulier au rapport H/E . L'exemple du contact schématisé sur la figure I.10, représente le cas d'un matériau avec un rapport H/E élevé, où la partie élastique se traduit au niveau du contact par une déflexion h_s à la surface de l'échantillon. Ce mode de déformation est appelé *sink-in*. Après la décharge, l'empreinte résiduelle a une profondeur h_f . La courbe de déchargement (Figure I.7) n'est pas linéaire dans le cas d'une indentation pyramidale ou conique. En effet, lors du retour élastique, la surface de l'empreinte se déforme élastiquement et ne reste pas parallèle à la surface de contact indenteur/matériau à h_m . La rigidité du matériau est alors calculée à partir de la pente S au début de la décharge, dans le but de s'affranchir des déformations élastiques de l'empreinte.

Contrairement à un essai d'indentation conventionnelle où l'aire prise en compte dans l'équation I.1 est déterminée par mesure optique, l'essai d'indentation instrumentée prend en compte les profondeurs enregistrées au cours de l'essai pour déterminer cette aire. Elle peut être l'aire maximale déterminée à partir de la profondeur maximale atteinte par l'indenteur au cours de l'essai ou bien l'aire réelle de contact entre le matériau et l'indenteur, si elle est calculée à partir de la profondeur de contact h_c . Dans le premier cas, le nombre de dureté prend en compte la déformation élastique et plastique du matériau. Toutefois, comme nous l'avons mentionné précédemment (partie I.2), la dureté conventionnelle est calculée à partir de l'empreinte résiduelle donc à partir de l'empreinte déformée plastiquement. On ne peut donc pas comparer un nombre de dureté mesuré par indentation instrumentée à un nombre mesuré à partir de la mesure optique de l'empreinte, sauf si la dureté mesurée par indentation instrumentée est calculée à partir de la profondeur de contact h_c . Dans ce cas ($H=f(h_c)$), la dureté obtenue est supérieure à celle qui est calculée à partir de la profondeur maximale.

Pour calculer la profondeur de contact h_c , Loubet *et al.* [17] et Doerner et Nix [18] considèrent que la réponse élastique au début de déchargement, lors d'un essai avec un indenteur pyramidal ou conique, peut être comparée à celle d'un contact engendré par un indenteur plat. Dans le cas d'un indenteur plat, la surface de contact se déplace élastiquement, lors du retrait de l'indenteur, pour avoir un chargement linéaire. Par analogie, Loubet *et al.* [17] ainsi que Doerner et Nix [18] considèrent qu'un indenteur pyramidal ou conique est équivalent à un indenteur plat en début de retrait de l'indenteur.

Ainsi, comme le montre la figure I.11, la raideur de contact S et la profondeur de contact h_c peuvent être calculées à partir de la pente de la courbe de déchargement, au début du retrait de l'indenteur :

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_m} \quad \text{Eq. I.15}$$

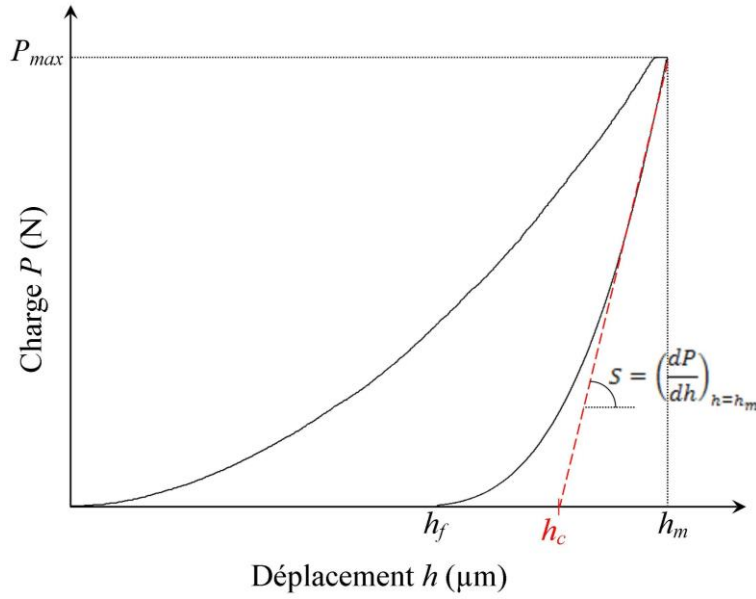


Figure I.11. Représentation de la profondeur de contact par la méthode Doerner et Nix [18].

Cependant, cette approche n'est vérifiée que pour les matériaux ayant un faible rapport H/E ($H/E < 0,02$). Oliver et Pharr [19] ont montré que, pour la plupart des matériaux, l'aire de contact d'un indenteur conique ou pyramidal, varie continuellement au cours du déchargement puisque l'angle de l'empreinte augmente au fur et à mesure du retrait de l'indenteur. Par conséquent, la courbe de décharge n'est jamais linéaire, même en début de déchargement. Oliver et Pharr [19], modélisent la courbe de déchargement par une loi puissance reliant la charge appliquée P à la profondeur de pénétration associée h et la profondeur résiduelle h_f :

$$P = B(h - h_f)^m \quad \text{Eq. I.16}$$

où B , h_f et m représentent des paramètres obtenus par lissage de la courbe de déchargement. Ces paramètres dépendent du matériau, de la charge appliquée et de l'indenteur utilisé.

Ainsi, la raideur de contact est calculée à partir de relations I.15 et I.16 :

$$S = \left(\frac{dP}{dh}\right)_{h=h_m} = mB(h_m - h_f)^{m-1} \quad \text{Eq. I.17}$$

h_f est un paramètre de lissage alors que sa valeur peut être lue directement sur la courbe charge – déplacement. En effet, la valeur expérimentale ne correspond pas toujours à la vraie profondeur résiduelle de l'empreinte [19,50,51]. Ceci est dû à un artefact, non expliqué à ce jour pouvant subvenir à la fin du déchargement. Par conséquent, seule la partie de la courbe

de déchargement comprise entre 98% et 40% de la charge maximale est généralement considérée pour le lissage [50].

Comme nous l'avons montré dans la relation I.14, la profondeur de contact h_c dépend de la déflexion élastique h_s (Figure I.10). Oliver et Pharr [19] relient la déflexion élastique h_s à la charge d'indentation maximale P_{max} et la rigidité de contact S suivant la relation suivante :

$$h_s = \varepsilon \frac{P_{max}}{S} \quad \text{Eq. I.18}$$

où ε est une constante qui dépend de la géométrie de l'indenteur. Pour un poinçon plat, sa valeur est égale à 1, et le modèle revient donc à traduire la hauteur de contact déterminée par Doerner et Nix [18]. Pour un indenteur conique ou un paraboloïde de révolution qui se rapproche d'une sphère, sa valeur varie entre 0,72 et 0,79 [52]. Cependant, Oliver et Pharr [19] montrent que la valeur de 0,75 pour ε est une bonne approximation pour la majorité des matériaux [42,52]. Par conséquent la profondeur de contact h_c peut être obtenue par la relation suivante :

$$h_c = h_m - \varepsilon \frac{P_{max}}{S} \quad \text{Eq. I.19}$$

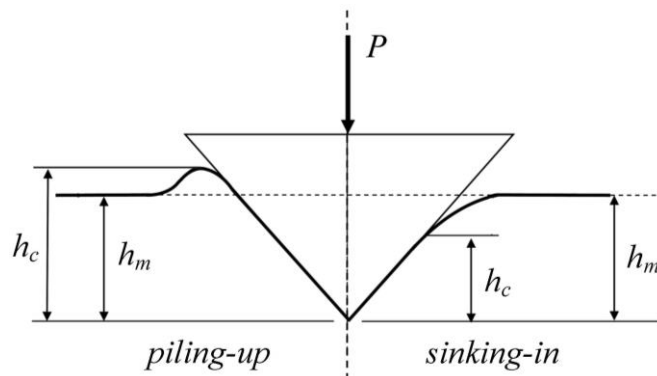


Figure I.12. Représentation des modes de déformation « pile-up » et « sink-in » survenant au cours d'un essai d'indentation avec un pénétrateur pyramidal.

Par ailleurs, la relation I.14 suppose que le matériau se tire élastiquement vers le bas au moment de chargement (Figure I.10). Ce mode de déformation élastique qu'on appelle *sink-in*, se rencontre pour les matériaux à forte élasticité (grand rapport H/E), comme les céramiques et les verres. Pour les matériaux peu élastiques, ayant un faible rapport H/E ($H/E < 0,02$), comme les métaux, le mode de déformation est plutôt représenté par un bourrelet sur la surface indentée (Figure I.12). Ce mode de déformation est appelé *pile-up*. Le bourrelet s'il est formé, augmente l'aire de contact. Dans ce cas, le modèle d'Oliver et Pharr [19]

(Eq.I.19) ne peut pas s'appliquer. Loubet *et al.* [17] ont proposé le modèle suivant permettant de déterminer la profondeur de contact h_c pour les matériaux qui présentent un *pile-up* :

$$h_c = 1,2 \cdot \left(h_m - \frac{P_{max}}{S} \right) \quad \text{Eq. I.20}$$

La détermination de la hauteur de contact nécessite donc de prendre certaines précautions afin de choisir le modèle adéquat pour chaque matériau indenté en fonction de ses propriétés élastoplastique, en particulier du rapport H/E . Cependant, ce rapport est souvent inconnu puisqu'il fait l'objet de l'essai. Ipso facto, plusieurs auteurs [45,53–55] se sont intéressés à la détermination d'un critère permettant de connaître le mode de déformation, c'est-à-dire *sink-in* ou *pile-up*. Toutes les études, qu'elles soient numériques ou expérimentales, ont montré que le mode de déformation est lié au rapport h_f/h_m . Il a été montré par simulation numérique [45,55], que quels que soient le matériau et les indenteurs utilisés, le rapport h_f/h_m est relié au rapport H/E par une loi polynomiale :

$$\frac{h_f}{h_m} = a_0 \left(\frac{H}{E} \right)^2 + a_1 \left(\frac{H}{E} \right) + a_2 \quad \text{Eq. I.21}$$

Où a_i sont des constantes de lissage qui dépendent du matériau.

On trouve dans la littérature un critère test Δ pour lequel l'indice h_f/h_m donne une information sur le mode de déformation. Les matériaux pour lesquels $h_f/h_m > \Delta$ le mode « *pile-up* » se produit alors que le mode « *sink-in* » intervient dans le cas où le rapport $h_f/h_m < \Delta$. Giannakopoulos et Suresh [45] ont montré par simulation numérique, dans le cas d'indentation Vickers et Berkovich, que la valeur de Δ est de 0,875. Récemment, ils ont confirmé cette valeur dans le cas d'un indenteur Knoop [55]. D'autres études numériques [54] et expérimentales [53] ont obtenu une valeur $\Delta = 0,83$. Cette valeur a été retenue dans ce travail car elle a été calculée numériquement [54] puis validée expérimentalement [53].

I.3.4. Correction des données d'indentation

La précision sur les valeurs des propriétés mécaniques déterminées par indentation instrumentée est conditionnée par la précision des données extraites de l'essai. Il est donc nécessaire de prendre en considération toutes les sources d'erreurs de mesures, en particulier de la profondeur d'indentation. Les principaux paramètres affectant les mesures sont : le point de contact, la complaisance de la machine, et l'émoussement de la pointe de l'indenteur

[10,51]. Avec le développement et la sophistication des instruments de mesure, il est possible aujourd'hui de détecter le point de contact avec précision en contrôlant parfaitement la vitesse d'approche de l'indenteur et l'intervalle de collecte des mesures. Par contre, il est plus important de présenter les corrections et les précautions à mettre en œuvre pour tenir compte de la déformation de la machine et du défaut de pointe.

I.3.4.1. Défaut de pointe

En réalité, aucun indenteur n'est parfaitement pointu comme le montre la figure I.13.

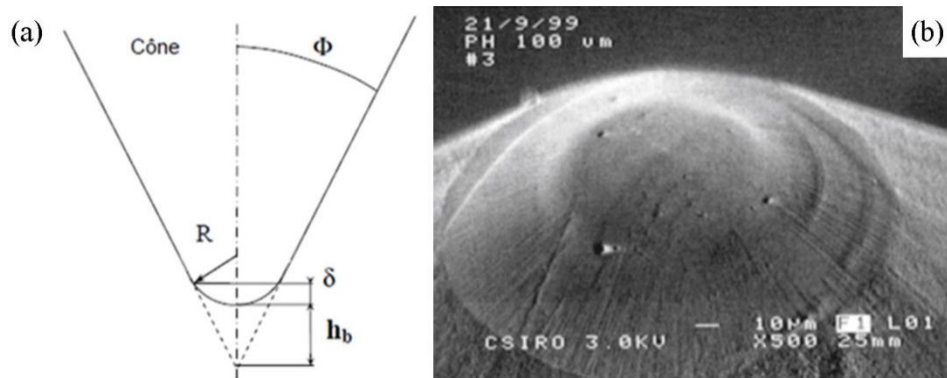


Figure I.13. (a) Schéma d'une pointe émoussée assimilée à une calotte sphérique tronquée par rapport à la pointe du cône équivalent supposé parfait, (b) micrographie MEB d'un indenteur conique avec émoussement de rayon 100μm [10].

Les indenteurs pyramidaux et coniques ont des pointes émoussées plus ou moins arrondies. Or, les relations déterminant l'aire de contact sont établies dans le cas de pointes idéales parfaitement pointues. Dans le cas d'une pointe émoussée, la pénétration est plus faible que celle qui serait atteinte si l'indenteur était parfaitement pointu. Par conséquent, le matériau apparaît plus rigide qu'il ne l'est en réalité et les propriétés mécaniques seront surestimées. Une correction géométrique liée au défaut de pointe, est donc nécessaire pour calculer une aire de contact réelle. Ce type de correction doit être fait régulièrement au cours de l'utilisation de l'indenteur, au fur et à mesure qu'il s'use.

En nanoindentation, Oliver et Pharr [19] expriment l'aire de contact en fonction de la profondeur d'indentation au moyen d'une relation polynomiale:

$$A = C_0 h^2 + C_1 h^1 + C_2 h^{1/2} + C_3 h^{1/4} + \dots + C_8 h^{1/128} \quad \text{Eq. I.22}$$

Où les coefficients C_i sont des constantes déterminées par lissage de la fonction d'aire.

La détermination des coefficients de lissage de cette fonction d'aire de contact nécessite un grand nombre de points expérimentaux. C'est pourquoi, l'utilisation de cette fonction

d'aire de contact est principalement utilisée en mode de mesure de la raideur en continu (Continuous Stiffness Measurement ou le mode CSM) en nanoindentation.

D'autres auteurs ont proposé des fonctions de calibration basées sur le rayon de courbure du défaut de pointe [30,56]. Une autre approche plus simple est celle proposée par Gong *et al.* [57] et Troyon et Huang [47]. Cette approche consiste à additionner la troncature h_b du défaut de pointe, mesurée par MEB, à la profondeur d'indentation pour obtenir la profondeur d'indentation qui serait celle obtenue dans le cas d'un indenteur parfait (Figure I.13.a). L'expression de l'aire de contact devient donc :

$$A = k \cdot (h + h_b)^2 \quad \text{Eq. I.23}$$

où k est une constante géométrique qui dépend du type d'indenteur et de l'aire de contact recherchée (projetée ou réelle, cf. Tableau I.3).

Mais attention, cette correction n'est valable que pour des pénétrations supérieures à 200 nm, ce qui est généralement le cas en micro-indentation.

D'autres relations permettant de prendre en considération le défaut de pointe pour des profondeurs nanométriques existent dans la littérature [30,56,58–62]. En se basant sur les travaux d'Antunes *et al.* [62] et Berla *et al.* [56], Chicot *et al.* [63] proposent une relation qui tient compte du défaut de pointe au nanomètre près :

$$A = k \cdot \left[h + h_b \left(1 - \exp \left[-2 \frac{h}{h_b} \right] \right)^{3/2} \right]^2 \quad \text{Eq. I.24}$$

I.3.4.2. Complaisance de l'instrument

Un autre élément à prendre en considération est la raideur de l'instrument. En effet, toute déformation de l'instrument au cours de l'essai est considérée par le capteur de déplacement comme étant un déplacement dans l'échantillon. De ce fait, la valeur de la complaisance totale du système C_T , qui est l'inverse de la raideur de contact mesurée $1/S$, comporte une contribution liée à l'instrument, notée C_f [51] (Eq. I.25).

$$C_T = \frac{1}{S} = C + C_f \quad \text{Eq. I.25}$$

C représente la complaisance du matériau analysé.

En introduisant la relation I.12 dans la relation I.25, on obtient l'expression suivante :

$$C_T = \frac{1}{S} = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{1}{\beta \gamma E_r \sqrt{A_c}} + C_f \quad \text{Eq. I.26}$$

En nanoindentation, la valeur de C_f est déterminée par calibration de l'instrument sur un matériau standard de calibration, généralement la silice fondue [51]. La valeur de la complaisance est obtenue par une procédure itérative jusqu'à la convergence vers le module d'élasticité du matériau de calibration. Cependant, en micro/macro-indentation cette méthode ne convient pas car l'échantillon fissure pour cette gamme de charges. Par ailleurs, Fischer-Cripps [51] a montré que la complaisance de l'instrument change si l'échantillon est enrobé ou non. Thurn *et al.* [31] ont étudié le rôle non négligeable de la fixation de l'échantillon sur la complaisance de la machine. Pour ces raisons, plusieurs chercheurs [50,51,64] considèrent que la complaisance de l'instrument n'a pas une seule et même valeur, et que le terme C_f englobent d'autres paramètres pas encore clairement identifiés. Ils proposent donc de la déterminer à chaque série d'essais. La relation I.26 montre que la valeur de C_f correspond à l'ordonnée à l'origine si on trace la complaisance totale C_T en fonction de $1/\sqrt{A_c}$ et que la pente de la droite obtenue correspond au module réduit E_r . Un exemple de mesure de C_f par Chicot *et al.* [11] sur un échantillon en β -TCP, est présenté sur la figure I.14.

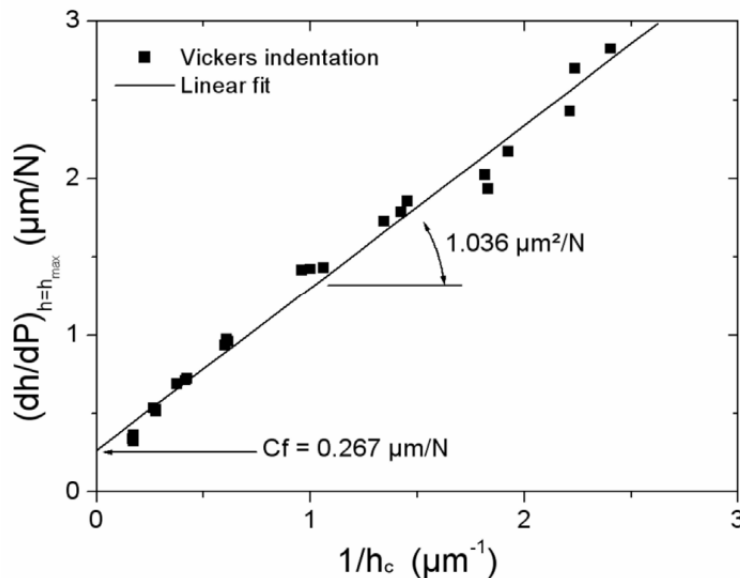


Figure I.14. Représentation de l'inverse de la raideur de contact en fonction de l'inverse de profondeur de contact obtenue pour une gamme de charges allant de 0,01 à 5N avec un indenteur Vickers [11].

Si on considère que, le système échantillon/instrument de mesure peut être modélisé par un système de deux ressorts équivalents en série, dont les complaisances sont C et C_f

respectivement, alors les enfoncements mesurés sont la somme de l'enfoncement de l'indenteur dans le matériau et de la déformation de l'appareil [51]. On peut ainsi écrire la relation suivante :

$$h_{mes} = h_{corr} + C_f P \quad \text{Eq. I.27}$$

soit encore :

$$h_{corr} = h_{mes} - C_f P \quad \text{Eq. I.28}$$

où h_{corr} représente la profondeur corrigée et h_{mes} la profondeur mesurée.

En utilisant la relation I.28 on peut reconstruire une courbe charge – déplacement corrigée qui tient compte des déformations de la machine. Toutes les profondeurs utiles pour les calculs du module d'élasticité et de la dureté, notamment la profondeur de contact h_c et la profondeur maximale h_m , peuvent alors être corrigées également. La relation I.28 montre également, que la correction de la complaisance n'a aucune influence sur la profondeur résiduelle h_f , ou sur le point de contact à charge nulle puisque à $P = 0$, $h_{corr} = h_{mes}$.

I.4. L'effet de taille en indentation

Un autre phénomène très impactant sur la mesure de dureté des matériaux existe. Il s'agit du fait que la valeur de dureté mesurée dépende de la charge appliquée. Cet effet représenté schématiquement sur la figure I.15 est appelé « effet de taille d'empreinte » plus souvent appelé *ISE* « *Indentation Size Effect* » en anglais.

L'*ISE* a été largement étudié depuis une cinquantaine d'années et pourtant aucune explication consensuelle n'a été établie à ce jour. Plusieurs facteurs peuvent l'expliquer : l'écrouissage sous la pointe [65,66], le retour élastique après indentation [33], la charge critique permettant d'initier la déformation plastique [67], le frottement entre l'indenteur et l'échantillon [68], le champ de contraintes associées aux dislocations [69,70], les erreurs de mesure liées à l'opérateur et au dispositif d'essai, les défauts de microstructures [71,72], et l'émoussement de l'indenteur [73].

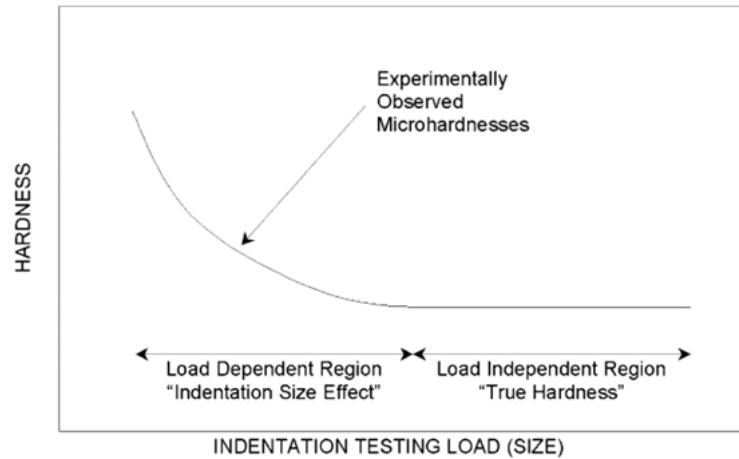


Figure I.15. Représentation schématique de l'effet de taille [71].

Différents modèles empiriques permettent de relier la taille d'empreinte (diagonale ou profondeur) à la charge appliquée et par conséquent de relier la dureté à la charge appliquée. Généralement, ces modèles correspondent à une loi polynomiale dont la forme la plus générale est :

$$P = C_0 + C_1 h + C_2 h^2 + \dots C_n h^n \quad \text{Eq. I.29}$$

où C_i sont des coefficients de lissage et h est la hauteur représentative de l'empreinte.

Augmenter le nombre de paramètres permet bien sûr d'obtenir de meilleures corrélations, mais la signification physique des paramètres est bien souvent inversement proportionnelle à leur nombre. C'est pourquoi, plusieurs auteurs [74–77] se sont limités à un polynôme de degré 3.

L'équation empirique la plus utilisée est la loi puissance proposée par Meyer :

$$P = C \cdot h^n \quad \text{Eq. I.30}$$

Où C et n sont des constantes calculées par lissage des données expérimentales.

L'exposant n est appelé indice de Meyer. Cet indice est utilisé pour représenter l'écrouissage du matériau indenté. En introduisant la relation de Meyer dans l'expression de la dureté (Eq. I-1), on obtient :

$$H = k \cdot C \cdot h^{(n-2)} = H_0 \cdot h^{(n-2)} \quad \text{Eq. I.31}$$

Où k est la constante géométrique liant h à l'aire de l'empreinte projetée ou réelle. H_0 est la dureté absolue du matériau indenté, qui ne dépend pas de la charge appliquée.

Plusieurs auteurs ont montré que l'*ISE* n'est pas toujours parfaitement décrit par la loi de Meyer sur tout l'intervalle de chargement [78,79]. Plusieurs chercheurs ont développé d'autres modèles comme Hays et Kendall [67], Li et Bradt [68] ou Fröhlich *et al.* [74]. Le modèle de Li et Bradt [68] appelé *PSR* (*Proportional Specimen Resistance*) suppose que la charge appliquée suit une loi polynomiale de degré 2 dans laquelle le terme constant est nul. C'est pourquoi les auteurs préfèrent écrire ce modèle de la manière suivante :

$$\frac{P}{h} = C_1 + C_2 h \quad \text{Eq. I.32}$$

où les paramètres C_1 et C_2 sont des coefficients de lissage.

En introduisant cette relation dans l'expression de la dureté, on obtient :

$$H = \beta \cdot C_2 + \frac{\beta \cdot C_1}{h} = H_0 + \frac{\Delta_{ISE}}{h} \quad \text{Eq. I.33}$$

La pente Δ_{ISE} représente la sensibilité à l'*ISE*.

Les paramètres C_1 et C_2 peuvent être reliés aux propriétés du matériau. Le coefficient C_1 traduit la dépendance de la dureté avec la charge. Il est lié à la résistance élastique du matériau et au frottement entre le matériau et l'indenteur. Le coefficient C_2 est lié, quant à lui, à la dureté absolue du matériau.

D'autres auteurs ont développé des modèles basés sur des phénomènes physiques qui se produisent durant la déformation plastique du matériau, en particulier le mouvement des dislocations qui accommode physiquement la déformation plastique.

Le modèle le plus connu est celui de Nix et Gao [70] qui introduit un concept de dislocations géométriquement nécessaires pour expliquer la plasticité locale. Cette théorie conduit les auteurs à proposer la relation suivante :

$$\left(\frac{H}{H_0}\right)^2 = 1 + \frac{h_0}{h} \quad \text{Eq. I.34}$$

Où h représente la profondeur de l'empreinte et h_0 est une longueur caractéristique du matériau qui représente la sensibilité à l'*ISE*.

Néanmoins, les modèles fondés sur la théorie de gradient de plasticité [70,80] ne sont physiquement valables que pour les matériaux pour lesquels la plasticité résulte du mouvement des dislocations donc pour les métaux et les alliages métalliques.

Ce modèle ne peut dans l'absolu pas s'appliquer pour décrire l'ISE dans les céramiques car la plasticité des céramiques est surtout liée à des mécanismes de microfissuration/glisement des grains.

I.5. Comparaison entre indentations Vickers et Knoop

Les indenteurs pyramidaux, en particulier les pointes Vickers et Knoop, sont couramment utilisés pour la caractérisation de différents types de matériaux, allant des céramiques fragiles aux métaux ductiles. L'indenteur Vickers est préféré, que ce soit pour les travaux de recherche ou en milieu industriel, en macro/micro-indentation car sa géométrie est plus symétrique. En revanche, l'empreinte d'indentation Knoop se caractérise par une forme losange très allongée. De plus, sa profondeur maximale est plus faible de celle qui est obtenue avec un indenteur Vickers ($h_{Knoop} = \frac{2}{3} h_{Vickers}$) [81]. La figure I.16 montre une représentation schématique des indenteurs Knoop et Vickers. La grande diagonale de l'indenteur Knoop, notée L , est plus longue de 7,11 fois la petite diagonale b et de 30,5 fois la hauteur h . De ce fait, l'indentation Knoop est couramment utilisée pour la détermination de la dureté des matériaux anisotropes [82], des couches minces (sur des coupes transversales) [83] et la mesure de gradients de dureté dans le cas de traitements thermiques ou mécaniques de surface [84].

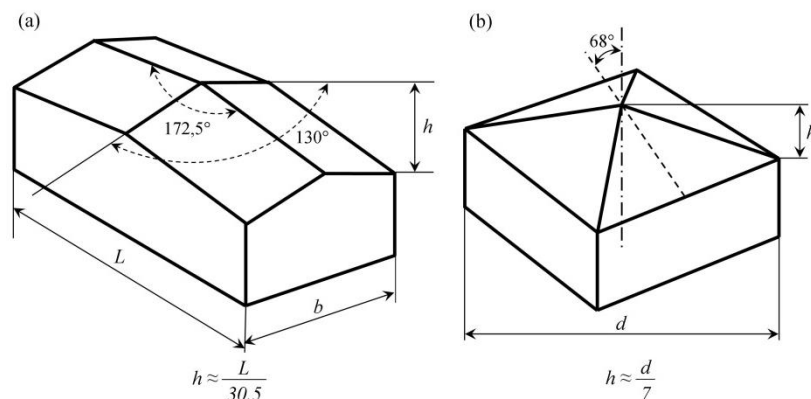


Figure I.16. Représentation schématique (a) d'un indenteur Knoop et (b) d'un indenteur Vickers.

Dans le cas des matériaux fragiles, l'indentation peut conduire à l'apparition de fissures qui sont plus importants lorsqu'on utilise un indenteur Vickers par rapport à un indenteur

Knoop, car l'indenteur Knoop, plus allongé est donc moins aigu. Sur la figure I.17, des indentations Vickers (Figure I.17.a) et Knoop (Figure I.17.b) ont été réalisées à la même charge sur du nitrure de silicium. Il apparaît clairement que l'indenteur Knoop ne fissure pas la céramique contrairement à l'indenteur Vickers.

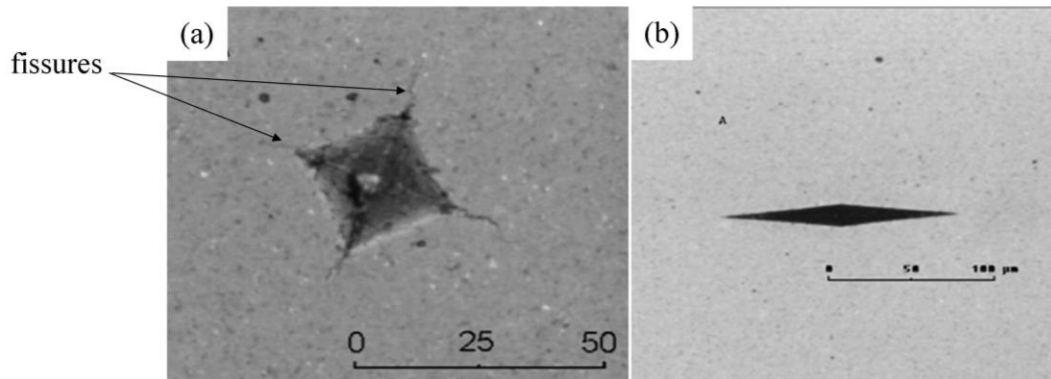


Figure I.17. Empreintes (a) Vickers et (b) Knoop à une charge de 9.81N sur un échantillon en nitrure de silicium [85].

Par ailleurs, les déformations plastiques induites par les deux types d'indenteurs ne se développent pas de manière identique [32,35,55,81,86,87]. Une étude par simulation numérique conduite par Min *et al.* [87] puis confirmée par Giannkopoulos et Zisis [55] montre que la zone plastique induite par un indenteur Knoop reste plus confinée sous l'indenteur (Figure I.18.a) tandis que la zone plastique sous un indenteur Vickers s'étend davantage, que ce soit en profondeur ou dans le sens radial de l'indenteur (Figure I.18.b).

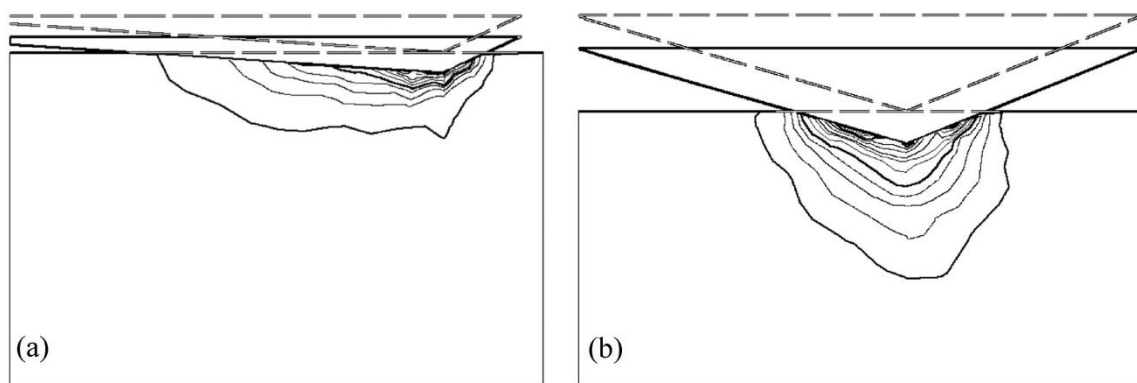


Figure I.18. Représentation par simulation numérique de la zone de déformation plastique sous (a) un indenteur Knoop et (b) un indenteur Vickers [87].

• Comparaison entre les duretés mesurées

Plusieurs auteurs ont observé une différence entre les nombres de duretés Knoop et Vickers en indentation conventionnelle [78,85,86,88–92]. La dureté Knoop HK est généralement plus faible que la dureté Vickers HV , en particulier pour les matériaux fragiles.

Cette différence est moindre pour les matériaux métalliques [89]. Jusqu'à présent, il n'existe pas d'explication totalement satisfaisante de cette différence, mais certains auteurs [88,89] ont proposé des relations purement empiriques permettant de faire la conversion entre les deux nombres de dureté. Chicot *et al.* [89] attribuent une partie de cette différence au fait que la dureté Knoop se calcule en considérant l'aire de contact projetée alors que la dureté Vickers considère l'aire de contact réelle. Ils montrent, dans le cas des matériaux métalliques, que si on calcule les duretés Vickers et Knoop en considérant la même aire de contact, les nombres de dureté sont alors comparables. Cette correction n'est cependant pas suffisante dans le cas des matériaux fragiles car la différence subsiste toujours. D'autres auteurs attribuent cette différence au retour élastique radial qui se manifeste lors du retrait de l'indenteur Knoop [88,92,93].

- **Étude du retour élastique radial en indentation Knoop**

Au moment du dégagement de l'indenteur, on peut observer un retour élastique radial de l'empreinte en surface [33]. La figure I.19 représente schématiquement les forces de restitution élastique qui agissent sur l'empreinte au moment du dégagement de l'indenteur.

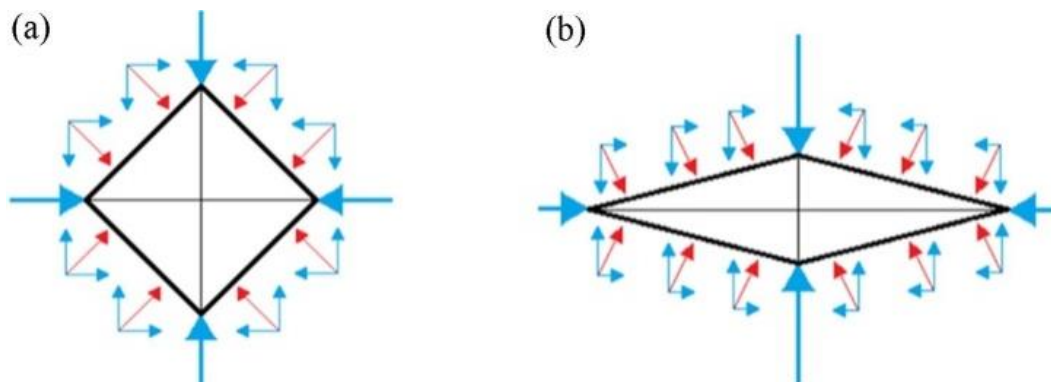


Figure I.19. Représentation schématique de la distribution des forces de restitution élastique dans le cas : (a) d'un indenteur Vickers, (b) d'un indenteur Knoop.

L'amplitude de retour élastique dépend du type d'indenteur utilisé, mais aussi des propriétés élastoplastiques du matériau, en particulier du rapport H/E [33]. Dans le cas d'un indenteur axisymétrique, comme un indenteur Vickers ou Berkovich, il existe un retour radial qui se manifeste au niveau des diagonales de l'empreinte [33]. Le retour élastique radial est axisymétrique comme le montre la figure I.8.b, mais il reste négligeable comparativement au retour élastique en profondeur [33]. En indentation instrumentée, ce phénomène est pris en considération dans le calcul via le coefficient de correction γ , comme il a été expliqué précédemment (partie I.3.2.2). En indentation Knoop, les contraintes d'indentation que subit

le matériau suivant le grand axe sont plus importantes que celles appliquées suivant la petite direction. De ce fait, le petit axe de l'empreinte est moins contraint, conduisant ainsi à des forces de restitution élastique plus significatives que celles induites suivant la grande direction, comme illustre la figure I.19.b. Ceci explique pourquoi Marshall *et al.* [94] ont observé que l'empreinte d'indentation se referme parallèlement à la grande diagonale uniquement (Figure I.20).

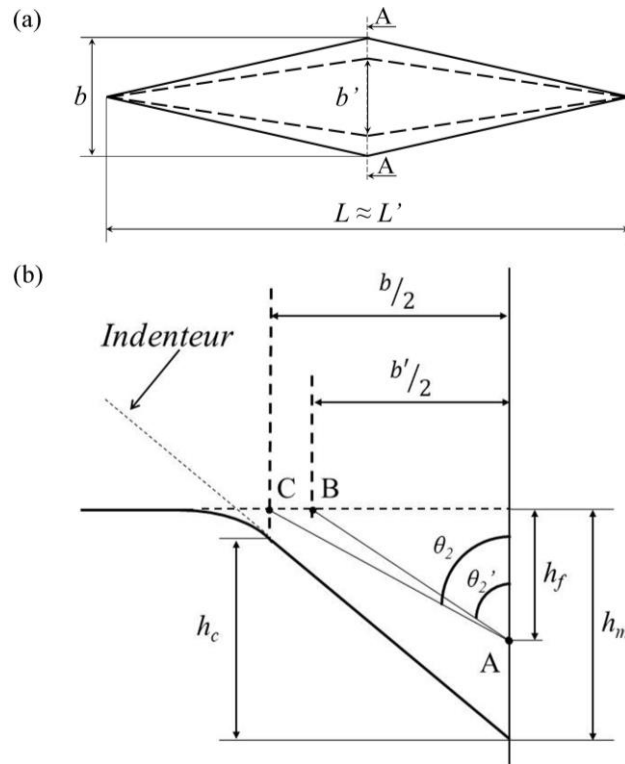


Figure I.20 Représentation schématique du retour élastique sur une empreinte Knoop, (a) vue de dessus, (b) vue suivant une demi-coupe A-A.

À partir de l'étude du retour élastique en indentation Knoop de nombreux matériaux, Marshall *et al.* [94] montrent que le retour élastique est lié au rapport H/E :

$$\frac{b'}{L} = \frac{1}{7,11} - 0,45 \times \frac{H}{E} \quad \text{Eq. I.35}$$

Dans cette expression, la constante 7,11 correspond au rapport L/b de l'indenteur Knoop.

On remarque, dans le cas de la relation I.35, que plus le rapport H/E est grand, plus le retour élastique est important. Grâce à sa simplicité, ce modèle est très pratique pour l'évaluation du module d'élasticité par indentation conventionnelle à l'aide d'un indenteur Knoop [91,95]. Giannakopoulos et Zisis [55] confirment par analyse numérique les résultats de Marshall *et al.* [94] car ils ont également montré que le retour élastique suivant la grande

diagonale est toujours négligeable par rapport à celui qui a lieu suivant la petite diagonale (figure I.21). Ils lient donc ce retour élastique au rapport entre la limite d'élasticité σ_y et le module réduit E_r (Figure I.21), et donc indirectement au rapport H/E comme l'ont montré Marshall *et al.* [94]. La figure I.21 montre que les rapports L'/h_m et b'/h_m sont approximativement égaux aux rapports théoriques de l'indenteur Knoop pour les matériaux qui ont un faible rapport σ_y/E_r comme les métaux, et diminuent considérablement pour les matériaux ayant un grand rapport σ_y/E_r , comme le cas des matériaux céramiques. Giannakopoulos et Zisis [55] montrent donc qu'il existe une limite à environ $\sigma_y/E_r=0,003$ à partir de laquelle il existe un retour élastique sur les diagonales de l'empreinte Knoop. Ce qui est le cas pour la plupart des matériaux céramiques.

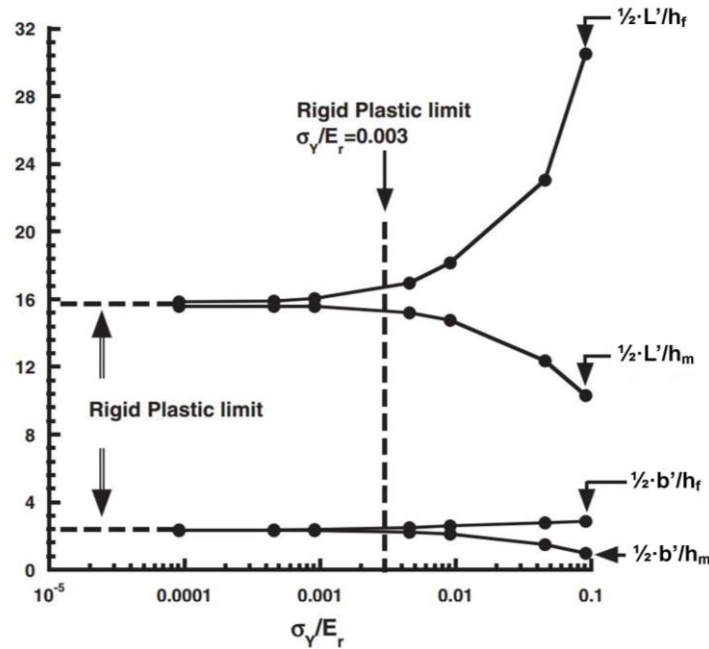


Figure I.21. Caractéristiques géométriques de l'empreinte résiduelle d'indentation Knoop en fonction du rapport σ_y/E_r [55]. (Figure adaptée de [55] pour la conformité de notation).

En se basant sur les travaux de Johnson [9,96], Conway Jr [97] propose une autre relation :

$$\left(\frac{b'}{b}\right)^2 = 1 - [2(1 - \nu^2) \tan \theta] \left(\frac{H}{E}\right) \quad \text{Eq. I.36}$$

dans laquelle b' et b sont les longueurs de la petite diagonale résiduelle et maximale, θ la moyenne des demi-angles au sommet de la pointe Knoop ($\theta=75,625^\circ$) et ν le coefficient de Poisson du matériau.

La relation I.36 peut être réécrite en considérant le rapport géométrique des diagonales de l'empreinte $L/b=7,11$:

$$\left(\frac{b'}{L}\right)^2 \approx \left(\frac{1}{7.11}\right)^2 \left[1 - 2(1 - \nu^2) \tan \theta \left(\frac{H}{E}\right)\right] \quad \text{Eq. I.37}$$

Il est important à noter que la relation proposée se base sur l'étude de Johnson [9], dans laquelle l'angle θ est le demi-angle du cône équivalent ($\Psi_{Knoop}=77,64^\circ$) alors que l'angle proposé par Conway Jr [97] est un angle moyen des deux demi-angles de l'indenteur Knoop. La différence est néanmoins faible.

Riester *et al.* [92] ont montré que les propriétés mécaniques déterminées par indentation instrumentée à l'aide d'un indenteur Knoop sont surestimées. Ils considèrent que l'aire de contact est sous-estimée à cause du retour élastique se manifestant le long de la petite diagonale. La figure I.20.b montre la région d'intérêt au niveau de la petite diagonale. Leur méthode consiste à tenir compte du volume de retour élastique ABC illustré dans la figure I.20.b. Ce volume tend vers zéro si les dimensions b' et b sont égales, c'est-à-dire dans le cas où il n'existe pas de retour élastique. Les auteurs proposent donc de calculer un angle suivant la petite diagonale θ_2' , supérieur à l'angle réel ($\theta_2 = 65^\circ$) tel qu'après le retour élastique, l'angle de l'empreinte soit égal à l'angle θ_2 définissant l'indenteur Knoop. En supposant que le retrait est négligeable suivant la grande diagonale, l'angle au sommet θ_1 peut être supposé constant. En réorganisant la relation I-35, on obtient la relation suivante :

$$\frac{b'}{b} = 1 - 0,45 \cdot \frac{L}{b} \cdot \frac{H}{E} \quad \text{Eq. I.38}$$

On constate de la figure I.20.b, que l'angle au sommet de l'empreinte résiduelle suivant le petit axe change de θ_2 à θ_2' suivant :

$$\frac{\tan \theta_2'}{\tan \theta_2} = \frac{b'}{b} \quad \text{Eq. I.39}$$

En utilisant la relation de Marshall *et al.* [94] (Eq. I.35), l'angle θ_2' peut être déterminé si le rapport H/E du matériau est connu. Cependant, la connaissance du rapport H/E , au préalable, n'est pas possible car c'est justement l'objectif d'un essai d'indentation.

Giannakopoulos et Zisis [55] montrent par simulation numérique de l'indentation Knoop que le module d'élasticité calculé à l'aide de la formulation de Sneddon (Eq. I.8), peut être

considérablement surestimé, en particulier pour les matériaux ayant un rapport H/E élevé. Les auteurs montrent que le paramètre de correction introduit dans la formulation de Sneddon (Eq. I.12) est le principal facteur qui explique cette surestimation. La figure I.22 montre l'évolution de la grandeur adimensionnelle $(1 - \nu^2)/(E \cdot A_{max}^{0.5}) \cdot dP/dh$ en fonction du rapport (A_{max}/h_{max}^2) , reportée par Giannakopoulos et Zisis [55]. Il est important de noter que, selon la relation I.12 :

$$\frac{1}{E_r} \cdot \frac{1}{A_{max}^{0.5}} \cdot \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \cdot \beta \cdot \gamma = \lambda \quad \text{Eq. I.40}$$

avec λ une grandeur adimensionnelle qui représente le produit des facteurs de correction β et γ à $2/\sqrt{\pi}$ près.

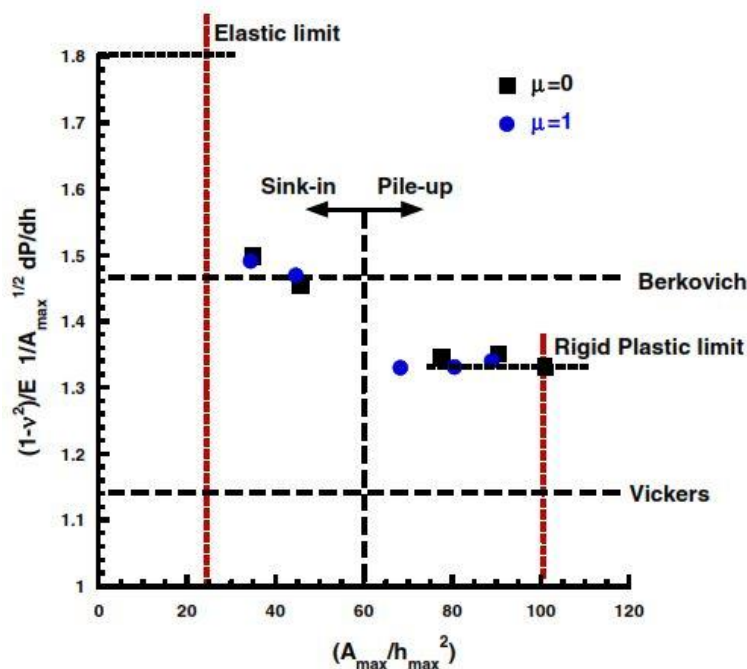


Figure I.22. Représentation de $(1-\nu^2)/(E \cdot A_{max}^{0.5}) dP/dh$ en fonction (A_{max}/h_{max}^2) [55].

Dans la figure I.22, μ représente le frottement : $\mu = 1$ ou 0 respectivement si le frottement est pris en compte ou non.

On peut conclure de la figure I.22 que la grandeur adimensionnelle λ n'est pas constante pour l'indentation Knoop comme c'est le cas pour un indenteur Vickers ou Berkovich indépendamment du matériau. La grandeur λ dépend de la nature du matériau et du mode de déformation autour de l'empreinte au cours de l'indentation.

Pour les matériaux plastiques qui présentent un refoulement de matière autour de l'empreinte durant l'indentation (*pile-up*), λ est approximativement constant et égal à 1,35.

Tandis que pour les matériaux rigides présentant un étirement de matière (*sink-in*), λ n'est pas constant et varie selon le matériau. Dans ce cas λ peut atteindre une valeur de 1,5, ce qui signifie que le module d'élasticité peut être surestimé de 50% par indentation Knoop si le bon facteur de correction n'est pas pris en considération. Cependant, les auteurs ne proposent pas de solution quant au choix de ce facteur.

Il sera donc intéressant de comprendre le comportement des matériaux fragiles, en particulier les céramiques poreuses, qui font le sujet de cette étude, sous indentation Knoop et expliciter la relation entre la microstructure poreuse et le comportement mécanique.

I.6. Indentation des céramiques

I.6.1. Comportement mécanique sous indentation

Il est généralement admis, qu'au cours de l'enfoncement d'un indenteur, la matière se déforme de manière élastoplastique sous l'indenteur. La zone plastifiée est supposée comme étant une cavité hémisphérique. Au fur et à mesure de l'enfoncement de l'indenteur, le volume de cette cavité augmente de façon radiale. Le modèle initialement développé par Johnson [96], que l'on appelle « expansion de cavité » permet de comprendre le mécanisme de plastification sous un indenteur.

La pression de contact moyenne, qui ne dépend pas de la variation de la charge appliquée par l'indenteur, est souvent considérée équivalente à la dureté H du matériau indenté. Cette valeur de pression est liée à la contrainte d'écoulement en compression. Tabor [7,98] a suggéré que la dureté, H , pouvait être reliée à la limite d'élasticité σ_y en compression uniaxiale d'un matériau élastique parfaitement plastique par la relation :

$$H \approx C \cdot \sigma_y \quad \text{Eq. I.41}$$

Où C représente un facteur de confinement dépendant de la nature du matériau et de la géométrie de l'indenteur.

La pression de contact moyenne, représentée par la dureté H dans un essai d'indentation, est donc supérieure à la contrainte nécessaire pour déclencher la déformation plastique dans un test de compression uniaxial à cause du confinement de la zone plastifiée.

- **Cas de céramiques denses**

Les céramiques présentent de manière générale un comportement fragile en indentation. Cependant, le confinement sous l'indenteur peut expliquer un comportement quasi-plastique de ces matériaux qui est lié à leur microstructure. La quasi-plasticité traduit un endommagement de la céramique par des mécanismes de fissuration locale et/ou de densification, en opposition aux mécanismes classiques de plasticité rencontrés dans les métaux et liés à la théorie de mouvement des dislocations. Contrairement à l'indentation sphérique, qui présente l'avantage d'un contact élastique au début de l'indentation, les indenteurs pyramidaux induisent une déformation élastoplastique dès le début de l'indentation. C'est pourquoi la majorité des études concernant les mécanismes de déformation des matériaux fragiles, denses et poreux, se sont intéressées à l'indentation sphérique [5,13,99–103].

Dans le cas de l'indentation sphérique des matériaux fragiles (verres, céramiques...), l'endommagement se traduit par l'apparition de fissures circulaires en surface autour du cercle de contact, car dans cette zone les contraintes de traction sont maximales. À partir d'une charge critique, ces fissures se propagent sous la surface sous la forme d'un cône tronqué, appelé cône de Hertz (Figure I.23) [100].

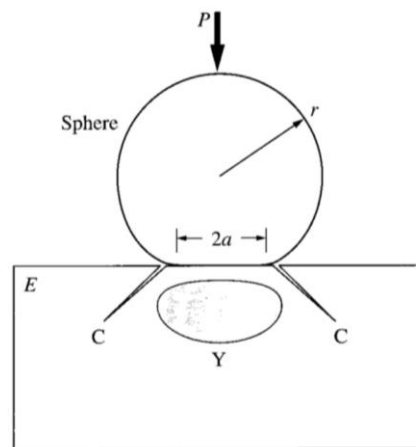


Figure I.23. Représentation schématique des modes d'endommagement en compétition dans une céramique en contact avec un indenteur sphérique : le mode fragile avec une fissure conique (C) ; le mode quasi-plastique avec une zone plastique sous la zone de contact (Y) [100].

Dans le cas d'un indenteur pyramidal, la fissuration s'amorce à l'extrémité de l'empreinte et se propage selon l'axe des diagonales (Figure I.24). Cependant, sous la surface, la fissure peut se développer aux extrémités de l'empreinte pour former une fissure radiale (*radial crack*), latérale ou bien former un demi-disque sous l'empreinte pour former une fissure

généralement appelée *Half Penny Crack* (Figure I.24). De nombreuses études de fissuration par indentations Vickers et Berkovich existent dans la littérature, notamment pour évaluer la ténacité des matériaux fragiles [104–112]. En revanche, il n'existe que quelques études sur l'endommagement introduit par un indenteur Knoop [113,114] en particulier sur la fissuration, car ce type d'indenteur engendre plus difficilement des fissures.

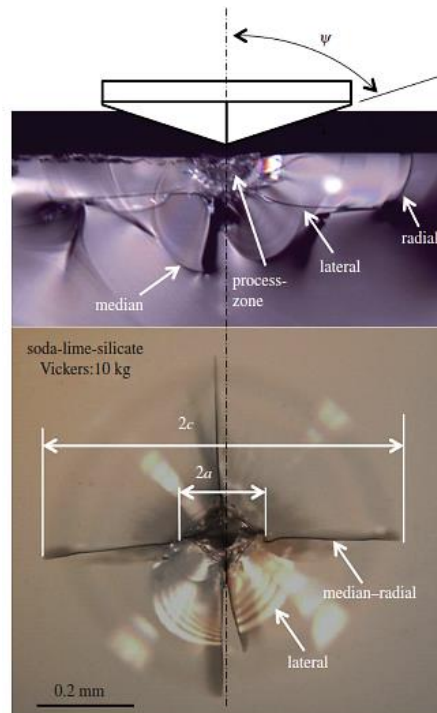


Figure I.24. Fissuration observée pour une empreinte Vickers réalisée sur un verre [115].

- **Cas des céramiques poreuses**

Dans le cas des céramiques poreuses, la quasi-plasticité correspond à des mécanismes de microfissuration entre les pores qui se traduit par un effondrement de porosité. Il en résulte une densification du matériau sous l'indenteur, comme le montre la figure I.25 lors d'une indentation avec un indenteur Berkovich d'une mousse de silice.

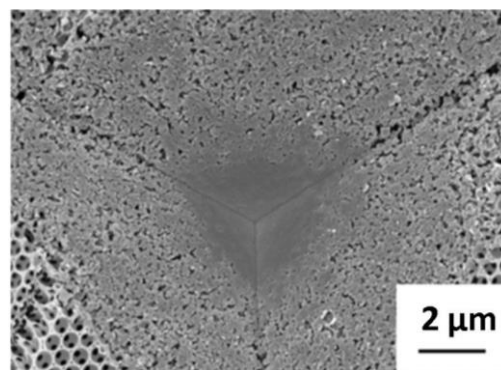


Figure I.25. Empreinte résiduelle d'une indentation Berkovich réalisée sur une mousse de silice avec une charge de 100mN [116].

I.6.2. Influence de la porosité sur les propriétés mécaniques

- **Mécanismes de déformation sous un indenteur sphérique**

Plusieurs études [13,99,101–103] ont montré que le taux de porosité a une influence sur les mécanismes d'endommagement sous l'indenteur. Lorsque la porosité augmente, le mode d'endommagement peut passer d'un mode fragile à un mode quasi-plastique. La figure I.26 représente les déformations en surface et sous l'indenteur dans le cas de l'indentation d'alumine à différents taux de porosité (2,5%, 6,8% et 17,8%). Il est remarquable sur la figure I.26 que l'endommagement passe d'un mode de type fragile (qui se traduit par des fissures latérales correspondant aux cônes de Hertz) à un endommagement quasi-plastique où la quasi plasticité augmente au fur et à mesure de l'augmentation de la porosité.

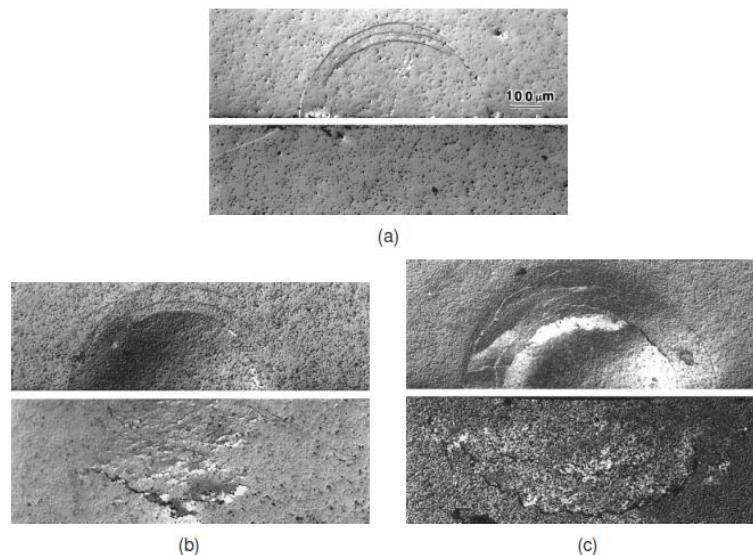


Figure I.26. Observation microscopique de l'endommagement par une bille pour des aluminas à différents taux de porosité de (a) 2,5%, (b) 6,8% et (c) 17,8% [99].

- **Propriétés mécaniques**

Puisque la porosité du matériau modifie les mécanismes de déformation élastoplastique sous l'indenteur, les propriétés mécaniques mesurées par indentation (dureté, module d'élasticité, ténacité, limite d'élasticité...) vont dépendre du taux de porosité. De manière générale, ces propriétés mécaniques diminuent avec l'augmentation du taux de porosité, et suivent pratiquement la même tendance. Par exemple, la figure I.27 présente l'évolution de la dureté et du module d'élasticité en fonction du taux de porosité pour des céramiques piézo-électriques en 3Y-TZP poreuses.

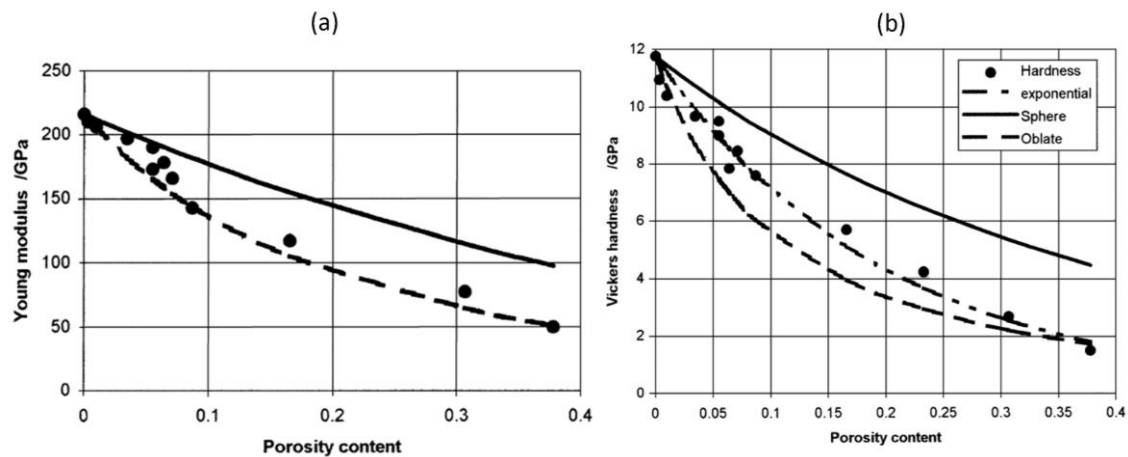


Figure I.27. Évolution du module d'élasticité (a) et de la dureté Vickers (b) en fonction du taux de porosité de 3Y-TZP [117].

On trouve dans la littérature des modèles [117,118], généralement empiriques, permettant d'estimer les propriétés mécaniques des matériaux poreux en fonction du taux de porosité. Les modèles établis ont été développés pour décrire l'évolution des propriétés élastiques des céramiques poreuses. Dans le tableau I.4 qui présente plusieurs modèles, M peut représenter le module d'élasticité, la limite d'élasticité, la dureté ou la ténacité et b représente un paramètre de lissage. Pabst *et al.* [119] ont montré que ces modèles sont uniquement valables pour des taux de porosités inférieurs à 50%.

Tableau I.4. Modèles décrivant l'évolution des propriétés mécaniques en fonction de la fraction volumique de porosité.

Modèle		Référence
$M = M_0(1 - bP)$	(1)	[120]
$M = M_0 \exp(-bP)$	(2)	[121,122]
$M = M_0(1 - bP)^n$	(3)	[123]
$M = M_0(1 - C_1P + C_2P)$	(4)	[124,125]
$M = M_0(1 - P)/(1 + aP)$	(5)	[126]

I.7. Conclusion

Toutes les possibilités d'essais d'indentation décrites dans ce chapitre font de cet outil de caractérisation, un outil très intéressant, mais qui nécessite encore de nombreux travaux pour mieux cerner les possibilités d'étude, d'autant plus qu'il est possible de changer la forme de l'indenteur. En effet, ce genre d'essais reste très peu développé pour le cas d'un indenteur Knoop et aucune solution satisfaisante n'a été apportée quant à la méthodologie d'analyse de

l'essai d'indentation instrumentée Knoop afin que l'utilisation de ce type d'indenteur fournisse des mesures fiables des propriétés mécaniques (module d'élasticité et dureté). Par ailleurs, les travaux effectués sur l'indentation des matériaux fragiles en général et des céramiques poreuses en particulier montrent le fort potentiel de la technique d'indentation pour caractériser mécaniquement différentes nuances de microstructures et pour donner des informations sur le comportement élastoplastique des matériaux. En effet, la compréhension du comportement élastoplastique est nécessaire pour étudier l'influence de la microstructure sur les caractéristiques mécaniques et leur mesure précise.

Les modèles ou les méthodes mis en place pour la caractérisation mécanique des matériaux fragiles dépendent donc du type du matériau et de son homogénéité ainsi que du type d'indenteur utilisé. On remarque par ailleurs qu'une grande importance a été accordée à l'étude de la déformation sous la pointe en indentation similaire (Vickers, Berkovich) des matériaux denses. Pour le cas des céramiques poreuses, l'étude de la déformation dans la zone de contact ne s'est intéressée essentiellement qu'à l'indentation sphérique, non similaire, car elle présente l'avantage d'être moins sensible à la fissuration de ces matériaux très fragiles.

L'indentation Knoop semble être un compromis intéressant entre l'indentation sphérique et l'indentation pyramidale, similaire, puisque ce type d'indentation n'engendre pas de déformation plastique sévère dû à une forme d'indentation moins aigüe que celle de la pointe Vickers ou Berkovich.

L'étude de la déformation élastoplastique dans la zone de contact en indentation Knoop des céramiques poreuses pourrait donc apporter une aide considérable à la compréhension du comportement élastoplastique de ces matériaux en indentation et au développement de méthodes spécifiques pour la caractérisation des matériaux poreux. Cependant, le développement de la méthodologie d'analyse de l'essai d'indentation instrumentée à l'aide d'un indenteur Knoop est nécessaire en vue d'obtenir des mesures fiables tout en bénéficiant de l'avantage de l'essai instrumenté, c'est à dire ne pas avoir recours à la mesure optique ni avoir besoin d'une information préliminaire sur les propriétés mécaniques du matériau.

Chapitre II : Matériaux et méthodes expérimentales

II.1. Introduction	52
II.2. Matériaux étudiés	52
II.2.1. Matériaux denses.....	52
II.2.2. Matériaux poreux massifs	54
II.2.2.1. Caractérisation de la poudre d'alumine	54
II.2.3. Revêtement poreux.....	57
II.2.3.1. Dispositif expérimental	57
II.2.3.2. Conditions d'élaboration	57
II.3. Techniques expérimentales de caractérisation	59
II.3.1. Analyse dilatométrique	59
II.3.2. Mesure de densité.....	60
II.3.3. Préparation et polissage.....	61
II.3.4. Microscopie confocale	62
II.3.5. Caractérisation microstructurale	63
II.3.6. Caractérisation des propriétés mécaniques	65
II.3.6.1. Indentation instrumentée	65
II.3.6.1.1. Dispositif expérimental	65
II.3.6.1.2. Procédure expérimentale	69
II.3.6.2. Mesure du module d'élasticité par ultrasons	70

II.1. Introduction

L'objectif de ce travail de recherche est la caractérisation de revêtements céramiques poreux par indentation Knoop. Étudier directement par indentation Knoop des couches céramiques poreuses est un travail très complexe et voué à l'échec. Il nous est apparu évident de décomposer le problème en plusieurs étapes, en partant de matériaux massifs et homogènes et en allant vers des matériaux de plus en plus complexes. La première étape a donc consisté à travailler sur des céramiques massives denses, de natures différentes, pour étudier le cas particulier de l'indentation Knoop des matériaux fragiles. Dans la seconde étape nous avons introduit le paramètre de porosité en travaillant sur des céramiques massives poreuses. Enfin, dans la troisième étape nous avons étudié le cas de revêtements céramiques poreux. Ainsi, différents matériaux céramiques massifs et denses ont été testés afin de balayer une large gamme de propriétés mécaniques et de permettre de valider les méthodes développées. Puis, plusieurs échantillons poreux en alumine ont été étudiés afin de déterminer l'influence de la porosité sur les résultats obtenus. Enfin, des revêtements céramiques poreux, obtenus par projection thermique, ont été caractérisés.

Les propriétés microstructurales (homogénéité, taille des grains, porosité, épaisseur de revêtement...) des matériaux conditionnent le choix de la géométrie du pénétrateur et, les conditions d'application de la charge. Aussi, la caractérisation microstructurale des matériaux est nécessaire.

Dans ce chapitre, les matériaux étudiés ainsi que les techniques de caractérisation physico-chimiques sont présentés. Les procédures expérimentales utilisées pour la réalisation des essais d'indentation instrumentée sont également détaillées.

II.2. Matériaux étudiés

II.2.1. Matériaux denses

Afin d'avoir une variabilité de propriétés mécaniques assez large, cinq matériaux céramiques denses ont été étudiés :

- Un échantillon en silice fondue (SiO_2), d'origine industrielle, obtenu par fusion à haute température de silice cristalline (quartz) afin d'obtenir des barres cylindriques de 20 mm de diamètre et de densité relative approximativement égale à 99%. La silice

fondue a l'avantage d'être un verre siliceux amorphe, et donc homogène, et représente un matériau de référence pour la calibration des instruments d'indentation instrumentée.

- Un échantillon en nitrure de silicium (Si_3N_4), d'origine industrielle, obtenu par pressage à chaud (HP), de densité $3,178 \text{ g/cm}^3$ et contenant 96 % de phase $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ avec une taille de grain moyenne de $1,29 \mu\text{m}$. Les traces métalliques que contient le matériau sont déterminées par spectrométrie de fluorescence des rayons X. Le tableau II.1 répertorie la composition chimique de ces traces.

Tableau II.1. Composition chimique des traces métalliques de l'échantillon en Si_3N_4 .

Élément	Mg	Al	Fe	Ca	O	C
% massique	0,52 – 0,53	0,27 – 0,29	0,01 – 0,02	0,01 – 0,02	2,3 – 2,48	0,26 – 0,34

- Un échantillon de bioverre oxynitruré élaboré au sein du laboratoire selon le protocole d'élaboration décrit par Bachar *et al.* [127,128] (noté G1N4). La composition chimique de cet échantillon est présentée dans le tableau II.2.

Tableau II.2. Composition chimique de l'échantillon en bioverre.

Élément	Si	Ca	Na	O	N
% massique	26,38	9,25	24,75	35,80	3,82

- Un échantillon en $\beta\text{-TCP}$ (bêta tricalcium de phosphate), biocéramique synthétisée dans notre laboratoire [129] par précipitation aqueuse d'un mélange de solutions de phosphate de diammonium $\text{NH}_4(\text{HPO}_4)_2$ et de nitrate de calcium $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2, 4\text{H}_2\text{O}$. La poudre est calcinée à 750°C . La mise en forme est effectuée par coulage de la barbotine dans un moule en plâtre cylindrique de diamètre 20 mm et de hauteur 5 mm. Après séchage, le matériau cru est fritté pendant 2 heures à 1060°C afin d'obtenir moins de 2 % de porosité.
- Un échantillon en alumine (Al_2O_3) de densité relative 99%, préparé dans le cadre de ce travail. Le protocole d'élaboration et les propriétés microstructurales de cet échantillon sont présentés dans la suite.

Le tableau II.3 présente les propriétés mécaniques (dureté et module d'élasticité) trouvées dans la littérature pour les cinq matériaux étudiés. On peut voir dans ce tableau que le rapport H/E varie entre 0,04 et 0,13 ce qui justifie le choix de ces matériaux. Les propriétés mécaniques exactes de nos échantillons et qui nous serviront de références dans cette étude seront mesurées par indentation instrumentée Vickers.

Tableau II.3. Propriétés mécaniques des matériaux étudiés

Échantillon	H (GPa)	E (GPa)	H/E	Références
SiO ₂	9	70	0,13	[1,92]
Bioverre	6,2	85	0,07	[128]
Si ₃ N ₄	18,5	300	0,06	[1,94]
Al ₂ O ₃	18	380	0,05	[1,92]
β-TCP	6,3	156	0,04	[11,130]

II.2.2. Matériaux poreux massifs

Afin d'étudier l'influence de la porosité au cours de l'indentation, des échantillons massifs à différents taux de porosités ont été étudiés. Le choix du matériau s'est porté sur l'alumine (Al₂O₃), puisqu'il s'agit d'un matériau de référence et dont les propriétés mécaniques sont très étudiées.

Les échantillons massifs poreux ont été élaborés, suivant le protocole expérimental décrit sur la figure II.1. Des taux de porosités croissants ont été obtenus en diminuant les températures de frittage.

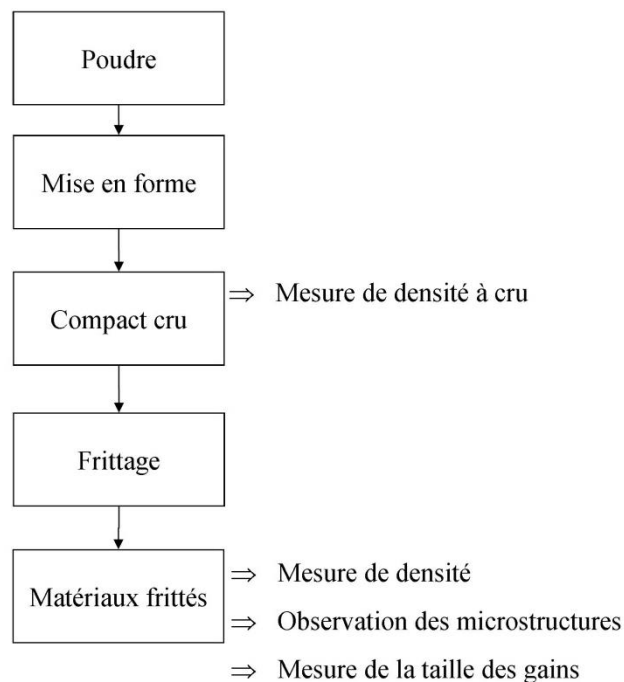


Figure II.1. Protocole d'élaboration des échantillons en alumine.

- **Caractérisation de la poudre d'alumine**

La poudre utilisée pour l'élaboration des échantillons est une poudre d'alumine α -Al₂O₃ de pureté de 99%, atomisée, dopée à 500 ppm avec MgO et fournie par la société Almatiss (CT3000SG). La taille moyenne des particules d_{50} donnée par le fournisseur est de 0,5 μ m.

La masse volumique de la poudre mesurée par prosimétrie par injection de gaz (pycnométrie à hélium) est égale à $3,99 \text{ g/cm}^3$. La distribution granulométrique de la poudre a été déterminée par granulométrie laser en la dispersant dans de l'isopropanol. Elle se répartit de manière gaussienne et bimodale, avec des maxima centrés à $0,3 \mu\text{m}$ et $1 \mu\text{m}$ et une taille moyenne d_{50} de $0,55 \mu\text{m}$ (Figure II.2), proches des données du fournisseur. On note également la très probable présence d'agglomérats, correspondant aux valeurs les plus élevées.

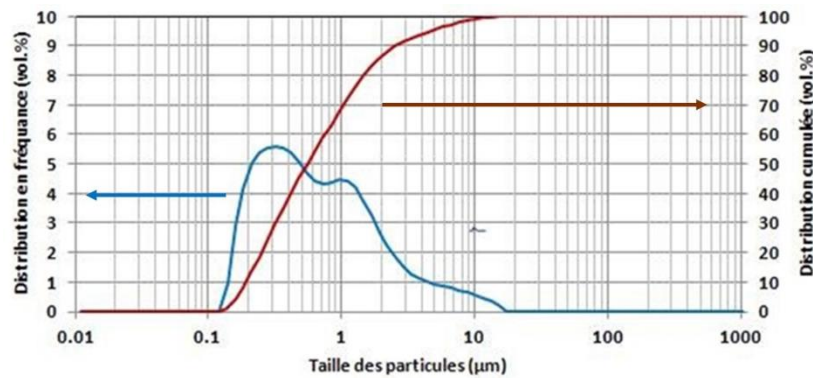


Figure II.2. Analyse granulométrique de la poudre d'alumine.

La surface spécifique (S_{BET}) de la poudre et une taille de grain équivalente ont été estimées à l'aide de la méthode *B.E.T.* La surface spécifique d'une poudre est estimée à partir de la quantité d'azote adsorbée en relation avec sa pression à la température d'ébullition de l'azote liquide et sous une pression atmosphérique normale. Les informations sont interprétées selon le modèle de Brunauer, Emmett et Teller (méthode *B.E.T.*).

Le diamètre moyen d_{BET} estimé à partir de la surface spécifique peut être calculé en utilisant la formule suivante, en supposant que toutes les particules soient sphériques et monodisperses :

$$d_{BET} = \frac{6}{S_{BET} \times \rho} \quad \text{Eq. II.1}$$

Dans cette relation ρ représente la densité théorique. d_{BET} est exprimé en μm .

Le tableau II.4 regroupe les données obtenues par pycnométrie hélium, granulométrie laser et par la méthode B.E.T.

Tableau II.4. Caractéristiques physiques de la poudre d'alumine CT3000SG.

Technique	Caractéristique	Mesure
Pycnométrie Hélium	ρ	3,99 g.cm ⁻³
Granulométrie laser	d ₁₀	0,19 μ m
	d ₅₀	0,55 μ m
	d ₉₀	2,56 μ m
B.E.T	S _{BET}	5,19 $\pm$ 0,05 m ² /g
	d _{BET}	0,290 $\pm$ 0,003 μ m

➤ *Mise en forme*

Les échantillons ont été mis en forme par pressage uniaxial à froid sous une pression de 150 MPa pendant 2 minutes. Les pastilles ainsi obtenues ont un diamètre de 25 mm pour une épaisseur d'environ 10 mm. Puis, un pressage isostatique à froid, sous une pression de 2500 bars, a été effectué afin d'améliorer et d'homogénéiser la compaction du matériau cru.

La densité de chaque matériau cru est déduite des mesures de ses cotes et de sa masse. Seuls les échantillons présentant une densité relative à cru supérieure à 54 $\pm$ 1% ont ensuite été frittés.

➤ *Frittage*

Différents cycles thermiques de frittage ont été réalisés afin d'obtenir 6 échantillons, de différentes densités relatives. Les densités relatives des matériaux varient de 65% jusqu'à 99% avec des variations de l'ordre de 5% entre deux échantillons.

Les échantillons ont été frittés dans un four conventionnel sous air (température maximale : 1700°C). Ce four est équipé d'un système d'asservissement adaptant la puissance en fonction de la température de consigne. Une régulation satisfaisante ne peut être obtenue que pour des températures supérieures à 1100°C. Pour cela, en fonction des essais dilatométriques obtenus, des températures de frittage entre 1100°C et 1700°C ont été adoptées afin d'obtenir des cycles de frittage reproductibles. Les propriétés microstructurales seront présentées dans le chapitre IV de ce manuscrit.

II.2.3. Revêtement poreux

II.2.3.1. Dispositif expérimental

Le dépôt étudié a été réalisé au Laboratoire SPCTS de l'Université de Limoges. Le dispositif de projection plasma utilisé est composé d'une torche à plasma à arc soufflé de type PTF4 de Sulzer Metco (Wolhen, Suisse), constituée de deux électrodes. La cathode est en tungstène thorié alors que l'anode est en cuivre avec une forme de tuyère de 6 mm de diamètre interne (Figure II.3). Le refroidissement de la torche est assuré par une circulation d'eau à haute pression (20 bar). La torche est montée sur un système de rails permettant un déplacement vertical et horizontal afin de régler la distance de tir (Figure II.3 a).

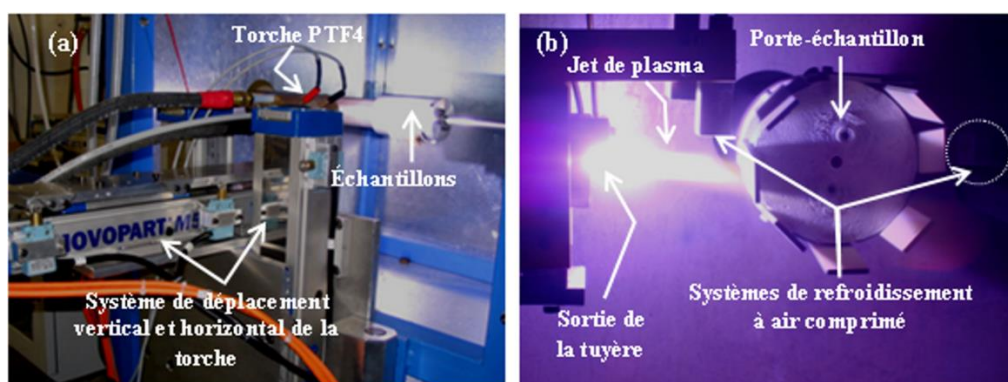


Figure II.3. Dispositif de projection plasma utilisé pour l'élaboration des dépôts, (a) vue extérieure, (b) vue intérieure du banc de projection.

Afin de pouvoir réguler la température de l'ensemble substrat-dépôt, le dispositif est muni de deux systèmes de refroidissement à air comprimé. Le premier est situé à 80 mm de la sortie de la tuyère, entre la torche et le substrat, et est situé perpendiculairement à 15 mm de l'axe du jet afin d'agir sur le flux thermique arrivant sur les échantillons. Ce dispositif a l'avantage d'éliminer les particules passant en périphérie du jet, donc peu ou pas traitées par le plasma, et ayant des vitesses 2 à 5 fois plus faibles que les autres. Le deuxième système de refroidissement est placé à 20 mm derrière le porte-échantillon, perpendiculairement à celui-ci afin de contrôler la température de surface des substrats et des dépôts (Figure II.3.b).

II.2.3.2. Conditions d'élaboration

Les paramètres de projection (débit de gaz plasmagène et porteur de la poudre, intensité de courant, distance de tir et type d'injection) ont été établies à partir des résultats préalablement obtenus au Laboratoire SPCTS de l'Université de Limoges afin d'avoir des dépôts homogènes et de limiter les contraintes résiduelles.

Le gaz plasmagène utilisé pour l'élaboration des dépôts est un mélange d'argon Ar et d'hydrogène H₂, avec un débit de 45/15 L/min. L'intensité de courant utilisé est de 500 A et la tension est égale à 72,8 V. Avant la projection, les substrats ont été préchauffés par le jet de plasma jusqu'à une température de surface de 300°C et maintenus à cette température pendant le tir.

Le dépôt a été réalisé pendant 4 minutes avec un débit de poudre de 30 g/min en utilisant de l'argon comme gaz porteur. La poudre utilisée est de la poudre micrométrique d'alumine avec une taille de particules comprises entre 25 et 40 µm (Figure II.4). La distance de tir entre la sortie de tuyère et le substrat est fixée à 100 mm.

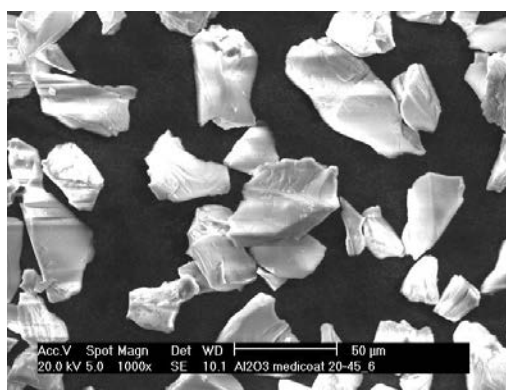


Figure II.4. Morphologie de la poudre Al₂O₃ utilisée pour le dépôt.

Les substrats utilisés sont des disques de diamètre 40 mm et d'épaisseur 5 mm en acier C35 dont la composition chimique est donnée dans le tableau II.5.

Tableau II.5. Composition chimique des substrats en acier C35.

	Eléments (autres que Fe)	Fe	C	Mn	Cr	Ni	Si	Cu	S	P	Mo	Al
Teneur (%)	C35	-	0,38	0,66	0,21	0,02	0,27	0,22	0,02	0,015	0,02	0,06

Préalablement à l'élaboration des dépôts, les substrats ont été sablés avec du corindon de 400 µm de diamètre sous une pression de 6 bar afin de produire une surface rugueuse et propre. Ils ont ensuite été nettoyés par ultrasons dans un bain d'acétone pour éliminer les résidus de sablage et dans le but d'obtenir la meilleure adhérence entre le dépôt et le substrat.

II.3. Techniques expérimentales de caractérisation

II.3.1. Analyse dilatométrique

L'analyse dilatométrique permet d'optimiser les paramètres de frittage. L'analyse dilatométrique du frittage consiste à mesurer la variation de longueur d'un échantillon lors du phénomène de retrait linéaire, en fonction de la température et du temps.

Les conditions d'analyse adoptées sont les suivantes : vitesse de montée en température de 5 °C/min jusqu'à 1550°C, balayage d'air (20 ml/min). L'appareil utilisé est un dilatomètre à contact linéique DIL 402C de chez NETZSCH (Figure II.5) équipé d'un four (température maximale : 1600°C) monté sur glissières et d'un système de suivi du retrait linéaire lié à une canne en alumine. La force de contact appliquée par la canne sur l'échantillon, pour le suivi du frittage, est fixée à 0,3 N. Pour limiter les interactions éventuelles entre les éléments du système et l'échantillon, des cales en alumine frittée sont disposées entre la canne et l'échantillon, et entre la butée et l'échantillon.

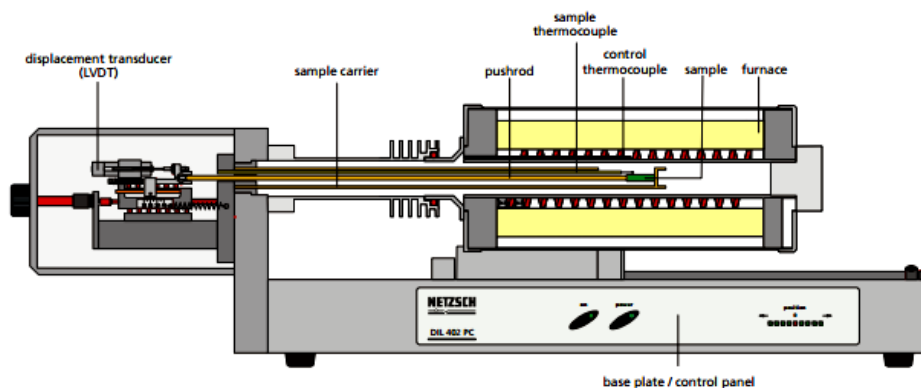


Figure II.5. Dilatomètre DIL 402 C.

Le système support de l'échantillon et la canne de mesure, se dilatent lors de l'essai, aussi est-il nécessaire de corriger les mesures pour prendre en compte ces dilatations. C'est pourquoi, la dilatation thermique de l'appareil est calibrée à l'aide d'une expérience réalisée à vide. La courbe dilatométrique obtenue sur un échantillon est corrigée en soustrayant point par point la courbe de référence.

Les échantillons sont des compacts de poudre de forme cylindrique, de 8 mm de diamètre et de 8 mm de longueur, présentant deux faces bien parallèles. Afin de déterminer si le frittage de l'alumine est anisotrope, les retraits radiaux et axiaux ont été mesurés sur les pièces après refroidissement. Ces mesures ont montré une isotropie du retrait.

La densité relative de l'échantillon peut être calculée à tout moment par l'équation II.2 :

$$\rho(t) = \rho_f \frac{(1 + \frac{\Delta L_f}{L_0})(1 + \frac{\Delta \phi_f}{\phi_0})^2}{(1 + \frac{\Delta L(t)}{L_0})(1 + \alpha \frac{\Delta L(t)}{L_0})^2} \quad Eq. II.2$$

Avec :

$$\alpha = \frac{\Delta \phi_f}{\phi_0} \frac{L_0}{\Delta L_f} \quad Eq. II.3$$

Où :

α : facteur d'anisotropie du retrait

ρ_f : masse volumique finale (g/cm³)

L_f : longueur finale de l'échantillon (mm)

L_0 : longueur initiale de l'échantillon (mm)

$\Delta L(t)$: variation de la longueur de l'échantillon à l'instant t

ϕ_f : diamètre moyen final de l'échantillon (mm)

ϕ_0 : diamètre moyen initial de l'échantillon (mm)

II.3.2. Mesure de densité

La mesure de la densité relative des échantillons frittés est effectuée par immersion dans l'eau selon le principe de la poussée d'Archimède. Cette technique permet la détermination des taux de porosités fermées et ouvertes en plus de la densité relative. Cette méthode consiste à peser successivement les échantillons secs dans l'air (m_{sec}), puis dans l'eau (m_{eau}). La différence entre ces deux masses ($m_{sec} - m_{eau}$) représente le volume d'eau déplacé et donc le volume de l'échantillon. Enfin, une dernière pesée s'effectue dans l'air après un séchage en surface (m_{humide}). La quantité ($m_{humide} - m_{sec}$) représente l'eau introduite dans les porosités ouvertes et permet donc de calculer le volume des porosités ouvertes. La masse volumique ρ est alors donnée par l'équation II.4 et les taux de porosité ouverte (P_O), totale (P_T) et fermée (P_F) par les équations II.5, II.6 et II.7 respectivement.

$$\rho = \frac{\rho_{eau} \cdot m_{sec}}{m_{humide} - m_{eau}} \quad Eq. II.4$$

$$P_O = 100 \cdot \frac{m_{humide} - m_{sec}}{m_{humide} - m_{eau}} \quad Eq. II.5$$

$$P_T = 100 \cdot \frac{(m_{humide} - m_{eau}) - \left(\frac{m_{sec} \cdot \rho_{eau}}{\rho_{théorique}} \right)}{m_{humide} - m_{eau}} \quad Eq. II.6$$

$$P_F = P_T - P_O \quad Eq. II.7$$

La température de l'eau est prise en considération et la masse volumique de l'eau ρ_{eau} est corrigée en conséquence. La masse volumique de l'alumine $\rho_{théorique}$ est prise égale à 3,99 g/cm³.

II.3.3. Préparation et polissage

Un soin particulier est apporté à l'étape de préparation des échantillons que ce soit pour la caractérisation des microstructures ou pour les essais d'indentation pour lesquels la rugosité joue un rôle essentiel dans l'analyse des résultats.

Les échantillons sont nettoyés à l'acétone puis à l'éthanol dans un bain d'ultrasons. L'acétone à l'avantage d'être plus mouillant que l'éthanol. Il permet donc de dégraisser la surface de l'échantillon avant d'éliminer toutes les impuretés à l'aide de l'éthanol. Ensuite, les échantillons sont enrobés sous vide dans une résine époxy.

À l'exception des verres (silice fondue et verre oxynitruré), la procédure employée a été de prépolir mécaniquement une des faces planes des échantillons à l'aide de disques métalliques contenant des segments d'abrasifs diamantés dans un liant de résine (Struers MD-piano), placés sur une polisseuse mécanique de marque Struers TegraPol-21. La figure II.6 montre une représentation schématique des disques utilisés. Ces disques ont l'avantage d'offrir un taux d'enlèvement constant tout au long de la procédure de prépolissage contrairement au papier abrasif SiC qui s'use.

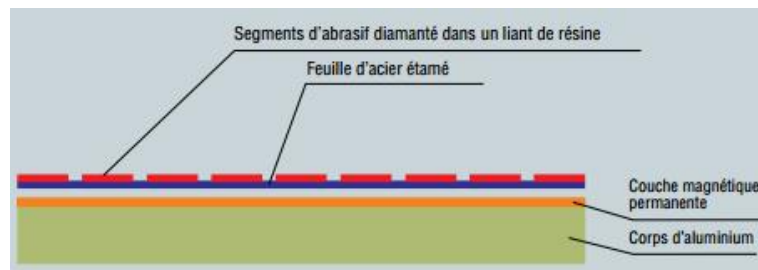


Figure II.6. Représentation schématique des disques de polissage MD-piano.

Pour réduire l'arrachement des grains et avoir une planéité satisfaisante, trois disques ayant des abrasifs de granulométrie 68 μ m, 30 μ m et 15 μ m ont été utilisés.

Pour les échantillons en verre (silice fondue, bioverre), la procédure de prépolissage est réalisée à l'aide de papiers abrasifs SiC (papiers de grade 80, 120, 220, 500, 800 et 1200). Pour éviter les échauffements de la pièce, le pré-polissage se fait sous eau comme lubrifiant.

Pour obtenir un poli-miroir, un polissage de finition est réalisé, pour tous les échantillons, à l'aide de disques de polissage en feutre chargés de particules diamantées de tailles 9, 6, 3, 1 et $\frac{1}{4}$ μm sous une lubrification à l'éthanol. À chaque changement de disque de polissage, l'échantillon est rincé à l'eau puis nettoyé dans un bain d'ultrasons à l'éthanol afin d'éliminer tout corps résultant du polissage précédent puis pivoté de 90° par rapport au polissage précédent. Chaque procédure de polissage dure 10 minutes tout en diminuant la pression exercée sur l'échantillon.

La rugosité des échantillons est vérifiée à la fin du polissage à l'aide d'un microscope confocal Leica DCM 3D. Si la rugosité arithmétique R_a dépasse 0,1 μm , la procédure de polissage de finition est reprise.

II.3.4. Microscopie confocale

Les mesures de rugosité et de topographie ont été menées à l'aide d'un profilomètre confocal à champ étendu de marque Leica DCM 3D dual core permettant à la fois de réaliser de l'imagerie confocale et de l'interférométrie (Figure II.7).

La surface à analyser est balayée verticalement à l'aide d'un faisceau de lumière monochromatique de manière à ce que chaque point analysé traverse le plan focal. Les informations ne traversant pas le plan focal sont éliminées tandis que les données acquises constituent une image de la surface à haute résolution. Pour ce faire, un diaphragme est placé devant le détecteur (Figure II.7), dans le plan focal conjugué au plan focal de l'objectif (d'où l'attribut « confocal ») afin que seule la lumière provenant du plan focal puisse atteindre le détecteur. Comme le montre la figure II.7, un miroir semi-réfléchissant réfléchit le rayon provenant de l'objet vers un détecteur qui peut ainsi mesurer l'intensité lumineuse de chaque point et la stocker dans un ordinateur. Une fois que le balayage selon les abscisses et les ordonnées est effectué, et qu'une image à deux dimensions est obtenue, le plateau contenant l'objet est déplacé d'un pas prédéfini suivant l'axe vertical, et l'acquisition recommence. Ainsi, on mémorise des « tranches », qui peuvent par la suite être traitées informatiquement pour obtenir des images de l'objet en trois dimensions.

Le faisceau lumineux monochromatique est généré à l'aide de deux LED haute puissance : une LED à lumière blanche et une autre à lumière bleue. La lumière blanche est utilisée pour une analyse en champ clair couleur, pour des images confocales avec une texture de couleur et pour les surfaces lisses. La LED à lumière bleue est utilisée pour les surfaces rugueuses. En lumière bleue, les résolutions latérale et verticale peuvent atteindre respectivement $0,14\ \mu\text{m}$ et $2\ \text{nm}$.

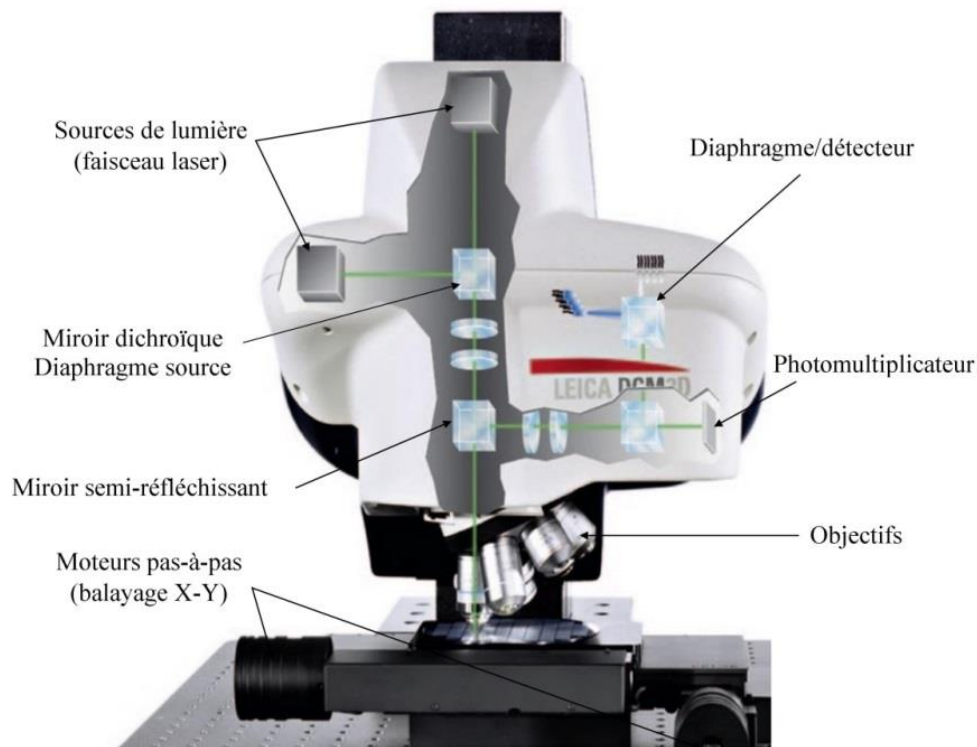


Figure II.7 Représentation schématique du microscope confocal.

Cette technique a été utilisée afin d'évaluer l'état de surface des matériaux après leur préparation. Par ailleurs, les mesures profilométriques 3D ont été utilisées pour la vérification du mode de déformation autour de l'empreinte, c'est-à-dire s'il s'agit de *sink-in* (déflexion des faces) ou *pile-up* (formation de bourrelet), ainsi que pour mesurer la profondeur résiduelle après indentation, et l'évaluation de l'émoussement des pointes d'indentation.

II.3.5. Caractérisation microstructurale

La caractérisation microstructurale des échantillons en alumine a nécessité une étape de préparation supplémentaire après l'étape de polissage.

Les joints de grains sont révélés par attaque thermique dans un four conventionnel après avoir retiré l'enrobage des échantillons par découpe de la résine. Le cycle thermique comprend une montée en température à la vitesse de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ jusqu'à une température égale

à la température de frittage -50°C suivie d'un maintien à cette température durant 15 min. Puis l'échantillon est retiré du four pour refroidir à l'air libre.

Des observations au MEB des surfaces polies et attaquées thermiquement ont permis de mesurer la taille des grains et des pores.

Les surfaces observées au MEB ont été métallisées par pulvérisation cathodique pour recouvrir l'échantillon d'environ 30 nm d'argent. La pulvérisation est réalisée avec une distance cible-échantillon de 5 cm, une pression de métallisation de 10^{-1} atm et un courant de 40 mA maintenu pendant 2 minutes.

Les observations microscopiques ont été réalisées à l'aide d'un microscope Hitachi S3500N sous une tension d'accélération de 20 kV.

Les mesures de taille de grains sont réalisées par la méthode des intersections (*Linear Intercept*) [131] (Figure II.8), à l'aide d'un logiciel d'analyse d'images. Pour prendre en compte la forme polyédrique des grains, un facteur de correction de 1,56 est utilisé afin d'obtenir la taille réelle de grains [131].

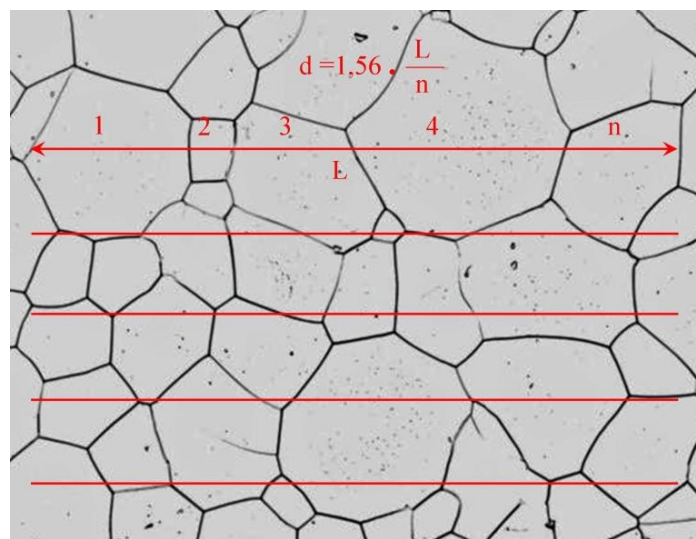


Figure II.8. Méthode de détermination de la taille des grains (*Linear intercept*).

II.3.6. Caractérisation des propriétés mécaniques

II.3.6.1. Indentation instrumentée

II.3.6.1.1. Dispositif expérimental

L'appareil de mesure utilisé dans ce travail est un micro-duromètre instrumenté de type CSM2-107 (Figure II.9) développé par la société CSM-Instrument (Centre Suisse de Microtechnique).

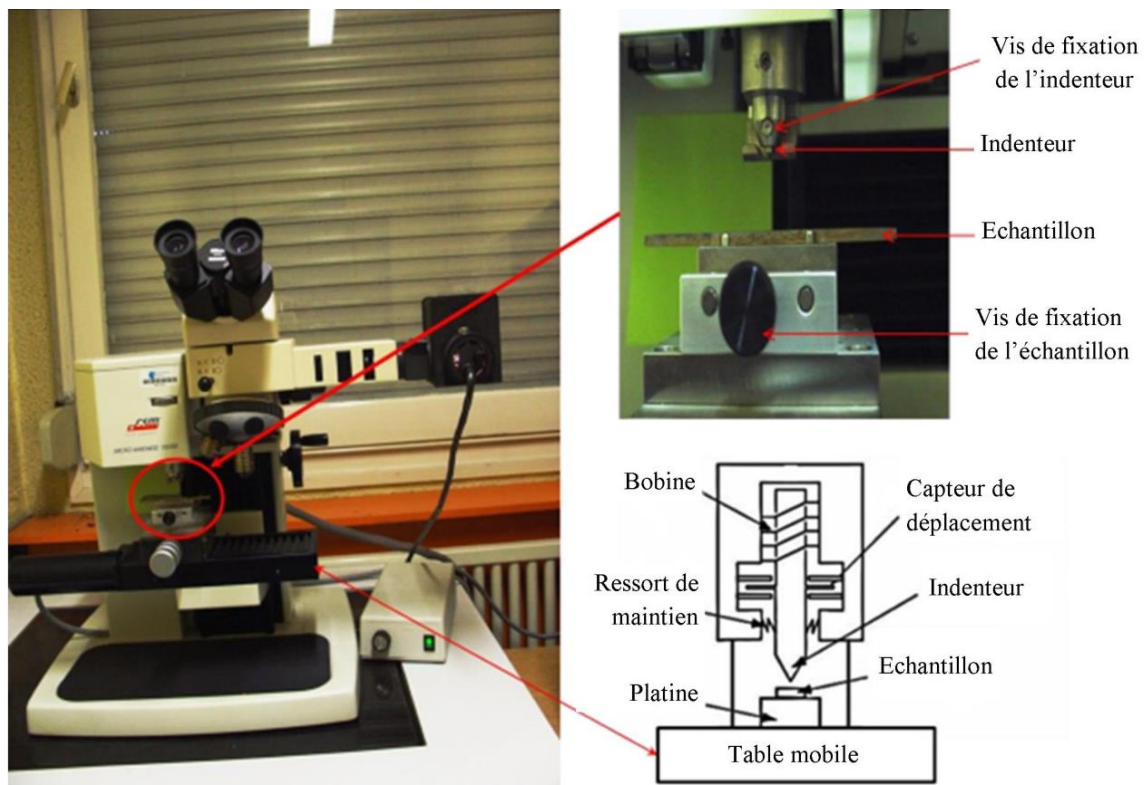


Figure II.9. Dispositif expérimental d'indentation instrumentée.

Le dispositif peut être contrôlé en force ou en déplacement. La plage de chargement varie de 0,05 à 30 N avec une résolution de 100 μN . La plage de déplacement est de 200 μm pour une résolution de 0,3 μm (données constructeur). La position de l'indenteur est contrôlée par un capteur de déplacement. Une bobine située dans la partie supérieure de la colonne de chargement est utilisée pour entraîner l'indenteur vers l'échantillon. La force imposée est contrôlée par la variation de courant provenant de la bobine magnétique. La colonne de chargement est suspendue par des ressorts de maintien qui facilite l'amortissement du mouvement. Une platine motorisée suivant l'axe X-Y permet de modifier la position de l'échantillon. Des dispositifs de fixation permettent de maintenir immobile l'indenteur et le matériau afin d'éviter un excès de charge appliquée pendant l'essai. La vitesse de pénétration

et l'enregistrement des données sont contrôlés par le logiciel développé par CSM Instrument. La figure II.10 présente un organigramme qui explique la procédure d'analyse adoptée dans ce travail afin de garantir une fiabilité des résultats.

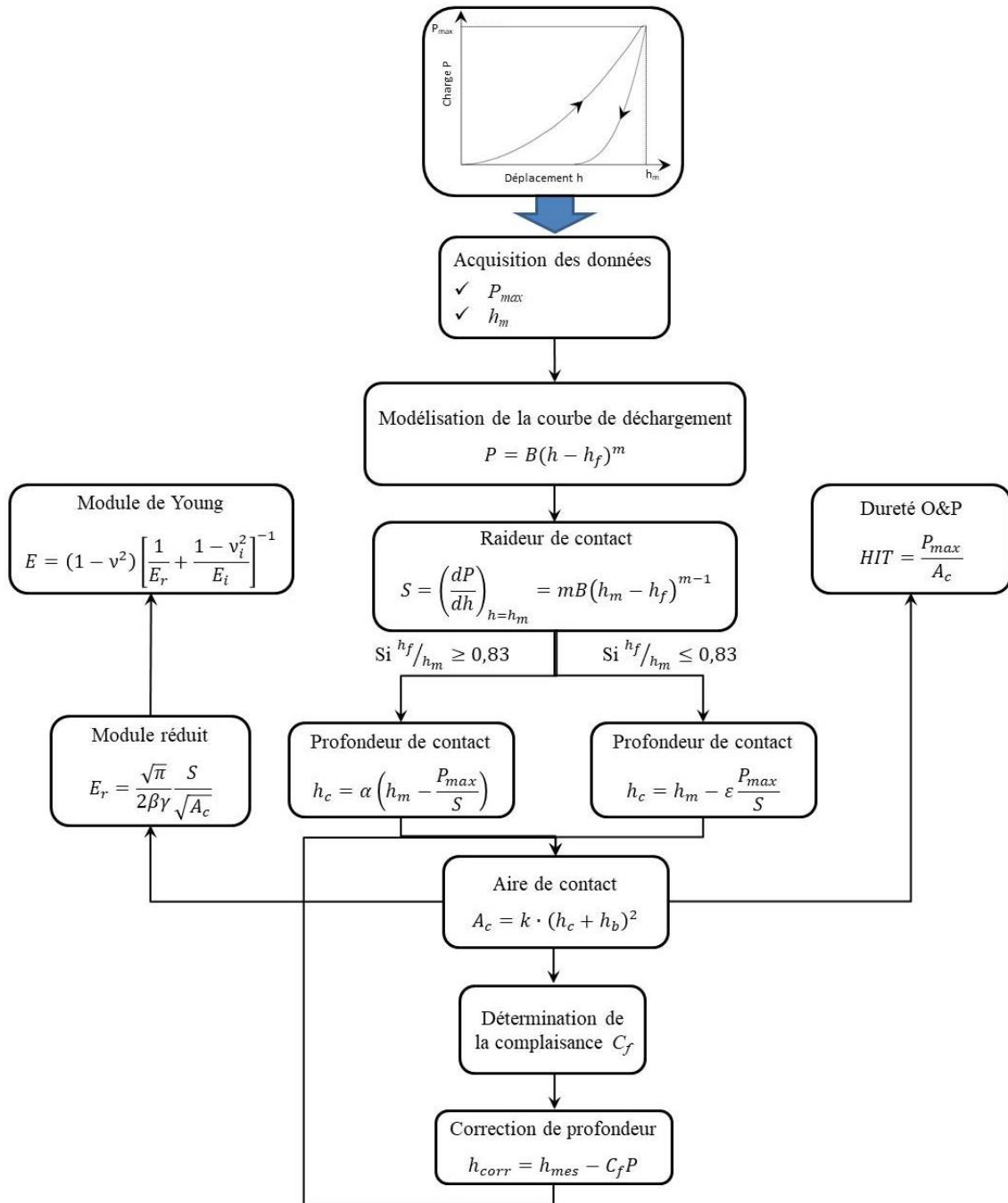


Figure II.10. Synoptique d'analyse des résultats d'indentation instrumentée.

Dans cette étude, des indenteurs de forme pyramidale, l'indenteur Vickers et l'indenteur Knoop, dont les caractéristiques sont rappelées dans le tableau I.1, ont été utilisés. L'indenteur Vickers a été longuement utilisé au laboratoire au contraire de l'indenteur Knoop

d'achat plus récent. Les indenteurs sont des pointes en diamant dont le module d'élasticité est égal à $E_i = 1141$ GPa et le coefficient de Poisson ν_i égal à 0,07 [19].

L'instrument de micro-indentation ne permet pas la mesure en continu de la raideur de contact (*Continuous Stiffness Measurement - CSM*), ce qui ne permet pas d'appliquer la méthodologie d'Oliver et Pharr [19] pour déterminer la fonction de l'aire de contact en prenant en considération le défaut de pointe (Eq.I.22). La correction proposée par Troyon et Huang [47] (Eq. I.23) qui nécessite la connaissance de la troncature au sommet de l'indenteur émoussé, a été appliquée. Cette correction est simple, rapide et suffisante à notre échelle de mesure (profondeurs d'indentations supérieures à 200 nm) [47].

Les défauts des pointes utilisées ont été estimés par microscopie électronique à balayage. La figure II.11 montre les pointes des indenteurs Vickers (Figure II.11.a), et Knoop (Figure II.11.b).

La taille du défaut de pointe est mesurée entre le sommet d'une pointe conique idéale et l'émoussement de la crête. Les contours du cône ont été prolongés et la distance entre la pointe et l'émoussement est donnée par l'instrument. Comme on peut l'observer sur la figure II.11, un défaut de pointe de 150 nm est trouvé pour l'indenteur Vickers et de 10 nm pour l'indenteur Knoop. Notez que la mesure a été faite à un grossissement beaucoup plus important pour améliorer la précision mais pour obtenir une image de qualité, les photos ont été réalisées à un grossissement plus faible.

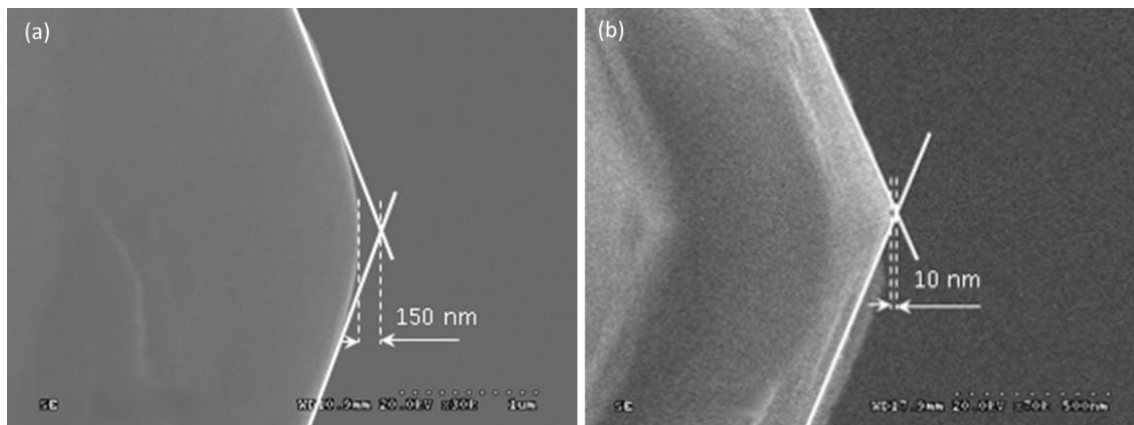


Figure II.11. Mesure de la taille du défaut de pointe par microscopie électronique à balayage, (a) indenteur Vickers, (b) indenteur Knoop.

Les mesures des défauts de chaque pointe ont été ensuite vérifiées par microscopie confocale en vue de caractériser la géométrie exacte des pointes. La figure II.12 montre une

mesure 3D obtenue par microscopie confocale des indenteurs Vickers (Figure II.12.a) et Knoop (Figure II.12.b).

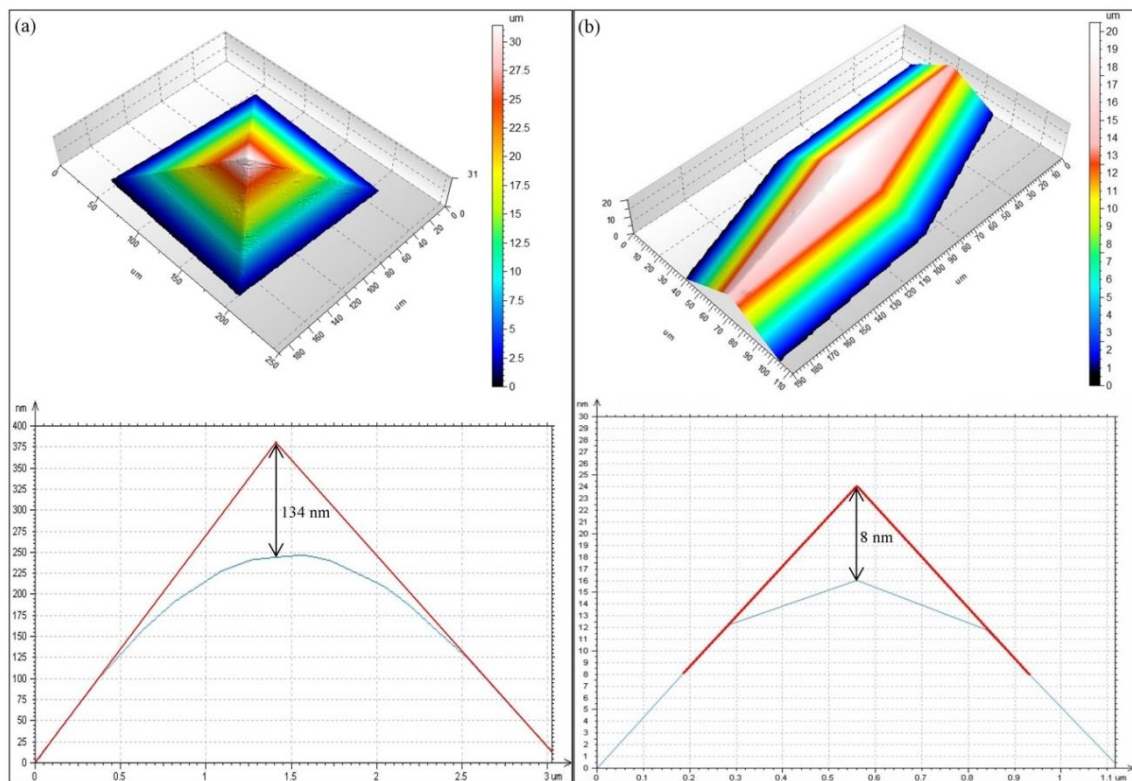


Figure II.12. Images 3D des indenteurs utilisés : (a) Vickers et (b) Knoop.

La figure II.12 montre que l'extrémité des pointes est pratiquement sphérique avec un défaut de pointe d'environ 134 nm pour l'indenteur Vickers et 8 nm pour l'indenteur Knoop.

Les mesures de défauts de pointes obtenues par les deux techniques sont comparables et les valeurs mesurées par MEB ont été retenues pour la correction de Troyon et Huang. En effet, une erreur de mesure peut être liée au phénomène de réflexion lumineuse du laser sur la surface du diamant, pour la mesure confocale.

Par ailleurs, les valeurs de troncature des pointes mesurées illustrent bien le fait que l'indenteur Vickers a été utilisé pendant plus de dix ans, alors que l'indenteur Knoop est plus récent. Le défaut de pointe est bien évidemment relié à la fréquence d'utilisation.

Un des objectifs sera donc de montrer que même si une pointe est fortement éoussée, elle peut être encore utilisée pour obtenir des résultats cohérents à condition de bien prendre en compte le défaut de pointe dans la détermination des propriétés mécaniques du matériau. D'autre part, nous utilisons l'indenteur Vickers, car il est le plus largement utilisé en micro indentation, mais aussi parce qu'il sera considéré comme référence dans notre étude.

II.3.6.1.2. Procédure expérimentale

Il s'agit de la méthode standard de l'essai d'indentation instrumentée. Cette méthode s'appuie sur la norme ISO 14577:2015 [37]. La durée de l'essai est maintenue constante à 1 minute et 15 secondes comprenant le chargement en 30 secondes, un maintien de 15 secondes et le déchargement en 30 secondes. Par conséquent, les vitesses de chargement et de déchargement sont imposées en fonction de la charge maximale, comme le recommande la norme ISO14577:2015 [37].

Les charges maximales sont choisies entre 200 mN et 20 N et au moins 30 essais sont réalisés avec un espacement entre deux empreintes successives supérieur à 5 fois la largeur de l'empreinte.

Lors de l'essai, l'indenteur est amené au contact de l'échantillon à une vitesse constante, supérieure à celle imposée pendant l'essai. Lorsque le système détecte une variation sur la courbe déplacement-temps, l'indentation commence dans les conditions définies par l'opérateur. On obtient alors une courbe charge-déplacement. Même si le réglage du zéro définissant le contact indenteur-matériau est automatique, il est systématiquement vérifié et ajusté. En effet, le zéro-machine est défini lorsque la charge sur l'indenteur devient égale à celle fixée par l'opérateur, nécessairement différente de 0 N. C'est pourquoi, le véritable zéro est défini à l'endroit de la courbe à partir duquel la charge est non nulle (Figure II.13). C'est cette position du zéro qui est considérée dans notre étude et qui est ajustée manuellement après chaque essai.

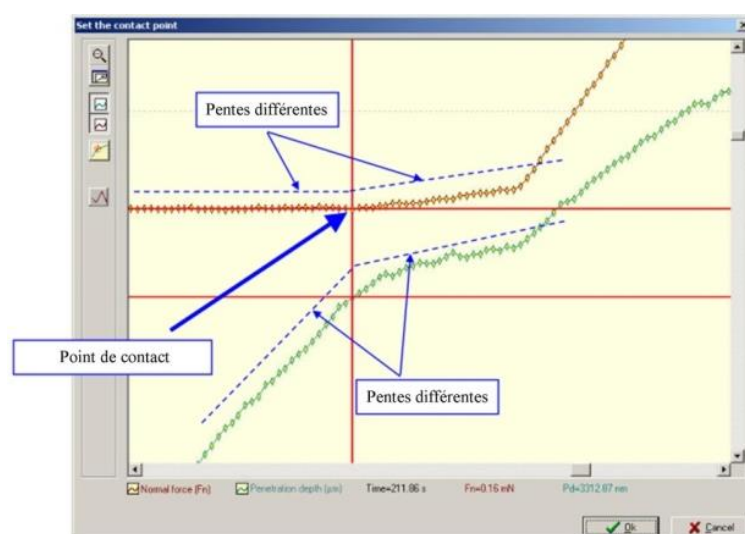


Figure II.13. Détermination manuelle du point de contact.

II.3.6.2. Mesure du module d'élasticité par ultrasons

Afin d'avoir des valeurs de références de module d'élasticité des matériaux étudiés, des mesures par ultrasons ont été réalisées. Cette méthode permet également de déterminer le coefficient de Poisson sachant que la connaissance du coefficient de Poisson est nécessaire à la détermination du module d'élasticité par indentation. Un générateur d'impulsions électriques fournit le signal électrique de départ. Une impulsion électrique d'amplitude élevée, mais de courte durée excite, un transducteur piézoélectrique. Ce transducteur est constitué essentiellement d'une lame piézoélectrique dont l'épaisseur e est égale à la moitié de la longueur d'onde. La sonde ultrasonore (transducteur) a deux fonctions principales : celle de transformer le signal électrique en onde ultrasonore et celle de capter les ondes ultrasonores réfléchies pour les transformer en signaux électriques. Pour faciliter le passage des ultrasons du transducteur vers l'échantillon, il faut appliquer un gel couplant. La figure II.14.a montre le dispositif utilisé.

Les vibrations mécaniques émises constituent un train d'ondes ultrasonores amorties. La vitesse des ondes ultrasonores dans les solides dépend essentiellement des forces de liaisons atomiques donc indirectement du module d'élasticité. L'onde se propage dans l'échantillon d'épaisseur e , puis est réfléchi et parcourt le chemin inverse. La période (Δt), entre deux échos successifs sur l'oscilloscope, est mesurée. La vitesse V des ondes ultrasonores en est déduite par la relation :

$$V = 2 \frac{e}{\Delta t} \quad \text{Eq. II.8}$$

L'oscilloscope numérique permet de visualiser le signal électrique de départ et les échogrammes obtenus. La figure II.14.b montre un exemple d'échogramme obtenu à l'oscilloscope lors de l'enregistrement d'échos dans la silice fondue.

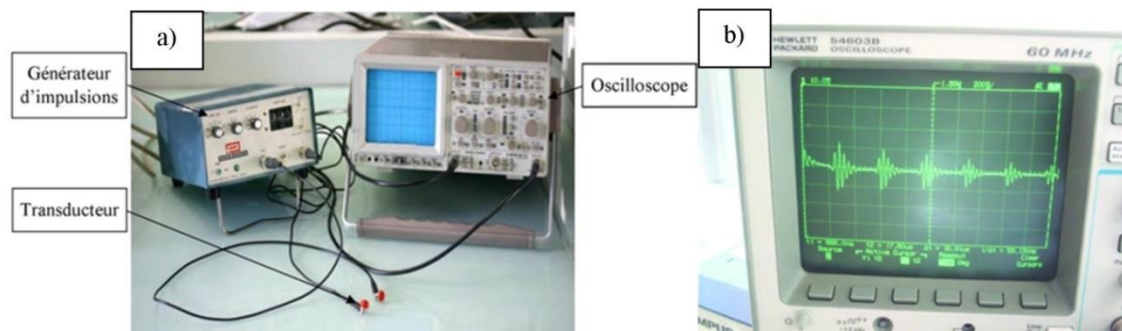


Figure II.14. (a) Dispositif expérimental de mesure par ultrasons, (b) exemple d'échogramme obtenu sur la silice fondue.

L'utilisation de transducteurs, qui génèrent des ondes longitudinales et transversales, permet d'accéder aux caractéristiques élastiques via les deux vitesses d'ondes V_L (vitesse des ondes longitudinales) et V_T (vitesse des ondes transversales). Le module d'élasticité E et le coefficient de Poisson ν sont alors calculés à partir des relations suivantes :

$$E = \rho \frac{V_L^2 (4V_T^2 - 3V_L^2)}{V_T^2 - V_L^2} \quad \text{Eq. II.9}$$

$$\nu = \frac{1}{2} \frac{(2V_T^2 - V_L^2)}{V_T^2 - V_L^2} \quad \text{Eq. II.10}$$

Chapitre III : Analyse de l'essai d'indentation instrumentée à l'aide d'un indenteur Knoop sur des matériaux fragiles

III.1. Introduction	74
III.2. Traitement des données brutes et corrections	74
III.2.1. Analyse préliminaire des courbes d'indentation	74
III.2.2. Correction du défaut de pointe	76
III.2.3. Correction de la complaisance de l'instrument	76
III.2.4. Détermination du mode de déformation	80
III.3. Détermination du module d'élasticité	83
III.3.1. Comparaison entre les résultats obtenus par <i>IIT</i> Vickers et par <i>IIT</i> Knoop	83
III.3.2. Prise en compte du retour élastique radial en <i>IIT</i> Knoop	84
III.3.3. Détermination d'un facteur de correction nominal γ_{nom}	86
III.3.3.1. Analyse optique du retour élastique en indentation Knoop	86
III.3.3.2. Relation entre γ_{nom} et le rapport H/E	88
III.3.3.3. Relation entre γ_{nom} et le rapport h_f/h_e	89
III.3.3.4. Correction proposée	90
III.4. Détermination de la dureté	93
III.4.1. Comparaison entre les duretés obtenues par <i>IIT</i> Vickers et par <i>IIT</i> Knoop	93
III.4.2. Considération de l'aire projetée de l'empreinte résiduelle pour le calcul de dureté en indentation instrumentée	94
III.5. Comparaison des duretés Vickers et Knoop des matériaux fragiles en indentation conventionnelle	96
III.5.1. Considération de l'aire de contact réelle pour le calcul de dureté	98
III.5.2. Considération de l'aire résiduelle réelle pour le calcul de dureté	100
III.5.3. Considération de l'aire résiduelle projetée pour le calcul de dureté	102
III.6. Détermination du module d'élasticité par indentation conventionnelle : simplification de la méthode de Marshall <i>et al.</i>	103
III.7. Conclusion	104

III.1. Introduction

Le calcul de la dureté et du module d'élasticité dépend principalement de la forme de l'indenteur et de la façon dont la matière se déforme sous l'indenteur en mode « *sink-in* » ou « *pile-up* », mais aussi de son comportement après dégagement de l'indenteur. Par conséquent, une analyse du comportement élastique après dégagement de l'indenteur doit être effectuée en fonction du mode de déformation autour de l'empreinte, en plus des corrections de la complaisance de l'instrument et du défaut de pointe.

Ce chapitre, s'intéresse en particulier aux matériaux rigides présentant une déflexion élastique des faces (*sink-in*) et à l'analyse du retour élastique après dégagement de l'indenteur, en particulier dans le cas de l'indentation Knoop.

Dans cette partie, nous avons testé plusieurs matériaux céramiques denses de différentes propriétés mécaniques en utilisant deux types d'indenteurs Vickers et Knoop. Il s'agit des matériaux présentés dans le chapitre II : la silice fondue (SiO_2), le nitrure de silicium (Si_3N_4), le bioverre oxynitruré, la biocéramique bêta phosphate tricalcique (β -TCP) et l'alumine (Al_2O_3).

III.2. Traitement des données brutes et corrections

III.2.1. Analyse préliminaire des courbes d'indentation

Les courbes obtenues pour chaque matériau présentent toujours la même allure générale que celle présentée sur la figure III.1 quel que soit l'indenteur utilisé. L'exemple montré sur la figure III.1 est relatif aux essais réalisés sur l'échantillon d'alumine (Al_2O_3). D'autre part, il faut préciser que les données de la figure III.1 sont des données brutes qui nécessitent d'être corrigées par la prise en compte de l'émoussement de l'indenteur et de la complaisance de l'instrument. Toutefois, avant que ces corrections ne soient effectuées, on peut déjà remarquer sur la figure III.1 la bonne reproductibilité dans la partie chargement des résultats obtenus à l'aide des deux indenteurs, ce qui traduit, tout au moins à cette échelle de chargement, que le matériau est homogène.

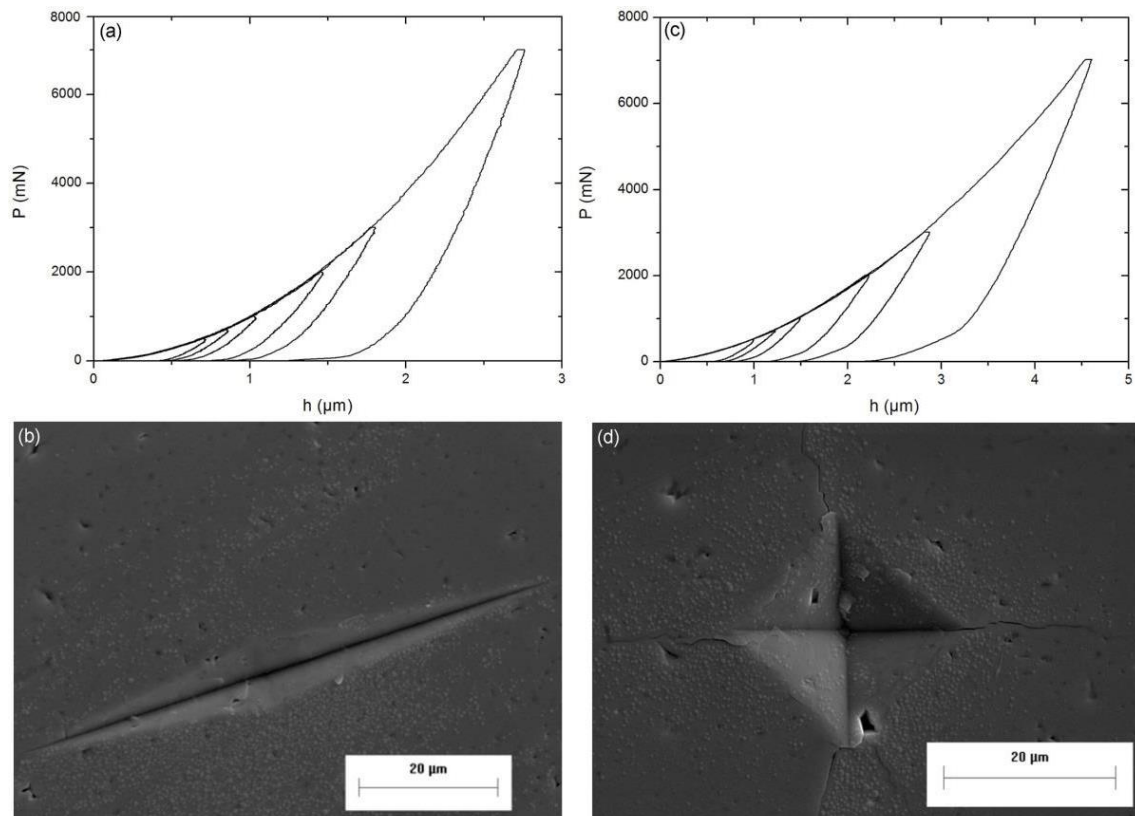


Figure III.1. Courbes charge – déplacement et empreintes résiduelles obtenues à une charge de 7N sur l'alumine à l'aide (a)-(b) d'un indenteur Knoop et (c)-(d) d'un indenteur Vickers.

La figure III.1 montre aussi que des réponses similaires sont obtenues avec les deux types d'indenteurs utilisés. Quel que soit l'indenteur, les cycles de chargement et de déchargement sont bien décrits par les lois de puissance décrites dans le premier chapitre, Eq. I-2 et Eq. I-16 respectivement. Il est important de souligner sur cette figure que la profondeur de pénétration maximale atteinte par l'indenteur Knoop est d'environ 67% de celle obtenue à l'aide de l'indenteur Vickers. Ce rapport est similaire à celui obtenu par Riester *et al.* [86] (69%) et Sakai *et al.* [81] (67,5%). Cette valeur est la moyenne pour tous les essais réalisés sur l'ensemble des matériaux faisant l'objet de cette étude et en considérant la complaisance de l'instrument. Ceci veut dire que l'indenteur Knoop conduirait à une surface maximale projetée environ 19,5% plus grande que celle produite par un indenteur Vickers. On explique cette plus faible pénétration de l'indenteur Knoop par le fait qu'il présente des angles au sommet moins aigus que pour l'indenteur Vickers. Par ailleurs, comme on peut le remarquer sur la figure III.1, l'indenteur Knoop provoque, sous des conditions de chargement similaires, moins de fissuration des matériaux fragiles comparativement à l'indenteur Vickers.

III.2.2. Correction du défaut de pointe

Nous utilisons la correction de défaut de pointe proposée par Troyon et Huang [47]. L'expression de l'aire de contact prenant en compte le défaut de pointe dépend de la déformation autour de l'empreinte et s'écrit donc comme suit :

$$A_c = k \cdot \left(h_m - \varepsilon \frac{P_{max}}{S} + h_b \right)^2 \quad Eq. III.1$$

$$A_c = k \cdot \alpha^2 \left(h_m - \frac{P_{max}}{S} + h_b \right)^2 \quad Eq. III.2$$

Où k est égal à 24,56 pour l'indenteur Vickers et 65,42 pour l'indenteur Knoop, ε et α valent respectivement 0,75 et 1,2, P_{max} est la charge maximale appliquée, S est la rigidité de contact (pente au début du déchargement) et h_b représente la troncature du défaut de pointe.

Les relations III.1 et III.2 correspondent respectivement aux modèles analytiques proposés par Oliver et Pharr [19] pour ce qui concerne le mode de déformation « *sink-in* » et celui de Loubet *et al.* [17] pour le mode « *pile-up* ».

III.2.3. Correction de la complaisance de l'instrument

La correction de la complaisance du système nécessite le calcul de l'aire de contact A_c . Cependant, il est essentiel en premier lieu de déterminer le mode de déformation autour de l'empreinte afin de choisir laquelle des relations III.1 ou III.2 sera retenue. La vérification du mode de déformation autour de l'empreinte, s'effectue soit à l'aide d'un dispositif expérimental comme la microscopie à force atomique AFM, la microscopie électronique à balayage ou la profilométrie confocale, ou bien à l'aide du critère analytique h_f/h_m , comme illustré dans l'organigramme de la figure II.10. Cependant dans la majorité des cas, ce rapport, tel qu'il est donné par l'instrument, ne peut pas être retenu directement puisque la déformation de l'instrument au cours de l'essai n'est pas prise en compte. Car en effet, la correction de la complaisance du système se fait généralement a posteriori de l'essai.

Rappelons que la complaisance totale du système (l'inverse de la raideur S) mesurée à la fin de chaque essai, s'écrit sous la forme suivante :

$$C_T = \frac{1}{S} = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{1}{\beta\gamma E_r \sqrt{A_c}} + C_f \quad \text{Eq. III.3}$$

Où β et γ représentent les facteurs de correction introduits pour plus de précision, E_r est le module réduit et C_f représente la complaisance de l'instrument.

D'après la relation III.3, la complaisance de l'instrument peut être déterminée à partir de l'ordonnée à l'origine de la droite obtenue en traçant la complaisance mesurée C_T pour chaque essai en fonction de $1/\sqrt{A_c}$. La figure III.2 représente les résultats obtenus dans le cas de la silice fondue (SiO_2) avec l'indenteur Vickers (Figures III.2.a et III.2.b) et avec l'indenteur Knoop (Figures III.2.c et III.2.d). Comme à cette étape de l'analyse, nous ne disposons d'aucune information sur le mode de déformation autour de l'empreinte, l'aire de contact utilisée dans le calcul est corrigée du défaut de pointe en considérant à la fois le modèle d'Oliver et Pharr [19] (Eq.III.1) (Figures III.2.a et III.2.c) et de Loubet *et al.* [17] (Eq.III.2) (Figures III.2.b et III.2.d). La figure III.2 montre la variation des résultats obtenus quel que soit l'indenteur utilisé et indépendamment du mode de déformation envisagé quand le défaut de pointe est pris en considération ou négligé. Il est clair, en particulier pour le cas de l'indenteur Vickers, que la relation entre la complaisance totale C_T et $1/\sqrt{A_c}$ n'est pas linéaire quand le défaut de pointe est négligé, en contradiction avec la relation III.3. La non-linéarité est particulièrement visible pour les valeurs de $1/\sqrt{A_c}$ importantes, c'est-à-dire aux profondeurs d'indentation faibles pour lesquelles le défaut de pointe modifie considérablement l'aire de contact. On remarque aussi que la déviation de la droite est plus prononcée dans le cas de l'indenteur Vickers, qui est plus émoussé ($h_b=150$ nm), que dans le cas de l'indenteur Knoop ($h_b=10$ nm). Quand le défaut de pointe est pris en considération, les résultats s'alignent sur une droite dont l'ordonnée à l'origine représente la complaisance de l'instrument C_f .

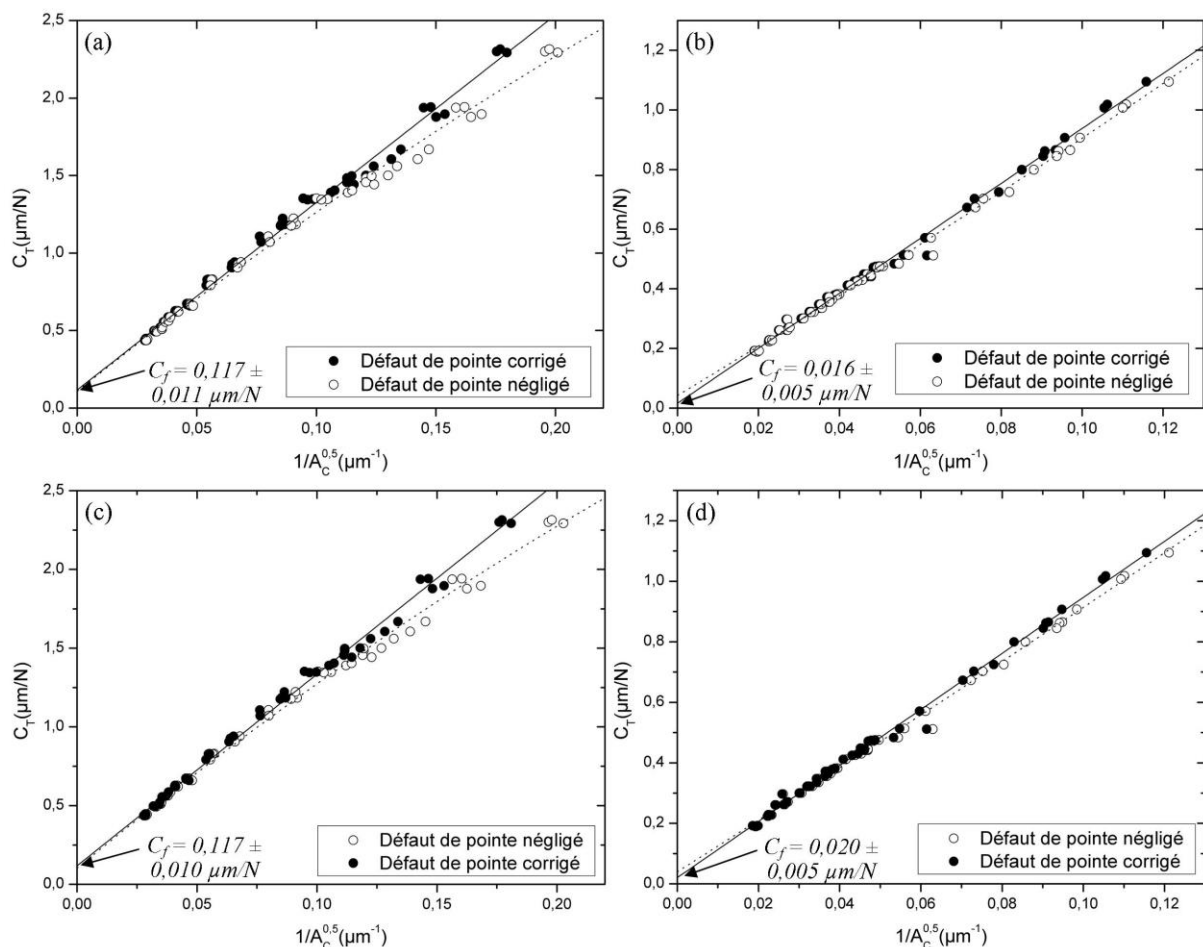


Figure III.2. Complaisance totale C_T en fonction de $1/\sqrt{A_c}$ selon le modèle d'Oliver et Pharr [19] (a, b) et de Loubet et al. [17] (c, d) pour l'indenteur Vickers (a, c) et l'indenteur Knoop (b, d) dans le cas de la silice fondue.

Par ailleurs, il est intéressant de noter que l'utilisation du modèle d'Oliver et Pharr (Eq.III.1) ou de Loubet *et al.* (Eq.III.2) conduit à des valeurs de complaisance C_f très proches. On peut donc utiliser les deux modèles indifféremment pour obtenir la valeur de C_f , ce qui permet de vérifier par la suite le mode de déformation à l'aide du critère h_f/h_m .

En outre, nous remarquons que la valeur de la complaisance de l'instrument C_f varie d'un indenteur à l'autre. Or, la structure de l'appareil est strictement identique. Il semblerait donc que la fixation de l'indenteur dans l'instrument, ou de la pointe diamant dans son logement, introduit une complaisance variable d'un indenteur à l'autre.

La même étude a été réalisée pour les données d'indentation de tous les matériaux étudiés dans ce travail, comme le montre la figure III.3, pour l'indenteur Vickers (Figure III.3.a) et l'indenteur Knoop (Figure III.3.b). On remarque sur cette figure que la complaisance C_f , valeur présumée intrinsèque à l'instrument de mesure, varie en fonction du matériau (Tableau III.1). L'ensemble des valeurs de C_f sont regroupées dans le tableau III.1.

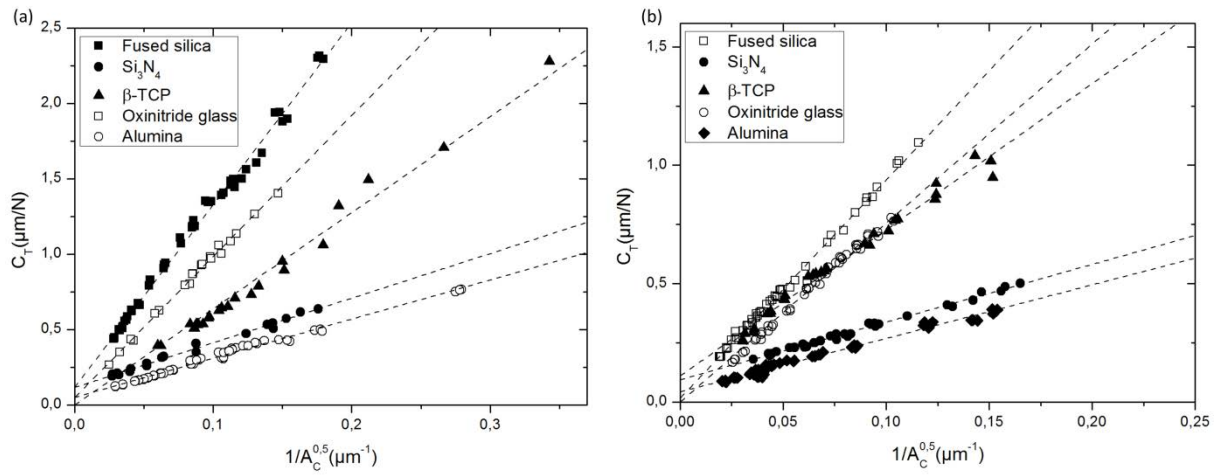


Figure III.3. Complaisance totale C_T en fonction de la racine carré de l'aire de contact $\sqrt{A_c}$ (a) cas de l'indenteur Vickers (b) cas de l'indenteur Knoop.

Tableau III.1. Valeurs de complaisance de l'instrument C_f .

Échantillon	C_f Vickers ($\mu\text{m/N}$)	C_f Knoop ($\mu\text{m/N}$)
SiO ₂	0,117 ± 0,012	0,016 ± 0,005
Bioverre	0,048 ± 0,013	0,009 ± 0,006
Si ₃ N ₄	0,116 ± 0,007	0,093 ± 0,004
Al ₂ O ₃	0,050 ± 0,003	0,043 ± 0,003
β-TCP	0,005 ± 0,023	0,110 ± 0,013

Généralement on représente le système instrument + échantillon par un modèle mécanique de deux ressorts en série [51] dont les complaisances sont respectivement C_f et C (Figure III.4). Dans ce modèle rhéologique simple, la complaisance de l'appareil C_f est indépendante de l'échantillon testé, et théoriquement constante. Or, comme nous l'avons constaté précédemment, C_f varie selon les conditions d'indentation.

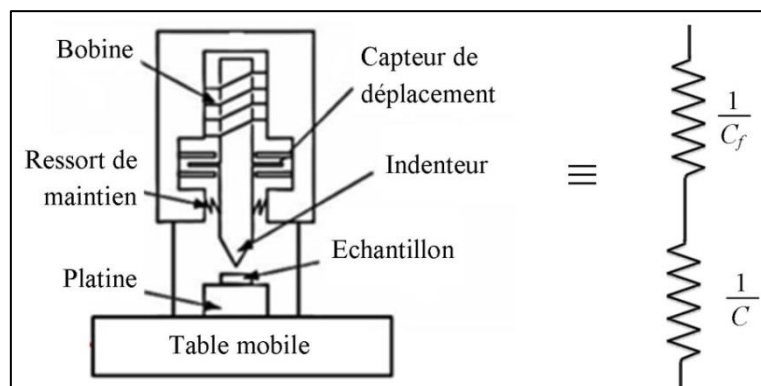


Figure III.4. Modélisation mécanique du système d'indentation + échantillon.

On en conclut qu'en pratique c'est la fixation des indenteurs et de l'échantillon qui doit introduire une complaisance variable de l'instrument. Il est donc important de noter, dans le cas où l'on ne dispose pas de la mesure de raideur de contact en continu (CSM), qu'il est essentiel de déterminer la complaisance de l'instrument pour chaque série d'essais réalisée sans que l'échantillon ou l'indenteur ne soient démontés, même si on recommande généralement de faire une calibration unique sur un échantillon standard de silice et de prendre en compte une valeur unique de C_f .

La complaisance étant mesurée, on peut alors corriger la profondeur de pénétration mesurée h_{mes} en vue d'obtenir la profondeur réelle h_{corr} :

$$h_{corr} = h_{mes} - C_f P \quad \text{Eq. III.4}$$

Il est donc possible de reconstruire la courbe d'indentation corrigée comme le montre la figure III.5.

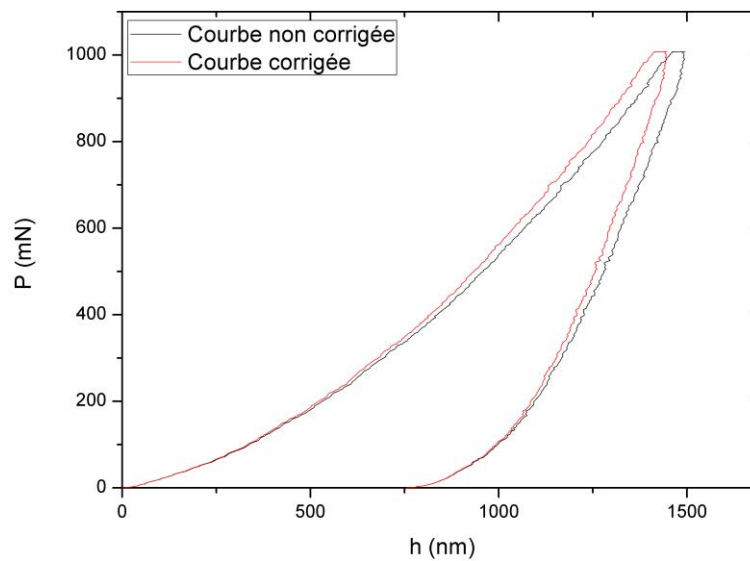


Figure III.5. Courbes d'indentation instrumentée brute et corrigée obtenues pour l'alumine.

On peut alors calculer les valeurs corrigées de h_m , S et A_c .

III.2.4. Détermination du mode de déformation

Comme nous l'avons montré dans la synthèse bibliographique, le rapport h_f/h_m est un critère qui permet d'identifier le mode de déformation autour de l'empreinte. Les matériaux étudiés dans ce travail sont des matériaux rigides, présentant donc une déflexion des faces au moment de l'indentation [53]. Néanmoins, nous avons calculé systématiquement les rapports

h_f/h_m pour tous les essais réalisés, afin de vérifier la validité de ce critère notamment dans le cas de l'indentation Knoop.

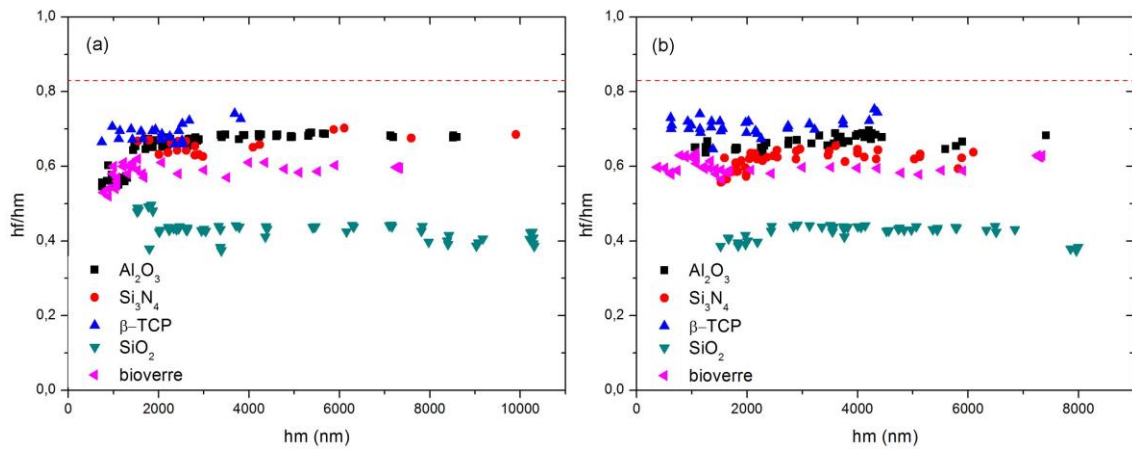


Figure III.6. Évolution du rapport h_f/h_m en fonction de la profondeur de pénétration maximale h_m pour les essais réalisés à l'aide (a) d'un indenteur Vickers, (b) d'un indenteur Knoop.

La figure III.6 présente l'évolution du rapport h_f/h_m pour les différents matériaux testés avec les deux indenteurs. On remarque que le rapport varie peu, quelle que soit la profondeur de pénétration, ce qui prouve que ce rapport appelé indice de plasticité est une valeur intrinsèque au matériau et est indépendante de la charge. Les valeurs de h_f/h_m sont inférieures au critère seuil de 0,83, déterminé par N'jock *et al.* [53] pour le cas d'un indenteur Vickers ou Berkovich, et qui correspond à un mode de déformation de type *sink-in*. Cette figure montre également que le rapport est sensiblement le même que l'on utilise un indenteur Vickers ou un indenteur Knoop. En outre, nous avons observé l'empreinte Knoop à l'aide du microscope confocal. La figure III.7 présente une image 3D d'une empreinte Knoop réalisée sur la silice fondue sous une charge de 3N. On remarque un affaissement de la matière en profondeur, même après le retour élastique qui a lieu lors du dégagement de l'indenteur, et ce sur la petite diagonale (Figure III.7.b) ou la grande diagonale (Figure III.7.c). Giannakopoulos et Zisis [55] ont montré le même phénomène par simulation numérique. Les auteurs montrent également que la déflexion des faces de l'empreinte ou le refoulement de matière sont plus prononcés sur la petite diagonale que sur la grande diagonale.

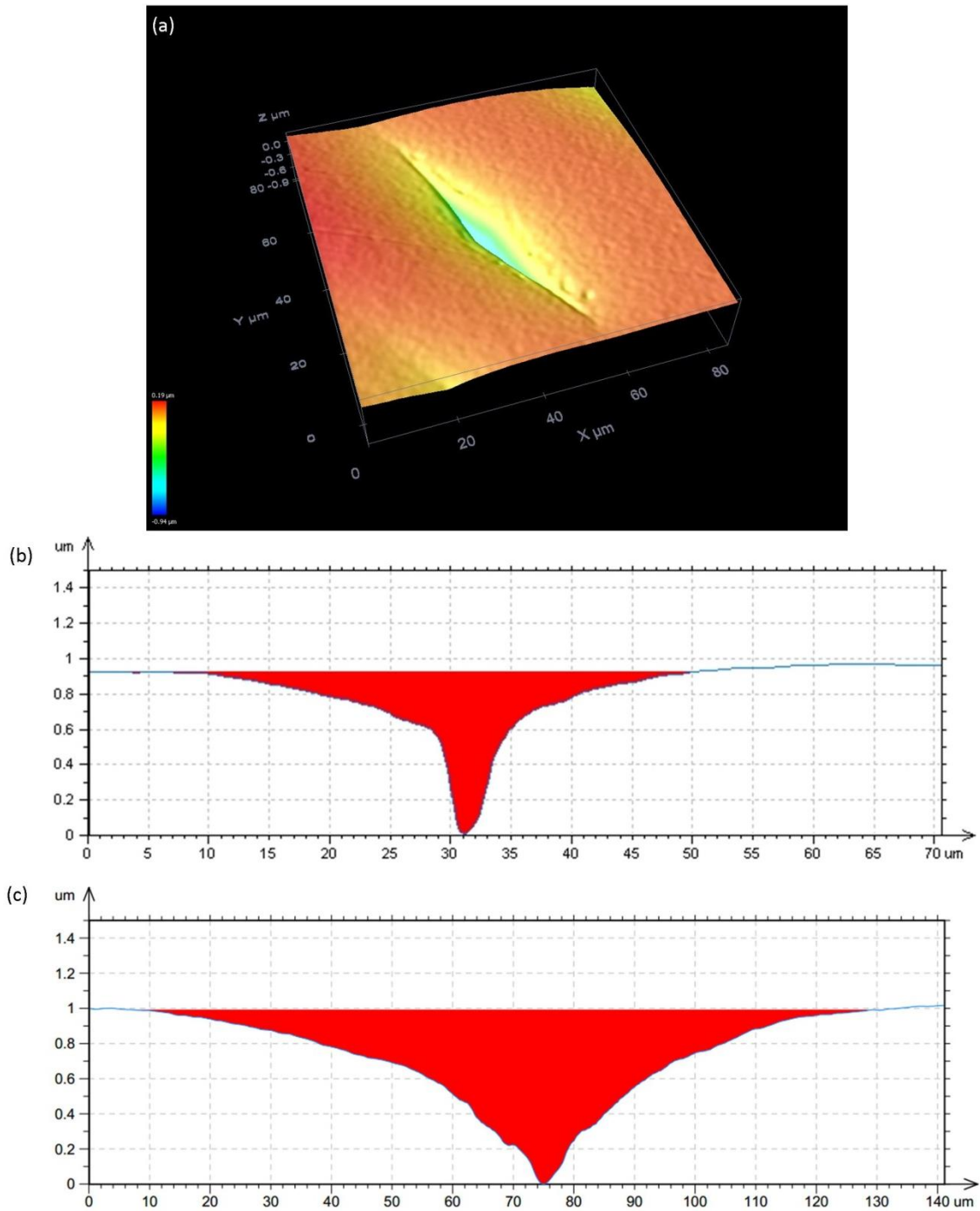


Figure III.7. Représentation 3D d'une empreinte Knoop réalisée sur la silice fondue, (a) image confocale, (b) profil suivant la petite diagonale et (c) profil suivant la grande diagonale.

Par la suite la hauteur de contact peut être déterminée à partir de l'hypothèse de Oliver et Pharr [19] (Eq. I.19) et l'aire de contact peut être calculée à partir de la relation III.1.

III.3. Détermination du module d'élasticité

III.3.1. Comparaison entre les résultats obtenus par *IIT* Vickers et par *IIT* Knoop

Le module réduit E_r peut être déterminé à partir de la pente de la droite obtenue en traçant la complaisance totale C_T en fonction de $1/\sqrt{A_c}$, comme le montre la relation III.3. La relation III-3 fait intervenir deux coefficients de correction β et γ . Le premier est un coefficient de correction de forme pour les indenteurs pyramidaux, tandis que le deuxième représente un coefficient de correction lié au retour élastique après retrait de l'indenteur. Le coefficient β est pris égal à 1,05 comme l'ont proposé Oliver et Pharr [42], tandis que le facteur γ est calculé avec la relation proposée par Hay *et al.* [38] (Eq. I.11). Ce coefficient dépend du coefficient de Poisson du matériau ν et de l'angle de cône équivalent de l'indenteur Ψ . En pratique, le coefficient de Poisson du matériau indenté n'est pas toujours connu. Hay *et al.* [38] montrent qu'il n'a pas une grande influence sur les résultats. Ainsi, en pratique et dans la majorité des cas, le coefficient de Poisson est considéré par défaut égal à 0,3. Toutefois, pour s'affranchir de toute erreur, même faible, liée au coefficient de Poisson, nous avons choisi de mesurer ce paramètre par la méthode des ultrasons (*cf.* chapitre II). Le tableau III.2 récapitule les coefficients de Poisson ν mesurés ainsi que les valeurs des coefficients γ calculés pour chaque matériau et chaque indenteur.

Tableau III.2. Coefficients de Poisson des matériaux testés ν et coefficients de corrections γ .

Échantillon	ν	γ_{Vickers}	γ_{Knoop}
SiO ₂	0,17	1,095	1,057
Bioverre	0,25	1,079	1,047
Si ₃ N ₄	0,27	1,074	1,045
Al ₂ O ₃	0,25	1,079	1,047
β -TCP	0,28	1,072	1,043

À partir du module réduit E_r , le module d'élasticité peut être extrait à l'aide de la relation I.9. Les résultats ainsi obtenus sont présentés dans le tableau III.3. Le tableau III.3 mentionne également les valeurs de modules d'élasticité mesurés par ultrasons, que nous considérons comme valeur de référence et que nous appelons valeur nominale E_{nom} . Les valeurs trouvées dans la littérature sont également indiquées dans ce tableau.

Tableau III.3. Modules d'élasticité mesurés par méthode des ultrasons et par indentation.

Échantillon	$E_{\text{bibliographie}}$ (GPa)	E_{nom} (GPa)	E_{Vickers} (GPa)	Erreur par rapport à E_{nom}	E_{Knoop} (GPa)	Erreur par rapport à E_{nom}
SiO ₂	70 [92]	68 ± 1	66,5 ± 0,4	2,3%	99 ± 2,5	45,5%
Bioverre	85 [128]	82 ± 2	84,5 ± 1,4	3,0%	109,5 ± 5	33,5%
Si ₃ N ₄	300 [94]	317 ± 4	328 ± 5	3,3%	443 ± 12	1,4%
Al ₂ O ₃	380 [92]	385 ± 6	390 ± 8	1,3%	537 ± 20	39,5%
β-TCP	139 [130]	130 ± 2	128 ± 1,3	1,5%	162 ± 7,75	23,6%

Les valeurs de module d'élasticité mesurées par la méthode des ultrasons sont en accord avec les valeurs trouvées dans la littérature. La faible différence peut être attribuée au fait que les propriétés mécaniques des matériaux céramiques dépendent des conditions d'élaboration et de frittage (taille de grains, densité...) (*cf.* chapitre I). On remarque également que les modules d'élasticité obtenus par indentation instrumentée Vickers sont proches des valeurs nominales (l'erreur ne dépasse pas 4%). Ce qui confirme la validité de la méthodologie d'analyse pour l'indentation Vickers.

Par contre, dans le cas de l'indentation Knoop, les modules d'élasticité obtenus sont significativement surestimés, l'erreur pouvant atteindre environ 45%. Le même constat a été fait par Riester *et al.* [86,92] pour différents matériaux. Comme il a été montré dans le chapitre I, cette surestimation est liée au retour élastique radial qui se manifeste sur la surface de l'empreinte au moment du dégagement de l'indenteur. D'ailleurs nous pouvons remarquer sur la figure III.7 que la forme de l'empreinte n'est pas parfaitement droite au niveau des arêtes, et ce suivant les deux directions.

III.3.2. Prise en compte du retour élastique radial en *IIT* Knoop

Comme montré dans le chapitre I (partie I.3.2.2), le facteur de correction γ a été introduit par Hay *et al.* [38] afin de tenir compte des déplacements radiaux qui ont lieu au moment du dégagement de l'indenteur. Cependant, la modélisation proposée par Hay *et al.* [38] correspond au cas où le retour est axisymétrique : indenteurs Vickers ou Berkovich [33]. En indentation Knoop, le retour élastique n'est pas symétrique. Il est inégal suivant la grande et la petite diagonale (Figure III.8). Le retour élastique engendré dans une empreinte Knoop est visible optiquement et il est possible de l'évaluer par mesure au microscope. Par ailleurs, si on compare les valeurs de γ obtenues pour l'indenteur Knoop et l'indenteur Vickers (Tableau III.2), on est amené à penser que le retour élastique en indentation Vickers est plus important

que celui qui a lieu en indentation Knoop, car les valeurs de γ_{Vickers} sont toujours supérieures aux valeurs de γ_{Knoop} pour le même matériau. Or, ceci est contraire aux observations expérimentales. Nous pouvons conclure que l'expression Eq.I.11 valable dans le cas d'un indenteur Vickers ou Berkovich n'est pas valable dans le cas de l'indenteur Knoop.

Nous proposons donc dans la suite de modifier l'expression de γ pour le cas de l'indenteur Knoop afin de prendre en compte cette asymétrie.

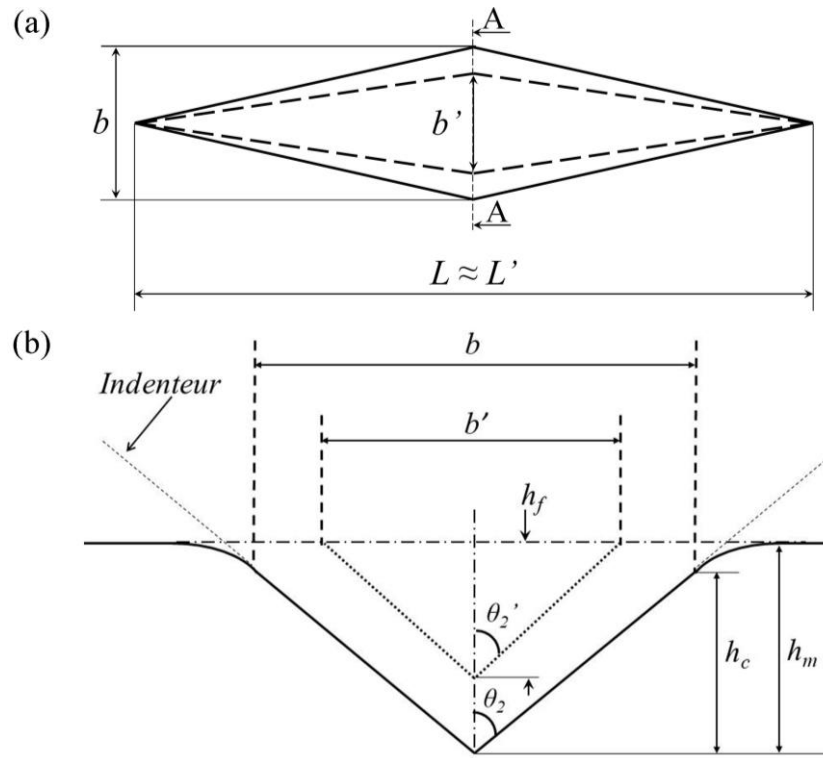


Figure III.8 Représentation schématique du retour élastique sur une empreinte Knoop, (a) vue de dessus, (b) vue suivant la coupe A-A.

Riester *et al.* [92] ont adopté la même solution que celle proposée par Hay *et al.* [38] pour corriger ce retour élastique radial. Les différents auteurs considèrent un angle de cône équivalent de l'indenteur supérieur à sa valeur réelle, pour que l'aire de l'empreinte résiduelle soit équivalente à l'aire de contact décrite par la relation de Sneddon (Eq. III.5), comme il a été montré dans le chapitre I (Figure I.9). Cependant, la méthode de Riester *et al.* [92] présente un inconvénient, car elle nécessite la connaissance préalable du rapport H/E du matériau analysé. Par conséquent, nous avons adopté la même solution que celle proposée par Hay *et al.* [38] qui ne dépend que de l'angle du cône équivalent de l'indenteur et du coefficient de Poisson du matériau dans le cas de l'indenteur Knoop.

III.3.3. Détermination d'un facteur de correction nominal γ_{nom}

Nous avons appliqué la méthode inverse pour calculer un facteur de correction « nominal » γ_{nom} qui permet d'obtenir le module d'élasticité nominal E_{nom} dans le cas de l'indentation Knoop. Le facteur de correction nominal représente le rapport entre le module réduit E_r mesuré à l'aide de l'indenteur Knoop et le module réduit nominal calculé à partir du module d'élasticité E_{nom} (Tableau III.2). Les valeurs de γ_{nom} obtenues sont présentées dans le tableau III.4 dans lequel sont également rappelées les valeurs de $\gamma_{Vickers}$ et γ_{Knoop} .

Tableau III.4. Valeurs de $\gamma_{Vickers}$, γ_{Knoop} et γ_{nom} . $\gamma_{nom} = E_{r(Knoop)}/E_{r(nom)}$

Échantillon	$\gamma_{Vickers}$	γ_{Knoop}	γ_{nom}
SiO ₂	1,095	1,057	1,42
Al ₂ O ₃	1,079	1,047	1,26
Bioverre	1,079	1,047	1,30
Si ₃ N ₄	1,074	1,045	1,28
β -TCP	1,072	1,043	1,21

En comparant les valeurs de γ_{nom} à γ_{Knoop} , on remarque qu'il existe effectivement une différence. Le facteur nominal γ_{nom} est très supérieur à 1 et varie d'un matériau à l'autre comme il a été montré par Giannakopoulos et Zisis [55] (cf. chapitre I). Par contre, le facteur de correction $\gamma_{Vickers}$ varie finalement peu pour les différents matériaux et est proche de 1,07, comme montré par Giannakopoulos et Zisis par simulation numérique [55] (Figure I.22). On note aussi que le coefficient γ_{nom} est supérieur au coefficient de correction $\gamma_{Vickers}$, confirmant que le retour élastique radial lors de l'indentation Knoop est effectivement plus important que dans le cas de l'indentation Vickers.

III.3.3.1. Analyse optique du retour élastique en indentation Knoop

Dans le but d'évaluer le retour élastique en indentation Knoop, les diagonales résiduelles de chaque indentation ont été mesurées par microscopie électronique à balayage. Les mesures ont été effectuées à fort grossissement afin de minimiser l'erreur de mesure. Comme le montre la figure III.8.b, les dimensions de l'empreinte à chargement maximal, L et b , dépendent de la profondeur de contact h_c et de la géométrie de l'indenteur (les demi-angles au sommet de l'indenteur θ_1 , θ_2) comme suit :

$$L = h_c \tan \theta_1 \quad \text{Eq. III.5}$$

$$b = h_c \tan \theta_2 \quad \text{Eq. III.6}$$

Il est possible d'évaluer le retour élastique engendré sur les deux directions de l'empreinte Knoop en comparant les diagonales calculées de l'empreinte à chargement maximale, L et b , aux dimensions mesurées de l'empreinte résiduelle L' et b' .

Les rapports entre les dimensions de l'empreinte à chargement maximal et après dégagement de l'indenteur, L/L' et b/b' , ainsi calculés sont présentés sur la figure III.9, en fonction du coefficient de retour élastique nominal γ_{nom} pour chaque matériau analysé. On remarque qu'il existe un retour élastique sur les deux directions de l'empreinte Knoop pour tous les matériaux analysés. Cependant, le retour élastique engendré sur la petite direction est plus prononcé que celui sur la grande direction, qui est d'environ 5% pour tous les matériaux analysés. Le même constat a été fait par l'étude expérimentale conduite par Marshall *et al.* [94] et la simulation numérique menée par Giannakopoulos et Zisis [55] (Figure I.23). Ces auteurs ont montré qu'il existait bien un retour élastique sur les deux directions, mais que celui engendré sur la grande diagonale était négligeable et ne dépassait pas 6% (Figure I.23). Par ailleurs, Marshall *et al.* [94] ont obtenu des valeurs du rapport b/b' de $1,2 \pm 0,1$ et $1,3 \pm 0,1$ pour l'alumine (Al_2O_3), le nitrure de silicium (Si_3N_4), respectivement ; ce qui est comparable aux valeurs trouvées pour les mêmes matériaux dans notre étude.

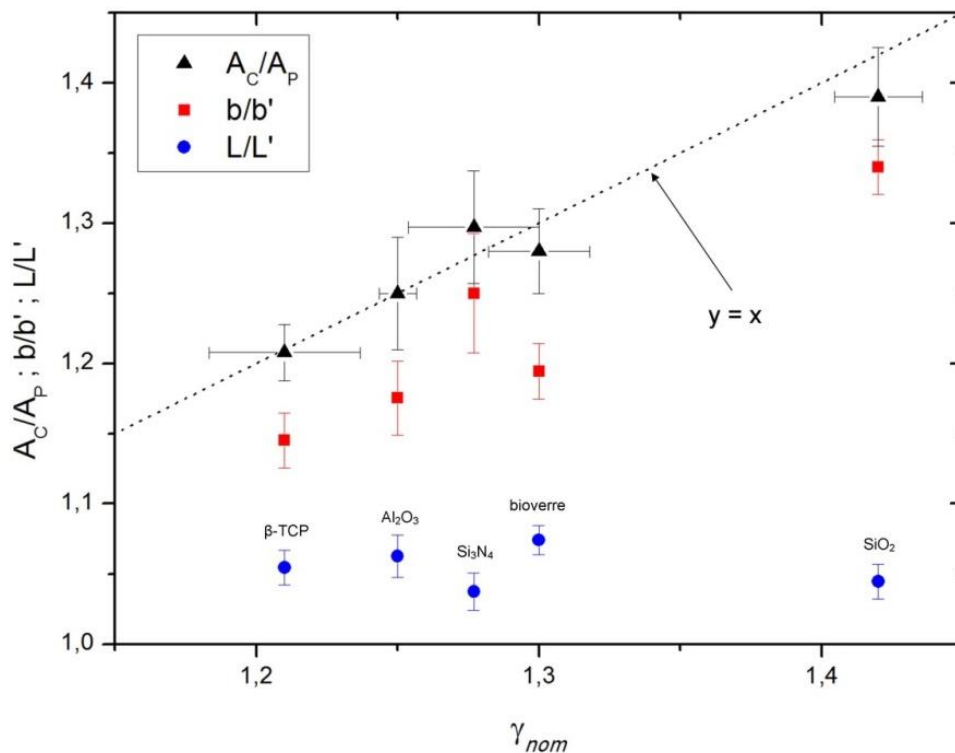


Figure III.9. Évolution de A_C/A_P , b/b' , L/L' en fonction de γ_{nom} .

À partir de ce résultat, l'aire de contact projetée à chargement maximal A_c , peut être comparée à l'aire projetée de l'empreinte résiduelle A_p à partir de la relation suivante :

$$\frac{A_c}{A_p} = \frac{L \cdot b/2}{L' \cdot b'/2} = \frac{L}{L'} \cdot \frac{b}{b'} \quad \text{Eq. III.7}$$

Le rapport A_c/A_p est représenté sur la figure III.9 en fonction du coefficient de retour élastique nominal γ_{nom} . On remarque que le rapport A_c/A_p est proche du coefficient γ_{nom} pour tous les matériaux étudiés. On peut ainsi écrire la relation suivante :

$$\frac{A_c}{A_p} \cong \gamma_{nom} \quad \text{Eq. III.8}$$

Le même résultat a été trouvé par simulation numérique par Hay *et al.* [38] afin de prendre en compte le retour élastique radial (Figure I.9), comme nous l'avons indiqué dans le premier chapitre (partie I.3.2.2).

III.3.3.2. Relation entre γ_{nom} et le rapport H/E

La figure III.10 présente la variation du facteur γ_{nom} en fonction du rapport H/E . On remarque que γ_{nom} varie linéairement en fonction du rapport H/E . Le même résultat a été montré par Marshall *et al.* [94] et Giannakopoulos et Zisis [55]. Giannakopoulos et Zisis [55] ont également montré que ce facteur varie d'un matériau à l'autre en fonction du rapport H/E et peut atteindre 1,5 pour les matériaux ayant un grand rapport H/E .

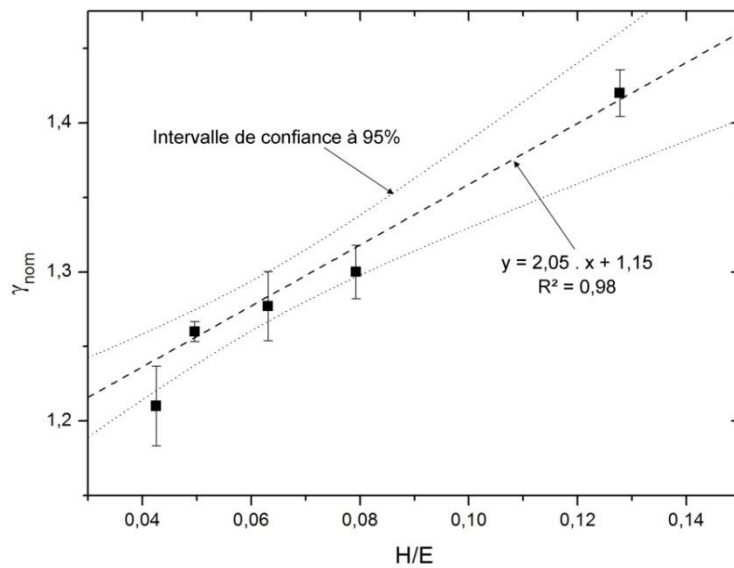


Figure III.10. Coefficient de retour élastique γ_{nom} en fonction de H/E . les barres d'erreurs représentent l'intervalle de confiance à 95%.

Cette figure montre que la connaissance du rapport H/E du matériau permet de déterminer le facteur de correction γ_{nom} correspondant. Toutefois, l'indentation ayant pour objectif de déterminer les valeurs de la dureté et du module d'élasticité, nous ne pouvons pas utiliser cette relation pour prévoir la valeur de γ_{nom} . Il apparaît donc plus pertinent de relier le coefficient γ_{nom} à des grandeurs accessibles lors d'un essai d'indentation instrumentée et qui dépendent des propriétés élastiques du matériau, comme le rapport h_f/h_m ou h_e/h_m .

III.3.3.3. Relation entre γ_{nom} et le rapport h_f/h_e

La méthode de Marshall *et al.* [94] utilise le rapport des dimensions b et b' de la petite diagonale de l'empreinte Knoop (Figure III.11) pour évaluer le retour élastique radiale. Nous proposons d'adopter ici une démarche similaire mais en étudiant le retour élastique du fond de l'empreinte lors du retrait de l'indenteur.

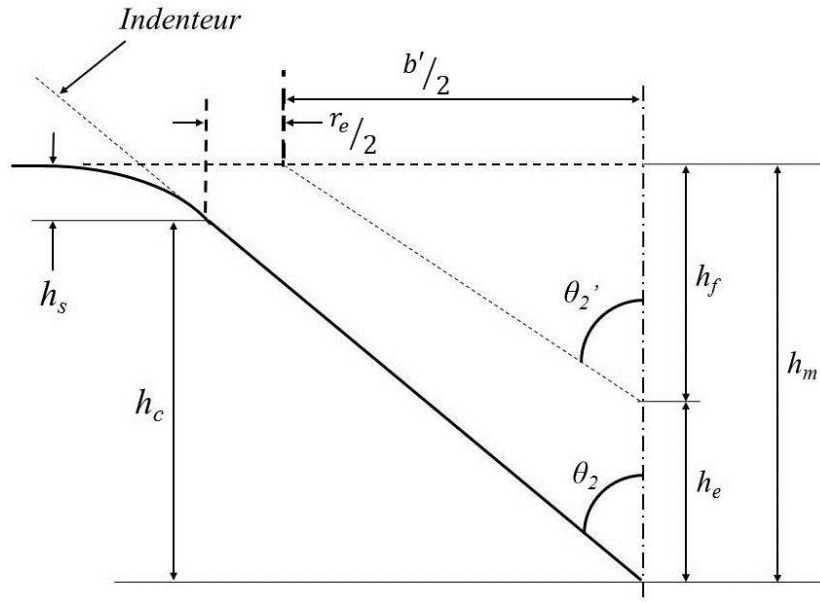


Figure III.11. Représentation schématique du retour élastique radial au niveau de la petite diagonale d'empreinte Knoop.

D'après les équations Eq.III.7 et Eq.III.8, et en supposant que L est très proche de L' , le rapport L/L' est voisin de 1,05 (voir Figure III.9), nous pouvons écrire que :

$$\gamma_{nom} \cong \frac{b}{b'} = \frac{b' + r_e}{b'} = \frac{r_e}{b'} + 1 \quad \text{Eq. III.9}$$

où r_e représente le déplacement radial (Figure III.11).

D'après la figure III.11, nous remarquons que le coefficient r_e/b' dans l'équation III.9, est géométriquement lié au rapport h_e/h_f . Donc il apparaît raisonnable de lier le coefficient γ_{nom}

(Tableau III.4) au rapport h_e/h_f , qui présente l'avantage d'être accessible par l'essai d'indentation instrumentée.

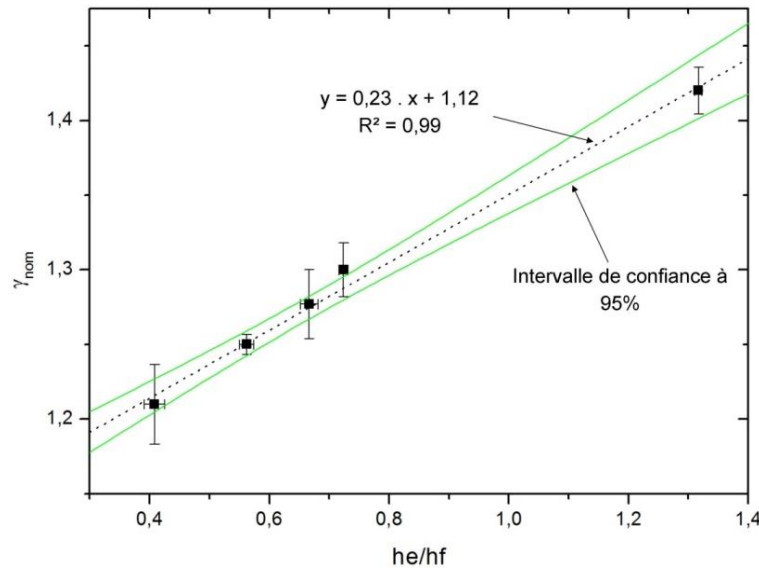


Figure III.12. Évolution de γ_{nom} en fonction de h_e/h_f . Les barres d'erreurs représentent l'intervalle de confiance à 95%.

La figure III.12 montre clairement que l'évolution de γ_{nom} en fonction du rapport h_e/h_f suit une loi linéaire de la forme :

$$\gamma_{nom} = 0,23 \frac{h_e}{h_f} + 1,12 \quad \text{Eq. III.10}$$

En effet, nous pouvons remarquer que les relations III.9 et III.10 sont équivalentes et qu'il existe un facteur 4 entre les rapports h_e/h_f et r_e/b' . Cependant, aucune explication phénoménologique ne peut être avancée à ce stade de l'étude.

III.3.3.4. Correction proposée

En reprenant la courbe charge – déplacement d'un essai d'indentation instrumentée, on remarque que le retour élastique en profondeur peut être caractérisé par h_e . Le rapport h_e/h_m représente alors un taux de restitution élastique (Figure III.11) :

$$\frac{h_e}{h_m} = \frac{(h_m - h_f)}{h_m} \quad \text{Eq. III.11}$$

Par ailleurs, Oliver et Pharr [19] montrent que le retour élastique en profondeur de l'empreinte (h_e) est lié aux propriétés du matériau à travers la raideur de contact S :

$$h_e = (h_m - h_f) = 2 \frac{P}{S} \quad \text{Eq. III.12}$$

D'après les relations III.11 et III.12, le rapport h_e/h_m est donc indépendant de la charge (voir Annexe 1).

Nous avons donc analysé l'évolution du facteur de retour élastique γ_{nom} en fonction du rapport h_e/h_m pour les différents matériaux.

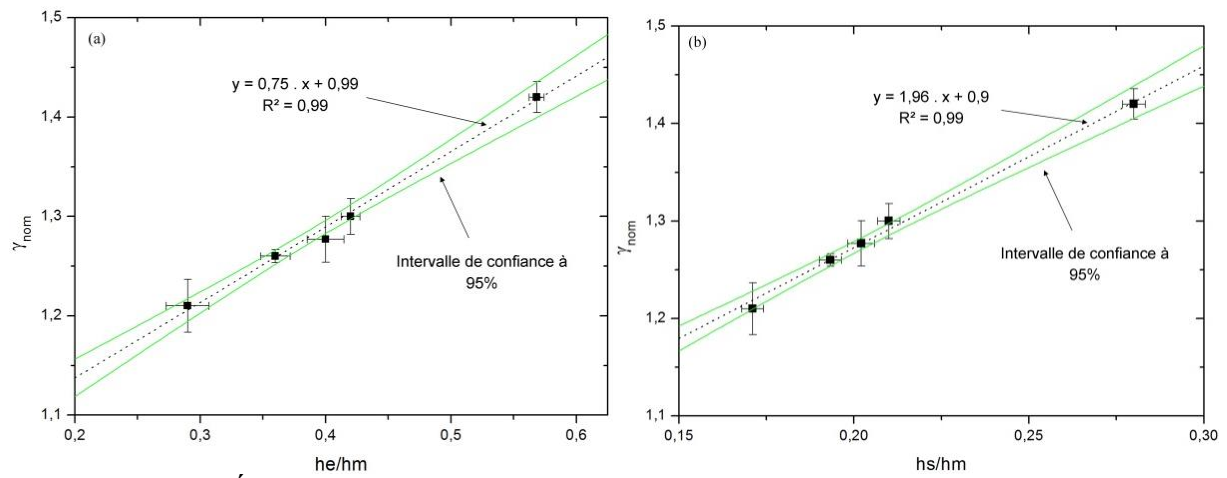


Figure III.13. Évolution de γ_{nom} : (a) en fonction de h_e/h_m , et (b) en fonction de h_s/h_m . Les barres d'erreurs représentent l'intervalle de confiance à 95%.

On remarque sur la figure III.13.a que le coefficient γ_{nom} varie linéairement avec le rapport h_e/h_m selon la relation suivante :

$$\gamma_{nom} = 0,75 \cdot \frac{h_e}{h_m} + 1 \quad \text{Eq. III.13}$$

La quantité de restitution élastique radiale en surface de l'empreinte Knoop est donc directement liée au taux de restitution élastique au fond de l'empreinte h_e/h_m ; plus le retour élastique en profondeur de l'empreinte augmente, plus le retour élastique en surface de l'empreinte est important. Il semblerait que la restitution élastique radiale est égale à 75% de la restitution élastique en profondeur de l'empreinte Knoop.

L'utilisation de la relation Eq. III.13 permet ainsi de déterminer le facteur de correction γ_{nom} recherché pour chaque matériau indenté à partir du rapport h_e/h_m , qui est une donnée facilement accessible à partir des données de l'essai d'indentation instrumentée.

Nous remarquons aussi, à partir de la relation III.13, que la pente est égale à 0,75, qui est égale au coefficient de contact ε reliant la déflexion élastique à la raideur de contact S .

En considérant la relation III.12 et la relation III.13 :

$$\gamma_{nom} = 0,75 \cdot \frac{h_e}{h_m} + 1 = 0,75 \cdot \left(2 \cdot \frac{P}{S} \right) \frac{1}{h_m} + 1 \quad \text{Eq. III.14}$$

Par ailleurs, nous savons que :

$$h_s = \varepsilon \cdot \frac{P}{S} \quad \text{Eq. III.15}$$

Avec $\varepsilon \approx 0,75$.

On en déduit la relation suivante :

$$\gamma_{nom} = 2 \cdot \frac{h_s}{h_m} + 1 \quad \text{Eq. III.16}$$

Le coefficient γ_{nom} est tracé en fonction du rapport h_s/h_m sur la figure III.13.b afin de vérifier la validité de la relation III.13.

Les coefficients de régression linéaire sont égaux à 1,96 et 0,9 pour la pente et l'ordonnée à l'origine, respectivement. Ils sont très proches des coefficients 2 et 1 de l'équation III.16. Ceci confirme la validité des relations III.13.

Par ailleurs, il semblerait qu'expérimentalement, le travail élastique gouvernant la déflexion des faces de l'empreinte Knoop soit restitué après dégagement de l'indenteur d'une manière radiale en surface de l'empreinte.

Finalement, le facteur de correction γ , dans le cas d'un indenteur Knoop, peut être déterminé de manière directe à la fin de chaque essai d'indentation instrumentée à partir du rapport h_e/h_m ou bien h_s/h_m en utilisant respectivement la relation III.13 ou la relation III.16.

En utilisant la correction proposée par la relation III.13 nous obtenons systématiquement des résultats de module d'élasticité comparables quel que soit l'indenteur utilisé, comme le montre la figure III.14.

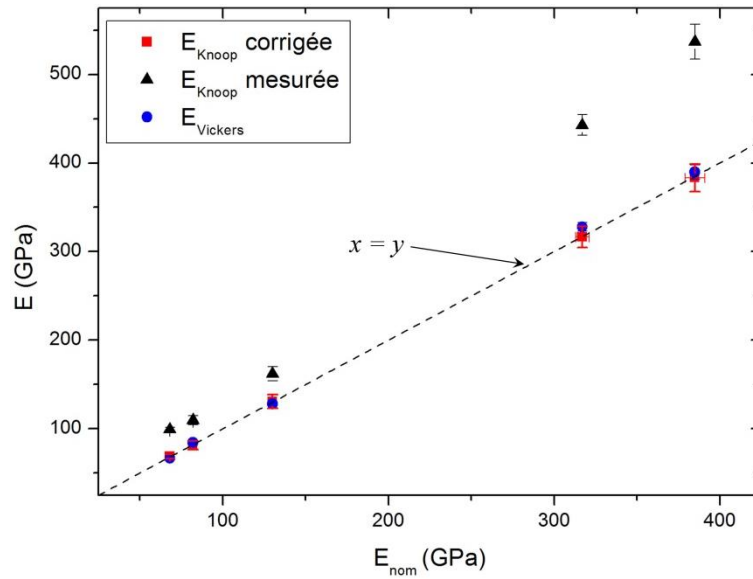


Figure III.14. Représentation du module d'élasticité mesuré par indentation E en fonction du module nominal E_{nom} .

III.4. Détermination de la dureté

III.4.1. Comparaison entre les duretés obtenues par *IIT* Vickers et par *IIT* Knoop

Dans le premier chapitre, nous avons rappelé que la dureté peut être calculée en considérant l'aire projetée ou l'aire réelle, et également en prenant en compte la profondeur d'indentation de contact h_c ou maximale h_m .

La dureté de contact qui reprend la définition de la dureté Meyer en considérant l'aire de contact projetée A_c a été calculée suivant l'expression :

$$HIT = \frac{P}{A_c} \quad \text{Eq. III.17}$$

Le tableau III.5, permet de comparer les valeurs de dureté de contact HIT mesurées à l'aide des deux types d'indenteur Vickers (HIT_V) et Knoop (HIT_K). Il est important de noter qu'aucun effet de taille d'empreinte (*ISE*) n'a été observé après correction du défaut de pointe.

Tableau III.5. Comparaison des nombres de dureté obtenus par indentation Vickers (HIT_V) et Knoop (HIT_K).

Matériau	HIT_V (GPa)	HIT_K (GPa)	Différence
SiO ₂	9,20 ± 0,38	7,70 ± 0,39	-16,30%
Bioverre	6,83 ± 0,39	5,49 ± 0,36	-19,62%
Si ₃ N ₄	19,30 ± 0,62	17,01 ± 1,42	-11,87%
Al ₂ O ₃	20,68 ± 1,15	18,57 ± 1,59	-10,19%
β-TCP	6,95 ± 0,44	5,93 ± 0,39	-14,64%

Ce tableau montre que les valeurs de dureté obtenues par indentation Knoop sont plus faibles que celles obtenues en utilisant l'indenteur Vickers, la différence pouvant atteindre 19% pour le Bioverre. La dureté dépend de la déformation plastique induite (ou générée) par l'indenteur. Cette différence peut être attribuée, d'une part, au fait que les indenteurs Vickers et Knoop n'engendrent pas la même zone de déformation plastique, et d'autre part, au fait que l'indenteur Knoop génère moins de fissures que l'indenteur Vickers sous les mêmes conditions d'indentation, comme il a été observé sur la figure III.1. Lors d'un essai d'indentation, si une partie du travail d'indentation participe à la fissuration du matériau (comme dans le cas de l'indentation Vickers), la plastification sous l'indenteur, sera plus faible. Donc l'empreinte résiduelle sera plus petite. Par conséquent, la dureté calculée peut être surévaluée dans ce cas. On peut donc attribuer la différence entre les duretés par indentation Vickers et indentation Knoop à la fissuration. Cependant, même en l'absence de fissuration, les duretés Vickers sont généralement supérieures aux duretés Knoop même lorsque les mêmes surfaces d'empreinte sont prises en compte dans les calculs (surface de contact réelle ou projetée) [78,85,88–91]. Cette différence de dureté est, comme pour le cas du module d'élasticité, attribuée au retour élastique qui a lieu lors du retrait de l'indenteur Knoop, en particulier pour les matériaux fragiles. Par contre, il n'existe pas de différence entre les nombres de dureté obtenus à l'aide d'un indenteur Knoop et ceux obtenus avec d'autres indenteurs pyramidaux, dans le cas de matériaux ayant un faible rapport H/E , pour lesquels le retour élastique induit est négligeable voire inexistant [89].

III.4.2. Considération de l'aire projetée de l'empreinte résiduelle pour le calcul de dureté en indentation instrumentée

Oliver et Pharr [19] ont montré, en analysant des empreintes résiduelles d'indentation Berkovich, que le retour élastique après déchargement de l'indenteur, est engendré sur les faces de l'empreinte et pas sur les arêtes, comme le montre la figure III.15. Par conséquent, la

mesure de l'aire projetée de l'empreinte résiduelle, qui utilise la mesure des diagonales, correspond parfaitement à l'aire de contact calculée avec la méthode d'Oliver et Pharr [19]. Ainsi la dureté calculée avec la méthode d'Oliver et Pharr et celle déterminée en utilisant l'aire projetée mesurée optiquement, représentent la dureté Meyer du matériau. C'est d'ailleurs ce qui fait l'intérêt de la méthode d'Oliver et Pharr [19] permettant de calculer la dureté sans avoir recours à la mesure optique.

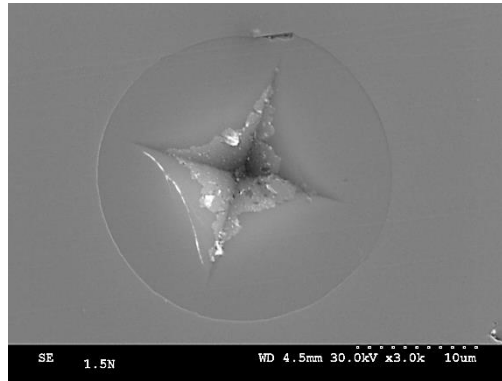


Figure III.15. Micrographie d'une empreinte Vickers réalisée sur la silice avec une charge de 1,5N.

Ceci veut dire que la relation III.17 n'est valable que dans le cas où le retour élastique n'a pas lieu au niveau des diagonales de l'empreinte ; ce qui n'est pas le cas en indentation Knoop comme nous l'avons vu précédemment. En effet, le retour élastique se manifeste sur les diagonales de l'empreinte, notamment le long de la petite diagonale. Dans ce cas, la dureté de contact sera plus faible que celle calculée à partir des mesures optiques.

Ainsi on conclut que l'aire de contact A_c utilisée dans le calcul de la dureté à partir de la relation III.17 représente l'aire projetée de l'empreinte résiduelle en considérant que la forme de l'empreinte résiduelle possède parfaitement la forme de la base de l'indenteur (carré, dans le cas de l'indenteur Vickers). Cependant, la forme n'est pas parfaitement carrée et dévie d'une proportion égale à la quantité de retour élastique engendré sur les faces de l'empreinte, comme le montre la figure III.15. Par conséquent, l'aire projetée résiduelle, dite déformée plastiquement, peut être obtenue par la relation III.8, comme suit :

$$A_p = \gamma \cdot A_c \quad \text{Eq. III.18}$$

Ainsi, si nous voulons comparer les nombres de dureté obtenus à l'aide de l'indenteur Vickers à ceux obtenus par l'indenteur Knoop, il est plus rigoureux de considérer la dureté comme étant une résistance à la déformation plastique par indentation et donc le rapport entre la force exercée et l'aire résiduelle projetée A_p .

Nous pouvons déterminer le nombre de dureté noté H_P selon :

$$HP = \frac{P}{A_p} = \frac{P}{\gamma \cdot A_c} \quad \text{Eq. III.19}$$

où γ est le même coefficient utilisé pour la détermination du module d'élasticité.

Dans le cas de l'indentation Vickers, nous pouvons utiliser le facteur γ défini par Hay *et al.*[38] (Tableau III.2) alors que pour le cas de l'indentation Knoop nous pouvons déterminer ce facteur à l'aide de la relation III.13.

Les nombres de dureté obtenus sont présentés dans le tableau III.6. Nous pouvons remarquer que la dureté obtenue à l'aide de l'indenteur Knoop HP_K est maintenant tout à fait comparable à celle obtenue par l'indenteur Vickers HP_V , pour tous les matériaux analysés. La différence entre les deux nombres obtenus n'excède pas 8%, quel que soit le matériau considéré, et cet écart peut être attribué à l'erreur de mesure.

Tableau III.6. Comparaison des nombres de dureté obtenus par indentation Vickers (H_{PV}) et Knoop (H_{PK}).

Matériau	HP_V (GPa)	HP_K (GPa)	Différence
SiO ₂	10,07 ±0,38	10,93 ±0,39	8,54%
Bioverre	7,36 ±0,39	7,15 ±0,36	-2,96%
Si ₃ N ₄	20,73 ±0,62	21,91 ±1,42	5,66%
Al ₂ O ₃	22,31 ±1,15	23,53 ±2,01	5,47%
β-TCP	7,45 ±0,44	7,17 ±0,39	-3,75%

III.5. Comparaison des duretés Vickers et Knoop des matériaux fragiles en indentation conventionnelle

Plusieurs auteurs [78,85,88–91] ont montré que la dureté Vickers HV et la dureté Knoop HK conventionnelles, calculées à partir des mesures optiques des diagonales de l'empreinte résiduelle sont différentes. En particulier dans le cas des matériaux fragiles, la dureté Knoop HK est toujours trouvée plus faible que la dureté Vickers HV .

Comme il a été vu précédemment, la dureté obtenue par indentation instrumentée représente une propriété intrinsèque au matériau qui ne dépend pas du type d'indenteur pyramidal utilisé. Dans cette partie, nous étudions l'indentation conventionnelle Vickers et Knoop en considérant la même définition de la dureté, c'est-à-dire en prenant en compte l'aire

projetée de l'empreinte résiduelle déformée plastiquement, et en prenant en considération le retour élastique radial engendré au bord de l'empreinte Knoop.

Dans cette partie, la dureté Vickers HV est calculée à partir de la relation I.13. La dureté Knoop HK est calculée en utilisant la relation mentionnée dans le tableau I.2. En plus des mesures réalisées sur les cinq matériaux déjà étudiés précédemment (Al_2O_3 , Si_3N_4 , SiO_2 , β -TCP, Bioverre), nous avons également utilisé les données expérimentales trouvées dans la littérature [78,85,90,91] (Tableau III.7). La charge P utilisée durant les essais rapportés est suffisamment grande pour éviter l'effet de taille d'empreinte (ISE).

Tableau III.7. Duretés Knoop et Vickers, module d'élasticité, charge et dimensions de l'empreinte Knoop obtenue lors d'essais d'indentation sur des matériaux fragiles [78,85,90,91].

Matériau / Code Matériau	HK (GPa)	HV (GPa)	E (GPa)	P (N)	L (μm)	b (μm)	Réf
ZrO_2 / K3	10,80	12,10	350	10	362,97	45,38	[91]
ZrO_2 / K2	11,20	12,20	350	10	356,43	44,51	
Si_3N_4 / M3B	8,50	9,10	191	10	409,15	48,74	[78]
Si_3N_4 / M8B	11,30	12,00	243	10	354,85	42,00	
Si_3N_4 / M3A	11,00	12,30	207	10	359,66	40,94	
Si_3N_4 / M10	11,60	12,70	241	10	350,23	40,93	
Si_3N_4 / RM3	12,30	13,00	209	10	340,12	38,29	
Si_3N_4 / M9	11,30	13,10	247	10	354,85	41,41	
Si_3N_4 / M2	12,20	13,30	251	10	341,51	39,86	
Si_3N_4 / M8A	12,30	13,80	269	10	340,12	39,96	
Si_3N_4 / M5	12,50	14,40	236	10	337,39	38,16	
Si_3N_4 / RM5	12,80	14,50	223	10	333,41	37,11	
Si_3N_4 / M8	13,80	15,70	227	10	321,11	35,15	
Al_2O_3 HPSN / A	14,30	15,80	410	19,62	441,84	54,45	[85,90]
$SiAlON$ / F	14,10	16,00	290	19,62	444,97	51,50	
Al_2O_3 VITOX / M	15,70	18,00	400	19,62	421,68	50,74	
Al_2O_3 RK / I	16,10	18,90	380	19,62	416,41	49,22	
Al_2O_3 VITOX / K	17,10	19,90	310	19,62	404,05	45,13	
Al_2O_3 IKTS / J	17,40	20,70	380	19,62	400,55	46,49	
SiC IKTS / V	21,60	25,10	400	19,62	359,51	40,39	
Si_3N_4	15,22	17,90	317	-	-	-	Présent travail
Bioverre	5,50	6,45	85	-	-	-	
Al_2O_3	17,75	19,17	380	-	-	-	
β -TCP	5,93	6,33	130	-	-	-	
SiO_2	7,70	8,53	70	-	-	-	

La figure III.16 permet de comparer les duretés *HK* et *HV* du tableau III.7. On observe que la dureté *HK* est systématiquement plus faible que la dureté *HV*, comme il a été montré par de précédentes études [78,85,88–91].

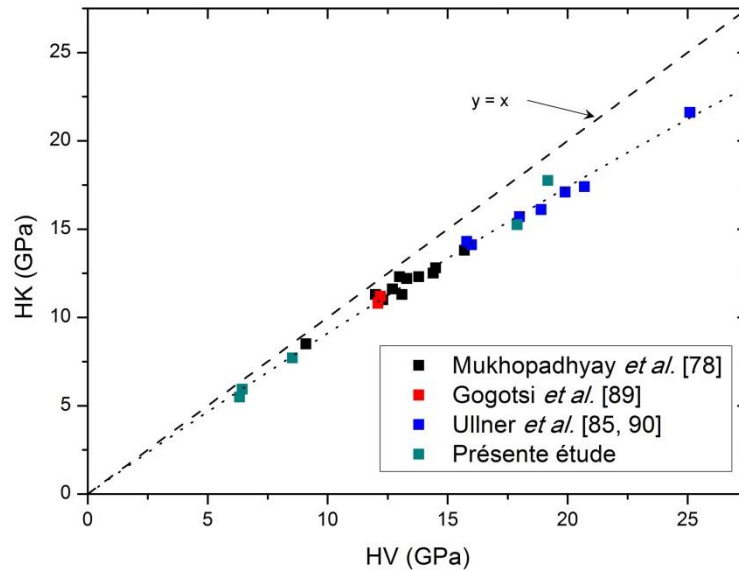


Figure III.16. Comparaison des duretés conventionnelles *HK* et *HV*.

III.5.1. Considération de l'aire de contact réelle pour le calcul de dureté

Comme nous l'avons montré dans le premier chapitre, la dureté Vickers *HV* utilise l'aire de contact réelle alors que la dureté Knoop utilise l'aire de contact projetée. Afin de comparer les deux nombres de dureté, il est donc plus rigoureux de considérer la même aire de contact, projetée ou réelle comme l'ont déjà mentionné Chicot *et al.* [89]. Ces auteurs proposent de comparer les deux nombres de dureté en utilisant l'aire de contact réelle.

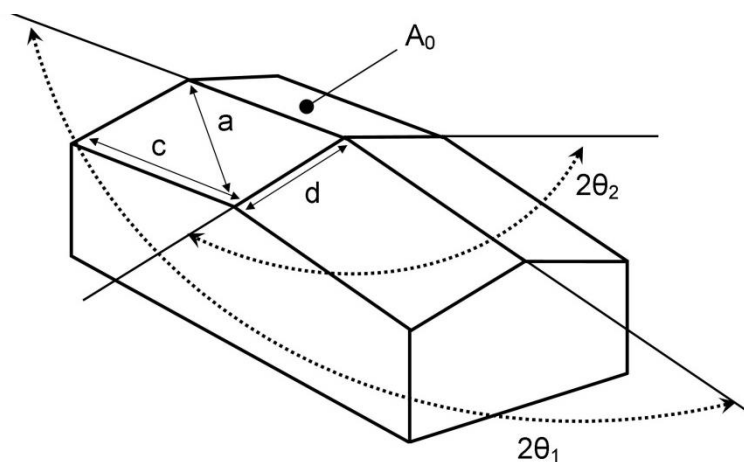


Figure III.17. Géométrie d'un indenteur Knoop.

Ceci veut dire que l'expression de la dureté *HK* présenté dans le tableau I.2 doit être modifiée en considérant l'aire de contact réelle au lieu de l'aire de contact projetée. L'aire de

contact réelle d'un indenteur Knoop peut être déduite à partir des quatre faces de l'indenteur (Figure III.17) dont l'aire est égale à A_0 :

$$A_0 = \sqrt{s(s-a)(s-d)(s-c)} \quad \text{Eq. III.20}$$

où

$$s = \frac{a + d + c}{2} \quad \text{Eq. III.21}$$

Les paramètres a , d , c peuvent être exprimés en fonction de la grande diagonale L de l'empreinte Knoop et des angles au sommet de l'indenteur θ_1 , θ_2 comme suit :

$$a = \frac{L}{2} \left(1 + \frac{\tan^2(2\theta_2)}{\tan^2(2\theta_1)} \right)^{1/2} ; d = \frac{L}{2} \left(\frac{1}{\cos(2\theta_2) \tan(2\theta_1)} \right)^{1/2} ;$$

$$c = \frac{L}{2 \sin(2\theta_1)} \quad \text{Eq. III.22}$$

Une nouvelle expression de la dureté Knoop est proposée en considérant l'aire de contact réelle A_T :

$$HK_T = \frac{P}{A_T} = \frac{P}{4 \cdot A_0} = 12,873 \frac{P}{L^2} \quad \text{Eq. III.23}$$

La figure III.18 (points pleins) montre une comparaison entre les nombres de dureté Vickers HV et Knoop HK_T calculés à partir de l'aire de contact réelle. Les valeurs de HK_T restent inférieures aux valeurs de HV sur tout l'intervalle des duretés étudiées. On remarque, par ailleurs, que la différence entre les nombres HK_T et HV est beaucoup plus réduite pour les faibles valeurs de dureté, c'est-à-dire pour les matériaux pour lesquelles le retour élastique est moins important. D'ailleurs, Chicot *et al.* [89] ont montré que cette méthode permet d'obtenir des nombres de dureté comparables pour les matériaux métalliques qui ne présentent pas de retour élastique après une indentation Knoop, alors qu'elle n'est pas suffisante pour les matériaux durs. Il est donc plus judicieux de considérer l'aire résiduelle à la place de l'aire de contact pour le calcul de la dureté.

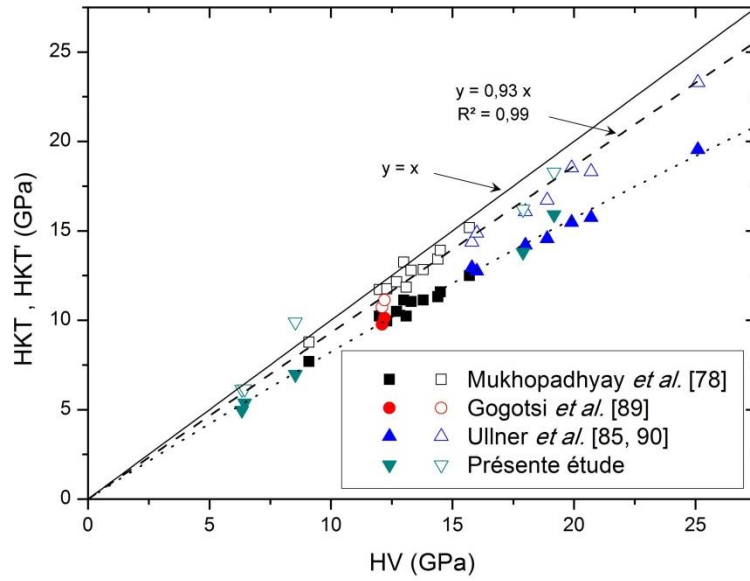


Figure III.18. Comparaison entre les nombres de dureté considérant l'aire réelle HKT (points pleins), HKT' (points vides) et HV.

III.5.2. Considération de l'aire résiduelle réelle pour le calcul de dureté

Le retour élastique engendré sur la petite diagonale de l'empreinte Knoop induit une variation de l'angle θ_2 . Comme il a été montré précédemment, après le dégagement de l'indenteur, le demi-angle au fond de l'empreinte Knoop suivant la petite diagonale θ_2 devient plus petit (θ_2') avec une quantité qui dépend du rapport H/E (Figure III.19). Par conséquent, l'angle théorique est plus grand que l'angle de l'empreinte déformée plastiquement.

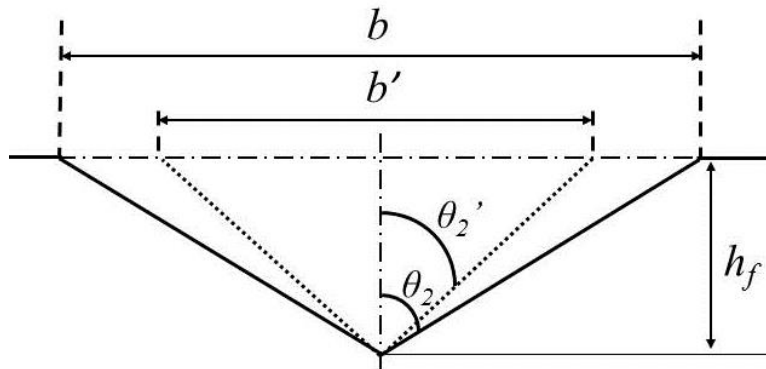


Figure III.19. Représentation de la déformation sur la petite direction de l'empreinte Knoop à chargement maximal et après retrait de l'indenteur.

Selon la figure III.19, il est possible de calculer l'angle θ_2' suivant :

$$\frac{\tan \theta_2'}{\tan \theta_2} = \frac{b'}{b} \quad \text{Eq. III.24}$$

Donc :

$$\theta'_2 = \arctan\left(\frac{b'}{b} \cdot \tan \theta_2\right) \quad \text{Eq. III.25}$$

Par ailleurs, en réarrangeant le modèle de Marshall *et al.* [94] (Eq.I.35), et en supposant qu'il n'existe pas de retour élastique suivant la grande diagonale ($L \approx L'$), on obtient :

$$\frac{b'}{b} = 1 - 0,45 \cdot \frac{L}{b} \cdot \frac{HV}{E} \quad \text{Eq. III.26}$$

Il est donc possible d'obtenir l'angle résiduel θ'_2 à partir de Eq.III.25 et Eq.III.26 et donc de calculer le nombre de dureté Knoop HK_T' en considérant l'aire réelle déformée plastiquement.

Les nombres HK_T' obtenus sont comparés aux duretés HV dans la figure III.18 (points vides). La régression linéaire calculée à partir des données expérimentales est proche de la première bissectrice avec un coefficient de corrélation très satisfaisant ($R^2=0,99$). Il subsiste une faible différence de l'ordre de 7%. Cette différence peut être attribuée au retour élastique en profondeur, négligé sur la figure III.19, qui participe à la variation de l'angle θ_2 d'une part et la variation de l'angle θ_1 d'autre part. En outre, il a été montré précédemment qu'il existe un léger retour élastique suivant la grande diagonale qui induit également une variation de l'angle au sommet θ_1 .

Malheureusement cette variation ne peut être prise en considération en indentation conventionnelle mais peut être vérifiée par indentation instrumentée ou mesure 3D de l'empreinte (profilométrie).

Pour s'affranchir de tout calcul qui prend en compte les angles réels des empreintes, il apparaît judicieux de considérer les aires projetées des empreintes. Ainsi, les retours élastiques suivant la petite et la grande diagonale lors de l'indentation Knoop seront pris en compte sans qu'il soit nécessaire de mesurer ou de calculer les angles de l'empreinte résiduelle (déformée plastiquement).

III.5.3. Considération de l'aire résiduelle projetée pour le calcul de dureté

L'expression du nombre de dureté HV présentée dans le tableau I.2 doit être modifiée en considérant l'aire résiduelle (déformée) projetée au lieu de l'aire résiduelle (déformée) réelle, comme suit :

$$HV_p = \frac{P}{A_p} = \frac{P}{d^2/2} = 1,0785 \cdot HV \quad \text{Eq. III.27}$$

Où HV_p est le nombre de dureté Vickers considérant l'aire projetée de l'empreinte résiduelle.

La dureté Knoop HK' est également calculée en considérant l'aire projetée de l'empreinte résiduelle suivant la relation suivante :

$$HK' = \frac{P}{A_p} = \frac{P}{L' \cdot b'/2} \quad \text{Eq. III.28}$$

La figure III.20 permet de comparer les valeurs de dureté HK' et HV_p . Les résultats se situent sur la droite identité ce qui permet de souligner la concordance des mesures Knoop et Vickers.

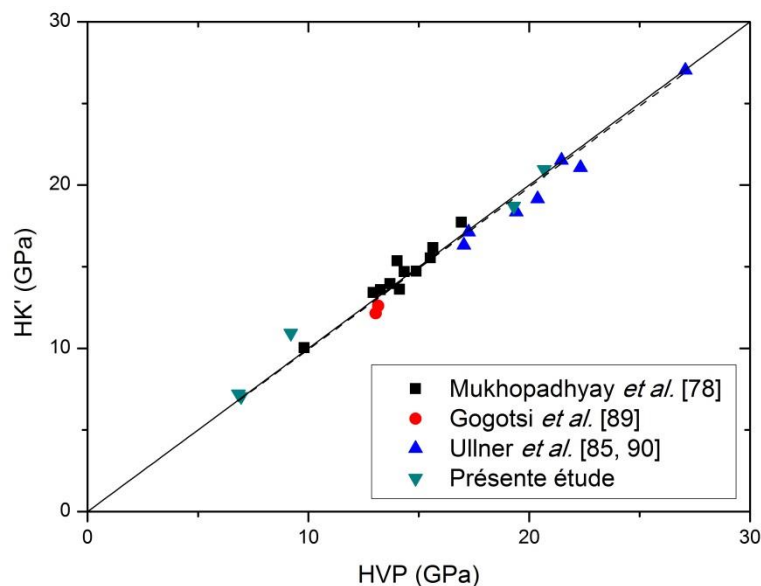


Figure III.20. Comparaison des nombres de dureté Knoop HK' et Vickers HV_p , en considérant l'aire projetée de l'empreinte résiduelle.

Ce résultat confirme la proposition de Chicot *et al.* [89] de considérer la même aire représentative de l'empreinte afin de comparer les nombres de dureté Knoop et Vickers. Ce résultat montre, par ailleurs, qu'il est nécessaire de tenir compte du retour élastique qui a lieu en indentation Knoop, et ce en considérant l'aire résiduelle projetée dans les expressions des duretés. Ce résultat est en parfaite concordance avec les résultats trouvés précédemment en indentation instrumentée. Il semblerait donc qu'il est plus rigoureux de considérer l'aire projetée de l'empreinte résiduelle dans le calcul de dureté que ce soit en indentation conventionnelle ou instrumentée afin d'avoir des mesures comparables avec les deux techniques, et ce quel que soit l'indenteur utilisé.

III.6. Détermination du module d'élasticité par indentation

conventionnelle : simplification de la méthode de Marshall *et al.*

En indentation conventionnelle, la méthode la plus utilisée pour évaluer le module d'élasticité est la méthode de Marshall *et al.* [94] qui a été présentée dans le premier chapitre (Eq.I.35). La méthode consiste à déterminer la dureté Vickers HV puis à évaluer le module d'élasticité par analyse de la quantité de retour élastique suivant la petite diagonale d'une empreinte Knoop. La méthode nécessite donc la mise en œuvre de deux essais distincts d'indentation Vickers et Knoop. Il est possible de simplifier cette méthode en utilisant un seul essai utilisant l'indenteur Knoop.

En effet, la relation I.35 peut être modifiée en remplaçant la dureté HV par HV_P (Eq.III.27) comme suit :

$$\frac{b'}{L'} = \frac{1}{7,11} - 0,45 \cdot \frac{HV_P/1,0785}{E} \quad \text{Eq. III.29}$$

Comme nous avons montré que $HV_P \approx HK'$, nous obtenons alors :

$$\frac{b'}{L'} = \frac{1}{7,11} - 0,417 \cdot \frac{HK'}{E} \quad \text{Eq. III.30}$$

Nous avons donc utilisé les résultats obtenus précédemment pour HK' afin de calculer le module d'élasticité des matériaux étudiés à l'aide de la relation III.30. Les valeurs de module d'élasticité ainsi calculées sont comparées aux modules d'élasticités du tableau III.7 (Figure III.21). Dans la figure III.21, E_{nom} représente le module d'élasticité du tableau III.7, donc la valeur de référence.

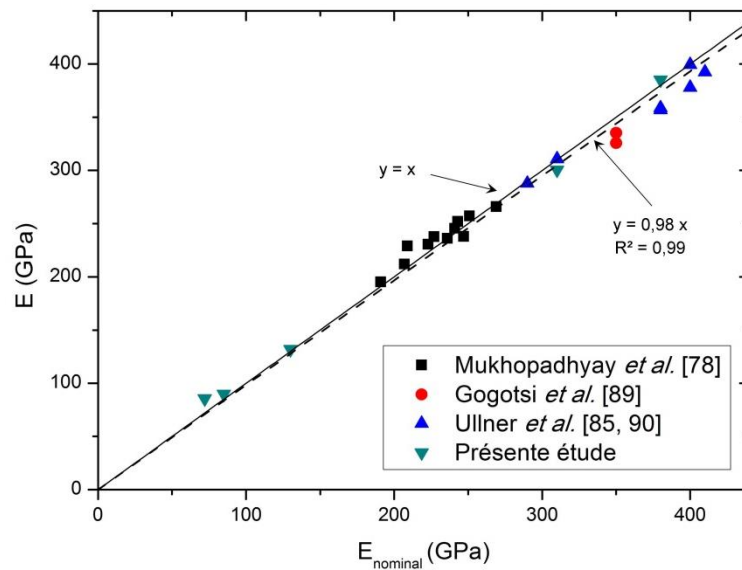


Figure III.21. Comparaison des modules d'élasticité obtenus avec le modèle proposé et des modules d'élasticité nominaux.

La figure III.21 justifie la méthode proposée et la relation III.30. Elle montre que la méthode proposée dans ce travail permet d'obtenir simultanément une mesure de dureté et de module d'élasticité en réalisant un seul essai d'indentation Knoop au lieu de deux essais d'indentation Knoop et Vickers.

III.7. Conclusion

Des essais de micro-indentation instrumentée ont été effectués à différentes charges en utilisant deux types d'indenteur (Vickers et Knoop) sur cinq matériaux fragiles différents. Nous avons montré que, même si les pointes des indenteurs sont émoussées, il est possible d'obtenir des résultats fiables si certaines précautions sont prises en considération, à savoir une correction géométrique liée au défaut de pointe ainsi qu'une correction liée à la complaisance de l'instrument.

Nous avons également montré que l'utilisation de l'indenteur Knoop en vue de mesurer le module d'élasticité et la dureté des matériaux par indentation instrumentée est aussi valable que l'utilisation d'un indenteur Vickers. Cependant, il est nécessaire de prendre en compte dans le cas de l'indenteur Knoop les déformations élastiques qui ont lieu au voisinage de l'empreinte après le retrait de l'indenteur.

Le retour élastique radial se produisant sur l'empreinte d'indentation Knoop est le principal facteur qui doit être pris en considération pour que les résultats obtenus par indentations Vickers et Knoop soient identiques. Une méthode a été proposée pour prendre en

considération le retour élastique en indentation Knoop à partir des données fournies par l'instrument de mesure. La méthode est résumée dans l'Annexe 2.

La différence entre les nombres de dureté Knoop et Vickers en indentation conventionnelle a été également étudiée. La différence entre les nombres de dureté conventionnelle *HV* et *HK* est attribuée, d'une part, à l'aire représentative de l'empreinte utilisée lors du calcul de la dureté, et d'autre part, au retour élastique se produisant lors du retrait de l'indenteur Knoop. L'expression des nombres de dureté Knoop et Vickers en considérant la même aire projetée de l'empreinte résiduelle, permet donc d'obtenir la même valeur de dureté quel que soit l'indenteur utilisé. Cependant, les duretés calculées que ce soit avec l'indenteur Vickers ou avec l'indenteur Knoop ne correspondent plus aux duretés Vickers et Knoop habituellement mesurées *HV* et *HK*. Les duretés définies à partir de l'aire résiduelle projetée correspondent finalement à des duretés de Meyer donc équivalentes quel que soit l'indenteur. Ceci confirme les résultats de dureté constatés en indentation instrumentée. Il a été confirmé que la dureté représente une propriété intrinsèque au matériau indépendamment de l'indenteur pyramidale utilisé.

Une révision de la relation de Marshall *et al.* [94] est proposée afin de déterminer le module élastique en utilisant uniquement un essai d'indentation Knoop au lieu des deux essais d'indentation Vickers et Knoop qui sont nécessaires dans le cas de la méthode proposée par Marshall *et al.* [94].

Chapitre IV : Caractérisation mécanique des matériaux poreux par indentation instrumentée à l'aide d'un indenteur Knoop

IV.1. Introduction	108
IV.2. Caractérisation des matériaux poreux massifs	108
IV.2.1. Élaboration et caractérisation microstructurale	108
IV.2.1.1. Élaboration des matériaux étudiés	108
IV.2.1.2. Détermination de la température de frittage	109
IV.2.1.3. Détermination du temps de frittage.....	110
IV.2.2. Caractérisation mécanique par indentation instrumentée.....	115
IV.2.2.1. Application et validation de la méthodologie d'indentation Knoop dans le cas des matériaux céramiques poreux	115
IV.2.2.2. Étude des propriétés mécaniques en fonction de la porosité	128
IV.3. Caractérisation de revêtements céramiques poreux	131
IV.3.1. Présentation du revêtement étudié	131
IV.3.2. Caractérisation mécanique du revêtement étudié par indentation instrumentée.....	133
IV.3.2.1. Méthodologie des essais	133
IV.3.2.2. Application et validation de la méthodologie d'indentation cyclique .	134
IV.4. Conclusion	144

IV.1. Introduction

Afin d'élargir le champ d'application possible de la méthode de caractérisation des matériaux céramiques denses par indentation Knoop développée au chapitre précédent, nous nous sommes intéressés à la validation de cette méthodologie sur des matériaux fragiles poreux sous forme massive, en particulier des matériaux en alumine présentant différents taux de porosité, et sous forme de revêtement.

En effet, certaines applications nécessitent l'utilisation de céramiques poreuses (substituts osseux par exemple) et la géométrie de l'indenteur Knoop pourrait s'avérer avantageuse pour déterminer leurs propriétés mécaniques (profondeur de pénétration et fissuration limitées comparées à l'indenteur Vickers).

Dans cette partie nous présenterons les propriétés microstructurales des matériaux poreux élaborés dans le cadre de ce travail ainsi que les résultats des caractérisations mécaniques par indentation instrumentée.

IV.2. Caractérisation des matériaux poreux massifs

IV.2.1. Élaboration et caractérisation microstructurale

Plusieurs échantillons massifs poreux en alumine avec des taux de porosité variant entre 1% et 34% ont été élaborés. Nous avons pu ainsi étudier l'influence de la porosité sur la mesure des propriétés mécaniques mais surtout sur la méthodologie pour y accéder qui a été mise au point pour les matériaux denses, et présentés dans le chapitre précédent. L'alumine a été le matériau choisi car c'est une céramique qui a fait l'objet de nombreuses études et pour laquelle il est aisé de trouver des données dans la littérature aussi bien pour les paramètres d'élaboration que pour les caractéristiques mécaniques notamment.

IV.2.1.1. Élaboration des matériaux étudiés

Afin d'optimiser les conditions de frittage (température et temps), nous avons étudié par dilatométrie le cycle de frittage de la poudre d'alumine utilisée. Les essais de dilatométrie ont été réalisés sur un échantillon cylindrique de dimensions 8x8 mm obtenu par pressage uniaxial suivi d'un pressage isostatique à 2500 bars. La figure IV.1 présente une micrographie MEB du faciès après rupture d'un compact cru. On note une taille de grain homogène ainsi

que l'absence d'agglomérat. La densité relative à cru des échantillons dépasse en moyenne 54%.

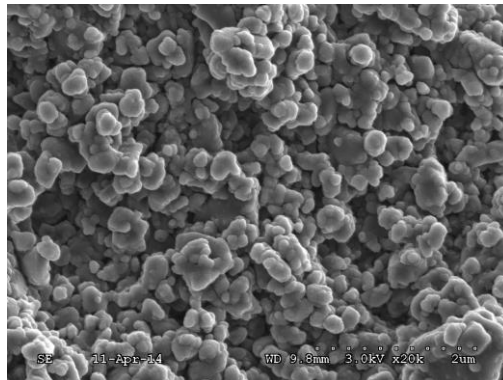


Figure IV.1. Micrographie d'un faciès de rupture de compact de poudre cru.

IV.2.1.2. Détermination de la température de frittage

Le cycle thermique appliqué pour l'essai dilatométrique est le suivant (Figure IV.2) :

- montée à 1550°C à 5°C/min,
- sans palier de maintien,
- refroidissement à 5°C/min.

Nous remarquons sur la figure IV.2 que la densification du compact de poudre commence à partir de 1150°C environ. La dérivée de la courbe de dilatation par rapport à la température permet de mettre en évidence un point d'inflexion de la courbe dilatométrique à environ 1500°C, correspondant à la vitesse de diffusion maximale. La température de frittage est donc choisie égale à 1500°C.

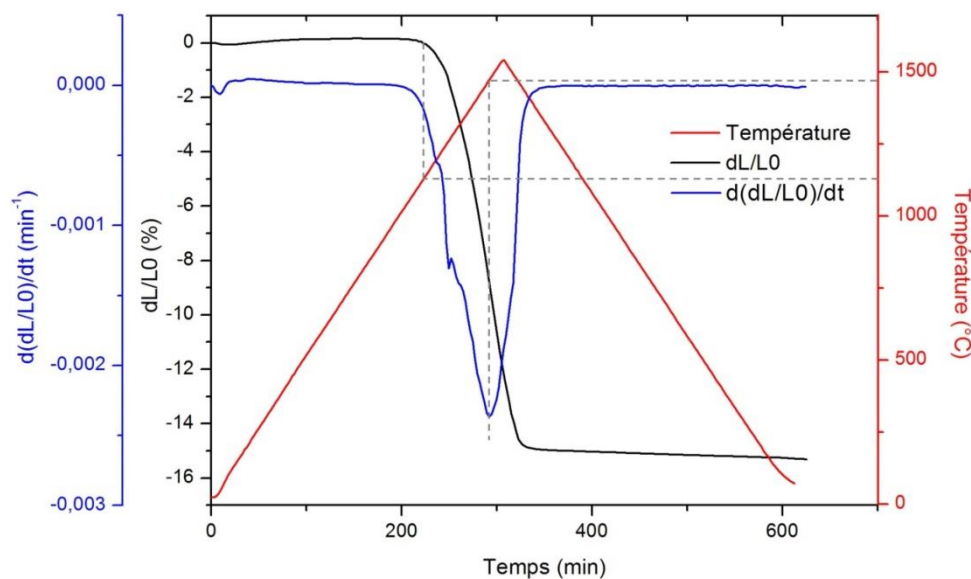


Figure IV.2. Courbe d'un essai dilatométrique avec un cycle de montée jusqu'à 1550°C.

IV.2.1.3. Détermination du temps de frittage

Le temps nécessaire pour obtenir la densité maximale à 1500°C a été déterminé en réalisant un essai dilatométrique avec un maintien isotherme à 1500°C pendant 5 heures. La figure IV.3 présente la courbe dilatométrique obtenue. Nous constatons qu'au bout de 3 heures de maintien, le compact de poudre atteint sa densité maximale.

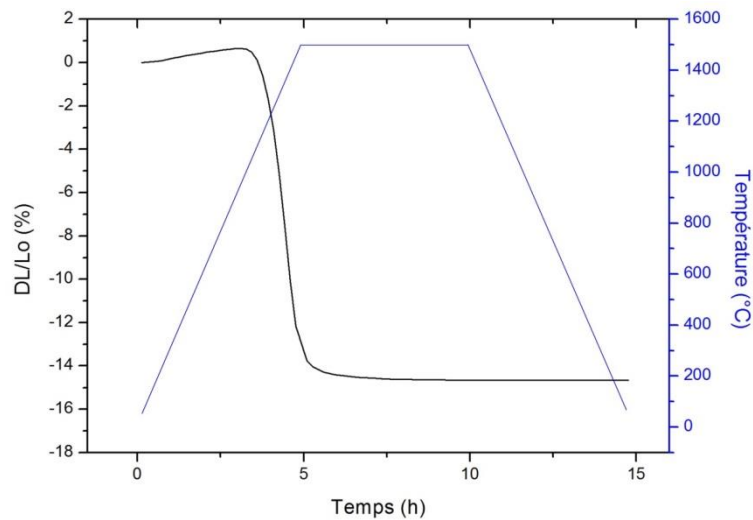


Figure IV.3. Courbe d'un essai dilatométrique avec un cycle isotherme à 1500°C pendant 5 heures.

La figure IV.4 montre une micrographie MEB de l'échantillon fritté à 1500°C pendant 3 heures. Nous ne constatons pas de croissance anormale des grains. Cependant, on distingue quelques porosités fermées résiduelles intergranulaires.

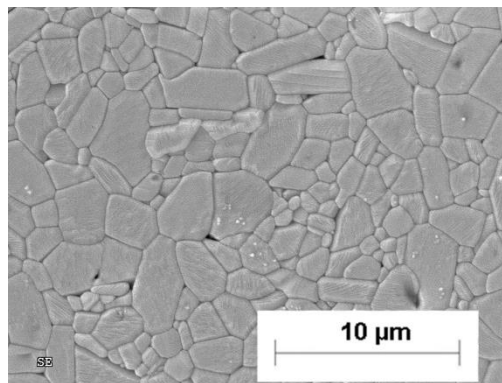


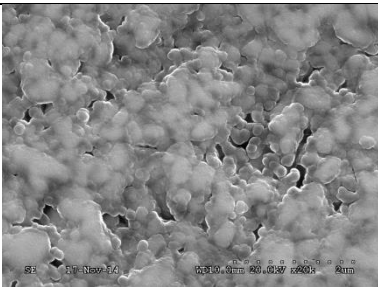
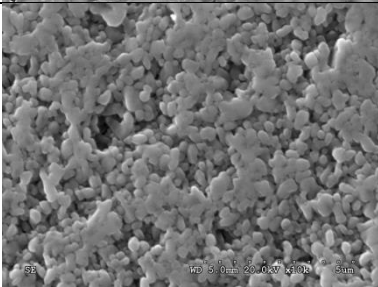
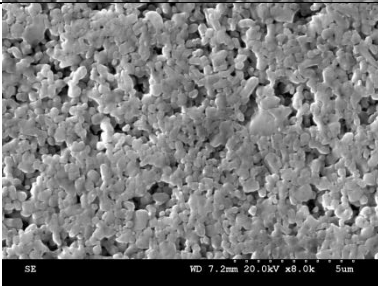
Figure IV.4. Micrographie MEB de la surface attaquée thermiquement d'un échantillon fritté à 1500°C pendant 3 heures.

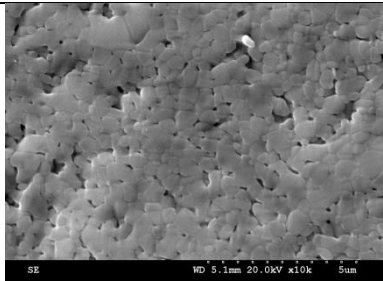
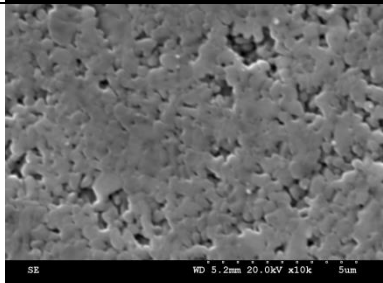
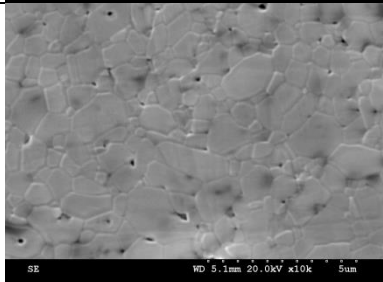
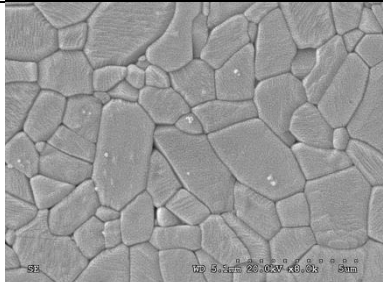
Nous avons ensuite déterminé, par analyse dilatométrique, les conditions de frittage permettant d'obtenir 7 matériaux ayant des taux de porosité différents, répartis de manière uniforme entre 0% et environ 35%.

Le tableau IV.1 récapitule les conditions de frittage ainsi que la densité relative obtenue pour chaque échantillon. Des micrographies MEB de la microstructure des matériaux élaborés sont également présentées dans ce tableau.

Dans ce qui suit, nous désignerons les échantillons par la lettre A (Alumine) suivie de la densité relative (valeur arrondie), par exemple A66 pour l'échantillon de densité relative de 65,7%.

Tableau IV.1. Propriétés microstructurales des échantillons élaborés.

Désignation	Température de frittage (°C)	Temps de palier (min)	Densité relative	Porosité totale p	Porosité ouverte PO	Porosité fermée PF	Microstructure	Taille de grains (μm)
A66	1200	60	65,7 %	34,3 %	33,4 %	0,86 %		$0,3 \pm 0,1$
A75	1300	60	74,9 %	25,1 %	24,3 %	0,76 %		$0,3 \pm 0,1$
A83	1325	90	83,2 %	16,8 %	16,1 %	0,8 %		$0,45 \pm 0,1$

A87	1350	60	87,5 %	12,5 %	10,6 %	1,9 %		$0,6 \pm 0,2$
A94	1425	60	93,6%	6,4%	4,7 %	1,7 %		$0,9 \pm 0,2$
A96	1450	60	96,2 %	3,8 %	0,1 %	3,7 %		$1,5 \pm 0,3$
A99	1500	180	98,7 %	1,3 %	0,1 %	1,2 %		$2,5 \pm 0,7$

On remarque que, pour l'échantillon fritté à 1200°C, des ponts entre les particules compactées sont déjà formés. La densité reste proche de la densité relative du compact cru ($\approx 54\%$) car la température du traitement thermique est très proche de la température à laquelle le processus de frittage commence (1150°C). Seuls des mécanismes de diffusion de matière non densifiant mais permettant la coalescence ont lieu. La taille moyenne des grains reste proche de celle de la poudre (0,3 μm). Au-delà de cette température, il y a coalescence d'îlots et augmentation de la densité relative, comme on le remarque pour les échantillons A75 et A83. Au-delà de 83% de densité relative, il y a coalescence des pores aux points triples, ceux-ci étant balayés par le mouvement des joints de grains. La taille des grains augmente alors de manière remarquable. À partir de 1450°C (densité relative supérieure à 93,5%) et une heure de frittage, la microstructure devient plus ordonnée, les grains tendent à être hexagonaux et continuent à croître, et la porosité fermée intergranulaire disparaît. Les pores résiduels restent aux points triples. On observe également quelques porosités intragranulaires qui ne s'éliminent pas ce qui limite d'autant la densité finale.

Afin de caractériser la porosité des différents matériaux, nous définissons les fractions de porosité ouverte f_{PO} ou fermée f_{PF} relatives à la porosité totale p comme suit :

$$f_{PO} = \frac{PO}{p} \quad \text{Eq. IV.1}$$

$$f_{PF} = \frac{PF}{p} \quad \text{Eq. IV.2}$$

Où PO et PF représentent respectivement le taux de porosité ouverte et le taux de porosité fermée.

La figure IV.5 présente l'évolution de f_{PO} et f_{PF} en fonction de la porosité totale p . Nous constatons qu'entre 34% et 6% de porosité, la porosité ouverte interconnectée diminue légèrement, puis à partir de 6% de porosité, une brusque diminution de la porosité ouverte a lieu. Il ne subsiste alors majoritairement que la porosité fermée. Pour rappel, il a été vu dans le chapitre bibliographique que la porosité ouverte disparaît en dessous de 8% de porosité (cf. Figure I.1) [1].

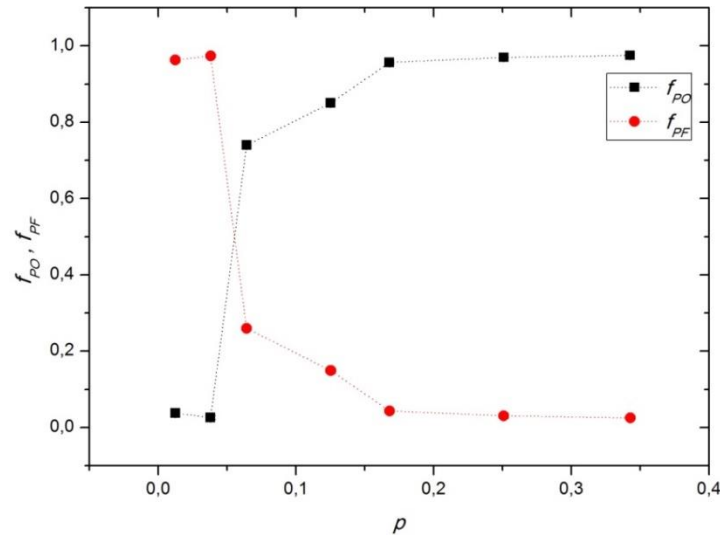


Figure IV.5. Évolution de la fraction de porosité ouverte f_{PO} et fermée f_{PF} en fonction de la porosité totale p .

IV.2.2. Caractérisation mécanique par indentation instrumentée

Pour vérifier la validité de la méthodologie d'analyse de l'essai IIT Knoop sur des matériaux céramiques poreux, des essais de micro-indentation instrumentée ont été réalisés en utilisant un indenteur Vickers et un indenteur Knoop dans une gamme de charges comprises entre 200 mN et 20N.

Dans cette partie, nous nous sommes intéressés également à l'étude de l'influence de la porosité sur le comportement sous indentation de ce type de matériaux.

IV.2.2.1. Application et validation de la méthodologie d'indentation Knoop dans le cas des matériaux céramiques poreux

Comme dans le cas des matériaux denses, les courbes obtenues à l'aide des deux indenteurs sont semblables, comme le montre la figure IV.6. Les cycles de chargement et de déchargement sont bien décrits par les lois puissance décrites dans le premier chapitre, Eq. I.2 et Eq. I.16 respectivement.

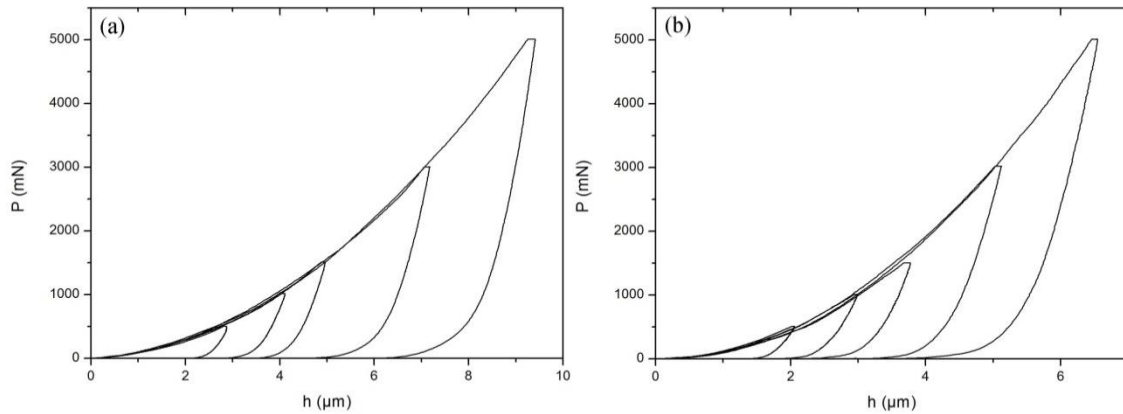


Figure IV.6. Courbes charge – déplacement obtenues à l'aide d'un indenteur Vickers (a) et un indenteur Knoop (b) sur l'échantillon A66.

Comme il a été montré précédemment, les données brutes obtenues à la fin de chaque essai nécessitent une correction de la complaisance et la prise en considération du défaut de pointe. Pour cela, il est nécessaire à priori de connaître le mode de déformation autour de l'empreinte afin de choisir le modèle approprié (modèle d'Oliver et Pharr Eq. III.1 ou modèle de Loubet *et al.* Eq. III.1) pour la détermination exacte de la hauteur de contact.

IV.2.2.1.1. Étude de la complaisance

Les figures IV.7 et IV.8 présentent l'évolution de la complaisance totale mesurée $1/S$ en fonction de l'inverse de la racine carrée de l'aire de contact $1/\sqrt{A_C}$, en utilisant le modèle d'Oliver et Pharr (Eq. III.1) ou bien le modèle de Loubet *et al.* (Eq. III.2), lors d'essais d'indentation Vickers (Figure IV.7) et Knoop (Figure IV.8) réalisés sur tous les matériaux poreux.

En analysant les figures IV.7 et IV.8, nous remarquons, que l'utilisation du modèle d'Oliver et Pharr ou du modèle de Loubet *et al.* pour le calcul de l'aire de contact conduit à la même valeur de la complaisance de l'instrument, pour tous les matériaux testés, comme le montre le tableau IV.2. On peut toutefois noter que la valeur de C_f est différente d'un matériau à l'autre, et d'un indenteur à l'autre. Il est aussi remarquable que la même valeur de complaisance de l'instrument C_f est obtenue quel que soit le modèle utilisé, comme dans le cas des matériaux denses.

Tableau IV.2. Valeurs de complaisance de l'instrument C_f obtenues à l'aide des modèles d'Oliver et Pharr [19] et de Loubet *et al.* [17] en utilisant deux types d'indenteur : Vickers et Knoop.

	Type d'indenteur			
	Knoop		Vickers	
	Modèle d'Oliver et Pharr	Modèle de Loubet <i>et al.</i>	Modèle d'Oliver et Pharr	Modèle de Loubet <i>et al.</i>
Matériau	C_f (nm/mN)	C_f (nm/mN)	C_f (nm/mN)	C_f (nm/mN)
A66	0,037 ±0,01	0,038 ±0,01	0,003 ±0,001	0,006 ±0,009
A75	0,072 ±0,005	0,069 ±0,005	0,049 ±0,004	0,052 ±0,004
A83	0,014 ±0,008	0,015 ±0,008	0,050 ±0,008	0,059 ±0,008
A87	0,067 ±0,003	0,074 ±0,004	0,084 ±0,007	0,082 ±0,007
A94	0,044 ±0,003	0,044 ±0,003	0,075 ±0,003	0,076 ±0,003
A96	0,027 ±0,003	0,027 ±0,003	0,014 ±0,003	0,019 ±0,003
A99	0,049 ±0,003	0,047 ±0,003	0,050 ±0,005	0,058 ±0,005

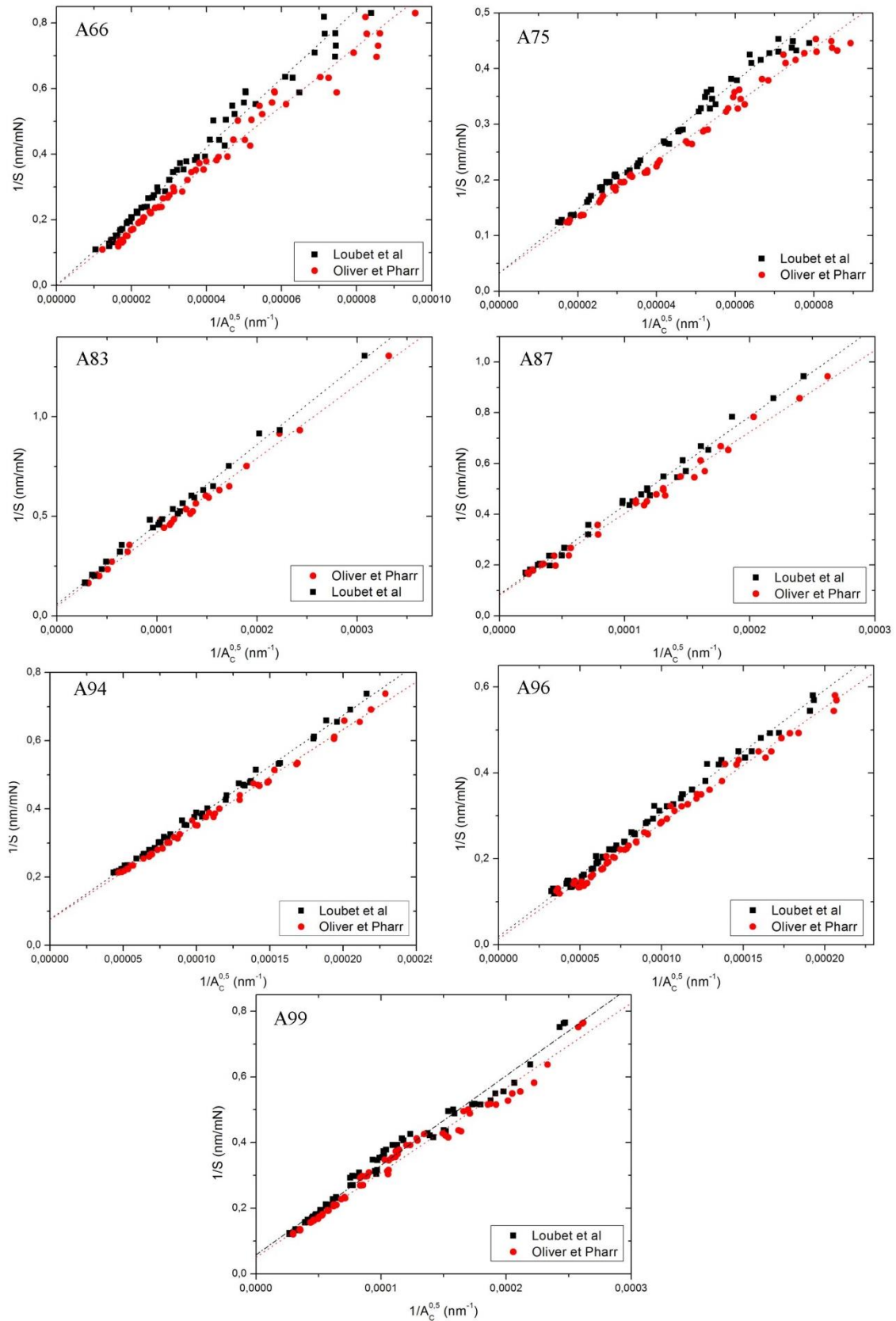


Figure IV.7. Évolution de la complaisance totale mesurée $1/S$ en fonction de $1/\sqrt{A_C}$ lors d'essais d'indentation Vickers.

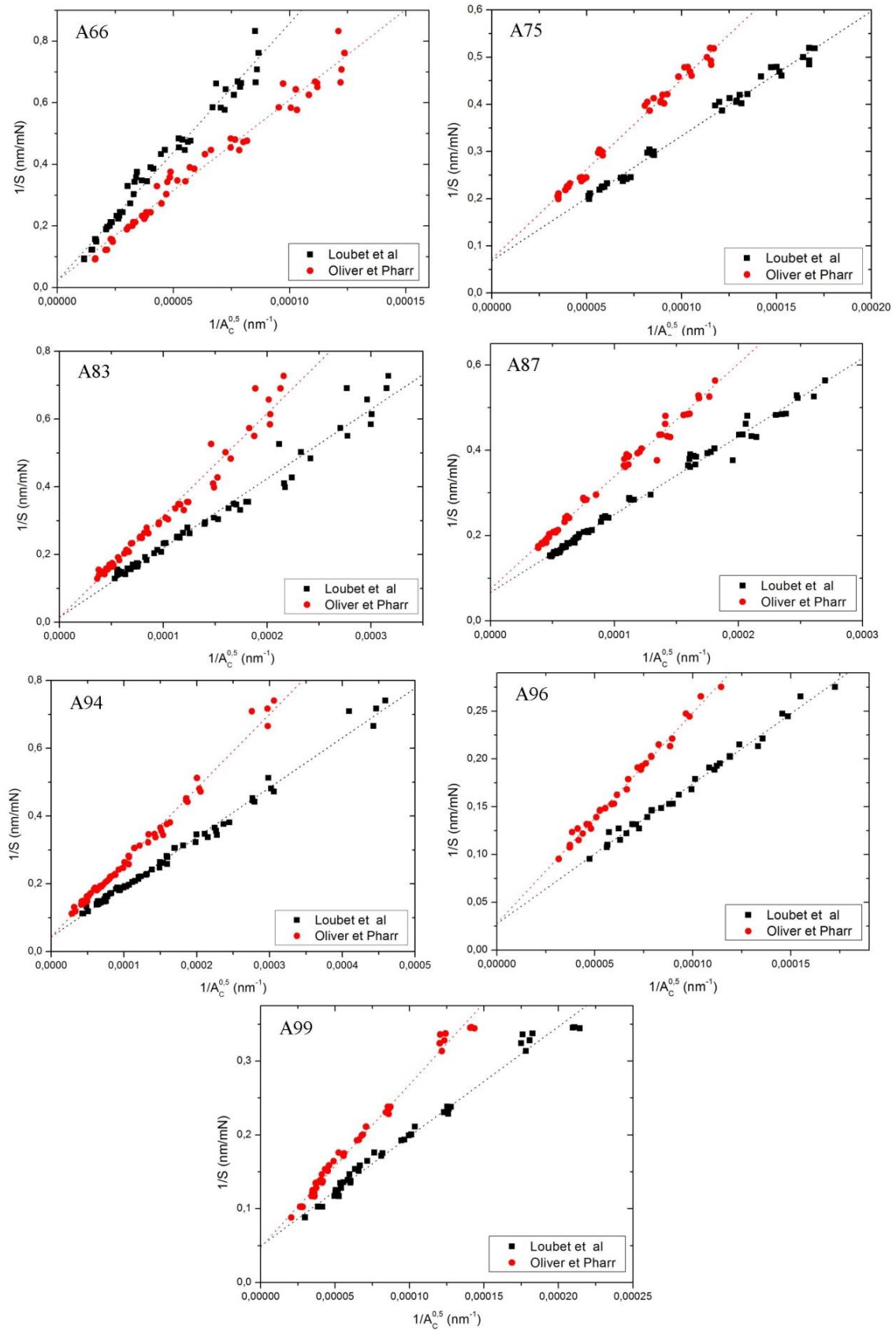


Figure IV.8. Évolution de la complaisance totale mesurée $1/S$ en fonction de $1/A_C^{0.5}$ lors d'essai d'indentation Knoop.

IV.2.2.1.2. Étude du mode de déformation en fonction de la porosité

Le mode de déformation autour de l'empreinte est étudié à partir du rapport h_f/h_m comme il a été vu dans le chapitre précédent. La figure IV.9 présente l'évolution de ce rapport en fonction de la porosité totale p pour les matériaux étudiés. On peut observer que la même évolution est obtenue en indentation Knoop et en indentation Vickers.

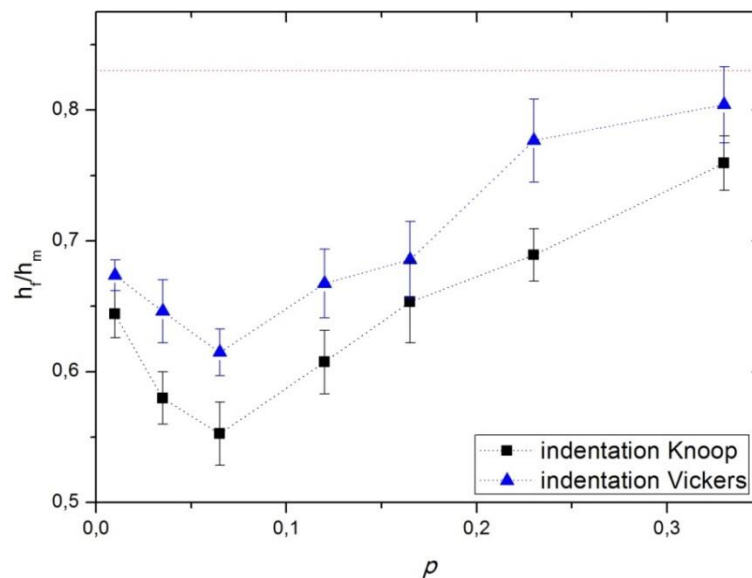


Figure IV.9. Évolution du rapport h_f/h_m obtenu en indentation Vickers et Knoop en fonction de la porosité totale p .

Cette figure montre également que le rapport h_f/h_m reste toujours inférieur à la valeur caractéristique de 0,83. On peut donc en conclure que le matériau autour de l'empreinte se déforme en mode *sink-in*. Par conséquent, le modèle d'Oliver et Pharr est retenu pour calculer l'aire de contact A_c .

Nous remarquons également qu'il est possible de dégager deux tendances inverses du rapport h_f/h_m lorsque la porosité totale augmente. Pour les matériaux ayant une porosité inférieure à 6%, le rapport h_f/h_m diminue avec la porosité ce qui signifie que la déformation en mode *sink-in* devient de plus en plus prononcée. Le mode d'endommagement est de type fragile. La figure IV.10 présente des micrographies MEB des empreintes d'indentation Vickers et Knoop réalisées sur l'échantillon A99 à une charge de 5N. Sur ces micrographies, la microstructure de l'échantillon a été révélée thermiquement afin de mettre en évidence l'endommagement et les joints de grains au sein de la microstructure. On remarque sur cette figure la présence de microfissures intergranulaires et transgranulaires sur les empreintes obtenues avec les deux types d'indenteurs, ce qui correspond à un mode d'endommagement de type fragile.

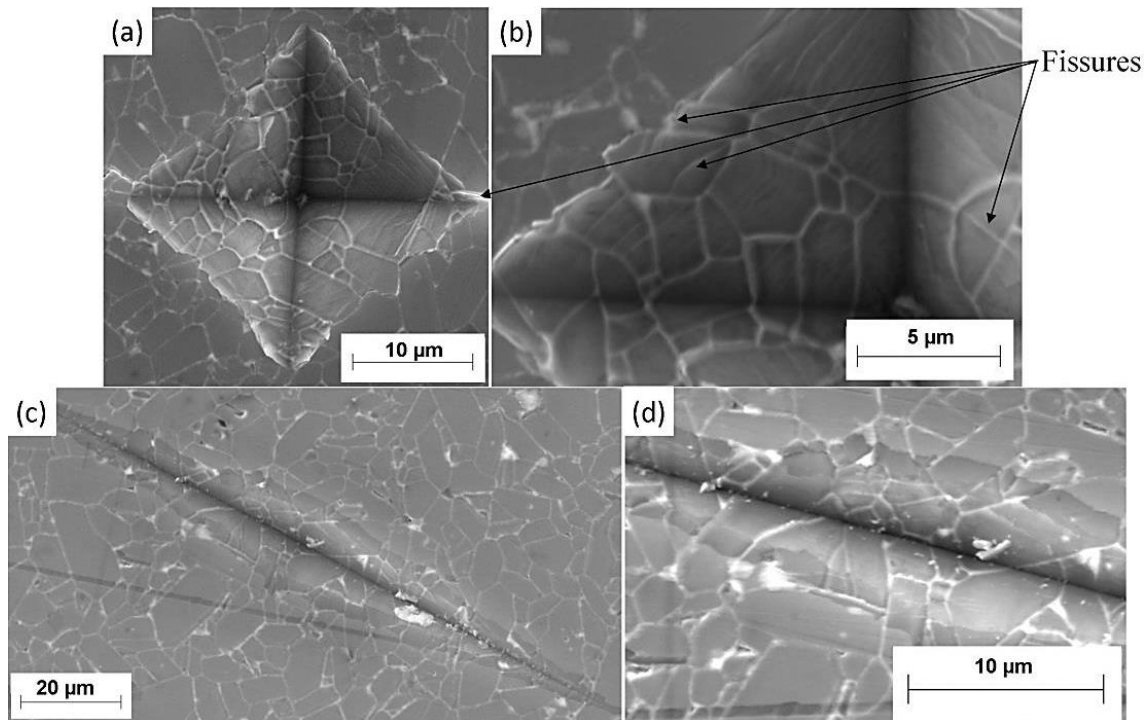


Figure IV.10. Micrographies MEB d'empreintes d'indentation obtenues à une charge de 5N sur l'échantillon A99 à l'aide (a)-(b) d'un indenteur Vickers et (c)-(d) d'un indenteur Knoop.

Au-delà de 6% de porosité, le rapport h_f/h_m augmente et atteint quasiment la valeur critique de 0,83 pour la porosité la plus élevée. Afin d'analyser le comportement des matériaux poreux lorsque la porosité est supérieure à 6%, nous présentons des micrographies MEB des empreintes d'indentation Vickers et Knoop réalisés sur l'échantillon A87 à une charge de 5N (Figure IV.11). Cette figure montre que le matériau se compacte sous l'indenteur (Vickers ou Knoop), car on observe une disparition de porosité dans les empreintes. Il a été vu précédemment que pour les matériaux dont la porosité totale est supérieure à 6%, cette porosité est surtout de la porosité ouverte interconnectée. Le matériau peut ainsi être assimilé à un ensemble de grains faiblement liés entre eux. Lors du processus d'indentation, le matériau se déforme ainsi de manière quasi-plastique, c'est-à-dire avec rupture des liaisons entre les grains et avec compaction de la matière sous l'indenteur.

Il semblerait donc qu'il existe un changement de mode d'endommagement en fonction de la porosité : un mode fragile pour $p < 6\%$ et un mode quasi-plastique pour $p > 6\%$, lié au type de porosité (ouverte ou fermée).

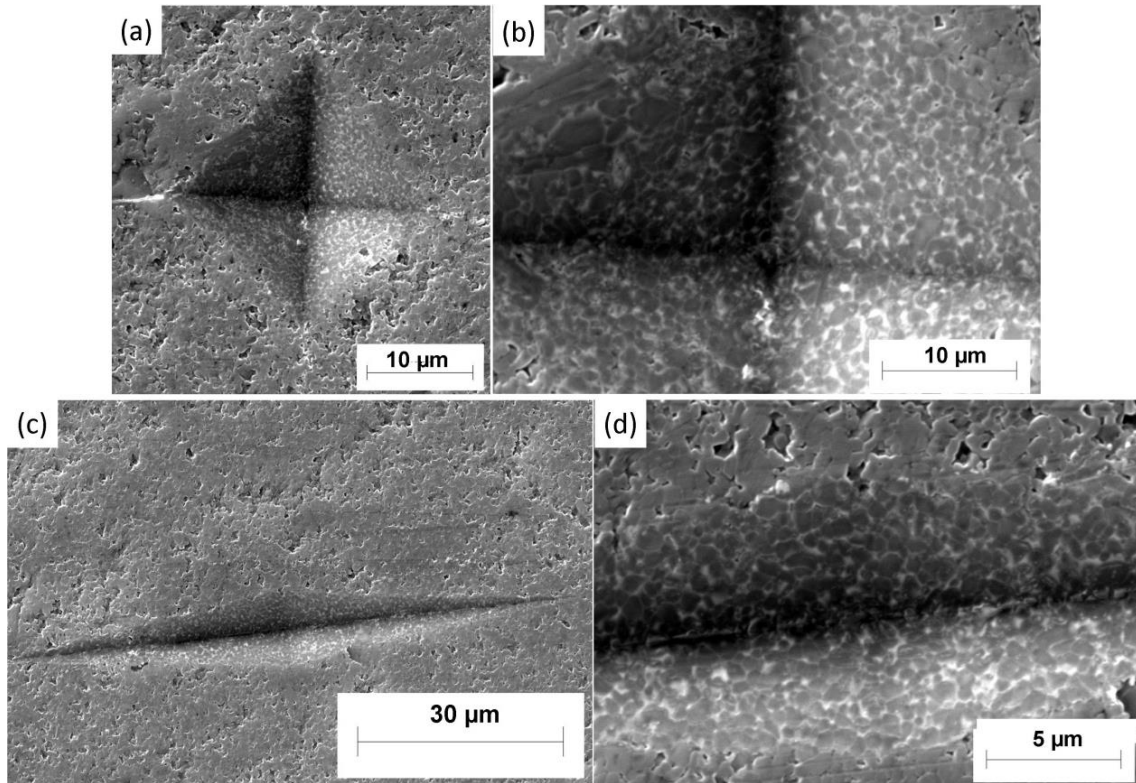


Figure IV.11. Micrographies MEB d'empreintes d'indentation obtenues à une charge de 5N sur l'échantillon A87 à l'aide (a)-(b) d'un indenteur Vickers et (c)-(d) d'un indenteur Knoop.

IV.2.2.1.3. Calcul du module d'élasticité à partir des essais *IIT* Knoop

La figure IV.12 représente l'évolution de la complaisance totale $1/S$ en fonction de $1/\sqrt{A_C}$ après correction de la complaisance et la prise en compte du mode de déformation pour les différents échantillons.

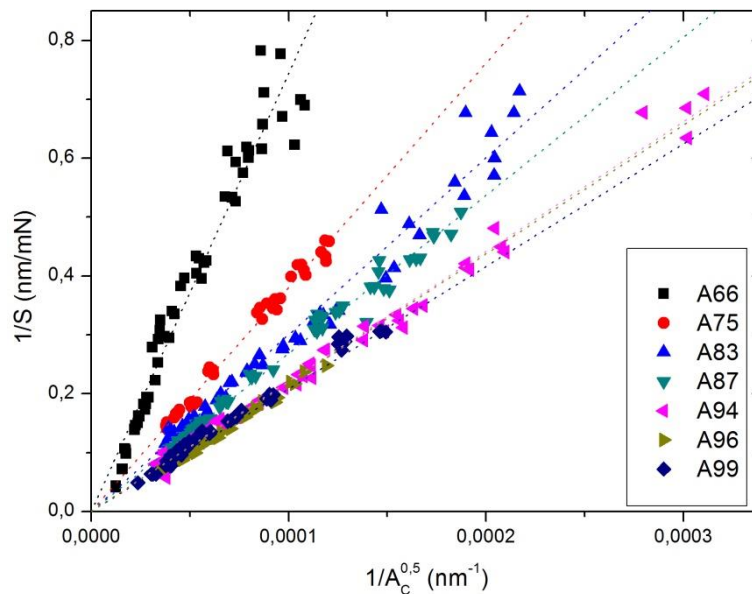


Figure IV.12. Évolution de la complaisance totale corrigée $1/S$ en fonction de $1/\sqrt{A_C}$ dans le cas de l'indentation Knoop.

Nous remarquons que la pente des droites obtenues diminue lorsque la densité relative augmente, mettant bien en évidence une augmentation du module d'élasticité avec la densité.

Afin de calculer le module réduit, nous avons pris en compte la variation du coefficient de Poisson qui varie en fonction de la densité des matériaux [132]. Le coefficient de Poisson a été mesuré sur chaque matériau par ultrasons, comme décrit par Asmani *et al.* [132]. Le tableau IV.3 présente les valeurs du coefficient de Poisson ainsi que les facteurs de correction γ obtenus pour les indentations Vickers et Knoop, pour chaque matériau.

Tableau IV.3. Coefficient de Poisson de chaque matériau et coefficient de correction γ correspondant.

Matériaux	ν	$\gamma_{Vickers}$	γ_{Knoop}
A66	0,19	1,091	1,055
A75	0,20	1,089	1,053
A83	0,22	1,085	1,051
A87	0,23	1,083	1,050
A94	0,25	1,079	1,047
A96	0,25	1,079	1,047
A99	0,25	1,079	1,047

Le tableau IV.4 présente les modules d'élasticité obtenus pour chaque matériau en utilisant l'indenteur Knoop E_{Knoop} et Vickers $E_{Vickers}$ ainsi que les valeurs de module d'élasticité mesurés par la méthode des ultrasons, noté E_{nom} .

Tableau IV.4. Modules d'élasticité mesurés par ultrasons E_{nom} et par indentation instrumentée Vickers $E_{Vickers}$ et Knoop E_{Knoop} .

Matériaux	E_{nom}	$E_{Vickers}$	E_{Knoop}	Erreur par rapport à E_{nom}
A66	93	92 $\pm$ 10	109 $\pm$ 16	17,2%
A75	198	194 $\pm$ 10	251 $\pm$ 24	26,8%
A83	246	245 $\pm$ 15	349 $\pm$ 32	41,8%
A87	284	292 $\pm$ 32	407 $\pm$ 25	43,3%
A94	334	335 $\pm$ 14	545 $\pm$ 42	63,2%
A96	363	364 $\pm$ 29	540 $\pm$ 29	48,8%
A99	385	387 $\pm$ 35	537 $\pm$ 20	39,5%

Les modules d'élasticité mesurés par indentation Vickers sont comparables à ceux obtenus par la méthode des ultrasons. En revanche, il est clair que les valeurs du module

d'élasticité mesurées à l'aide de l'indenteur Knoop sont surestimées comme il a été vu dans le chapitre précédent. Le coefficient de correction γ calculé à partir de l'expression Eq. I.11 n'est pas adapté à l'indentation Knoop, comme il a été discuté dans le chapitre précédent.

Nous avons donc adopté la correction proposée dans le chapitre précédent (Eq. III.11) afin de déterminer le coefficient de correction γ approprié. Pour rappel :

$$\gamma_{nom} = 0,75 \cdot \frac{h_e}{h_m} + 1 \quad \text{Eq. IV.3}$$

Le tableau IV.5 montre les valeurs du coefficient de correction γ_{nom} calculées selon la relation IV.3 et les valeurs de modules d'élasticité ainsi corrigées. L'erreur de mesure calculée par rapport au module d'élasticité obtenu à l'aide de l'indenteur Vickers est également présentée. Il est clair qu'après correction les valeurs de module d'élasticité E_{Knoop} sont très proches des valeurs obtenues par l'indenteur Vickers, l'écart entre les deux n'excédant pas 8%. Ceci valide à nouveau la correction proposée précédemment (Eq. IV.3) pour calculer le module d'élasticité de matériaux poreux par indentation instrumentée Knoop.

Tableau IV.5. Mesures corrigées du module d'élasticité obtenu par indentation Knoop et facteur de correction du retour élastique correspondant.

Matériau	E_{Knoop} corrigé	Différence par rapport à $E_{Vickers}$	γ_{nom}
A66	91 ±13	0,79%	1,18
A75	195 ±18	1,79%	1,23
A83	260 ±22	7,12%	1,26
A87	289 ±16	-0,26%	1,29
A94	362 ±25	7,79%	1,33
A96	366 ±18	0,47%	1,31
A99	383 ±16	-0,89%	1,26

IV.2.2.1.4. Calcul de la dureté à partir des essais *IIT* Knoop

Les figures IV.13 et IV.14 présentent l'évolution de la dureté *HIT* mesurée en fonction de l/h_m , pour tous les matériaux analysés en utilisant un indenteur Vickers (Figure IV.13) et un indenteur Knoop (Figure IV.14). Selon le modèle PSR (Eq. I.33), l'analyse de l'évolution de la dureté en fonction de l/h_m permet de vérifier si un phénomène d'*ISE* existe ou pas.

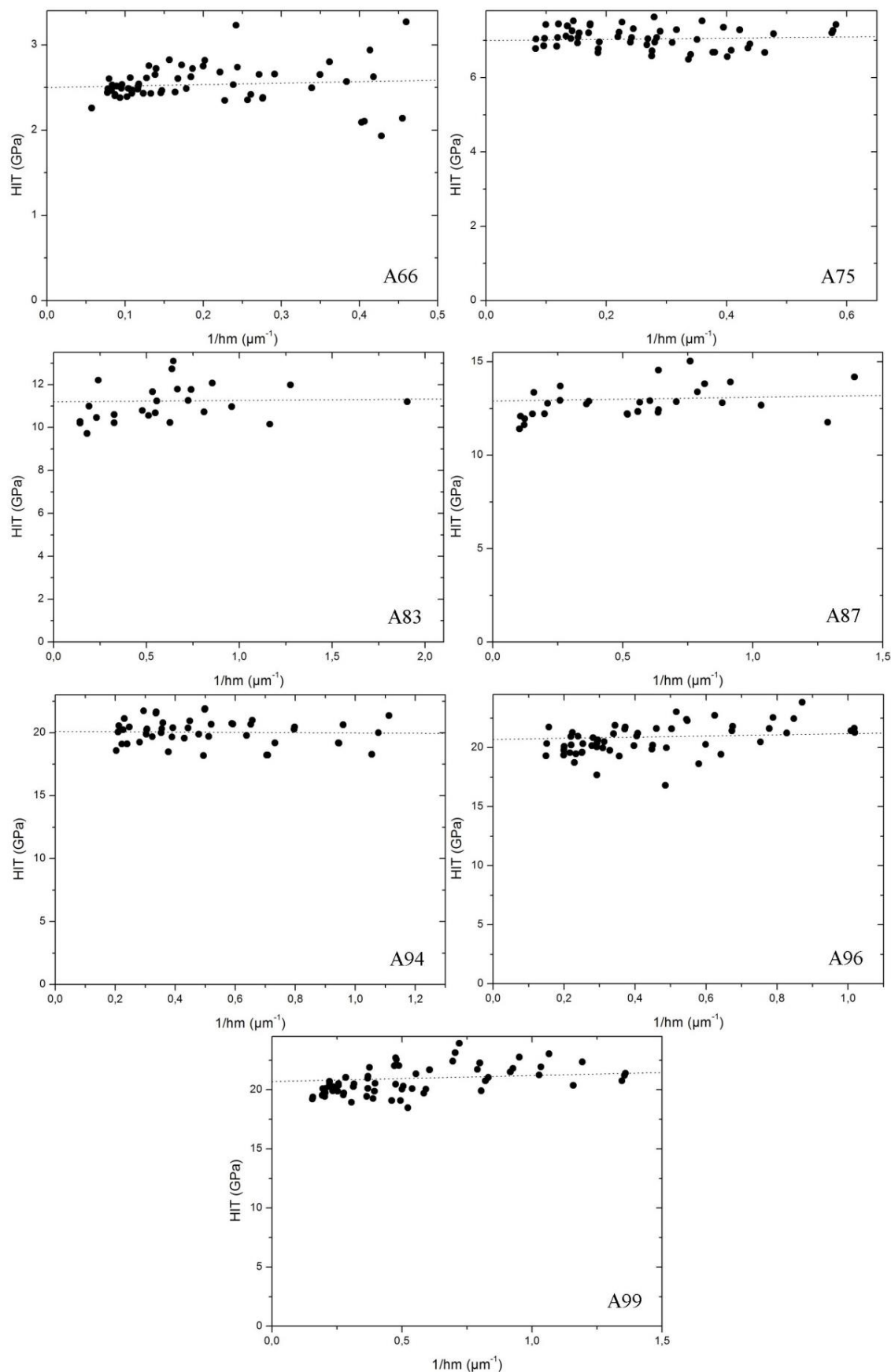


Figure IV.13. Évolution de la dureté HIT obtenue à l'aide d'un indenteur Vickers en fonction de $1/h_m$.

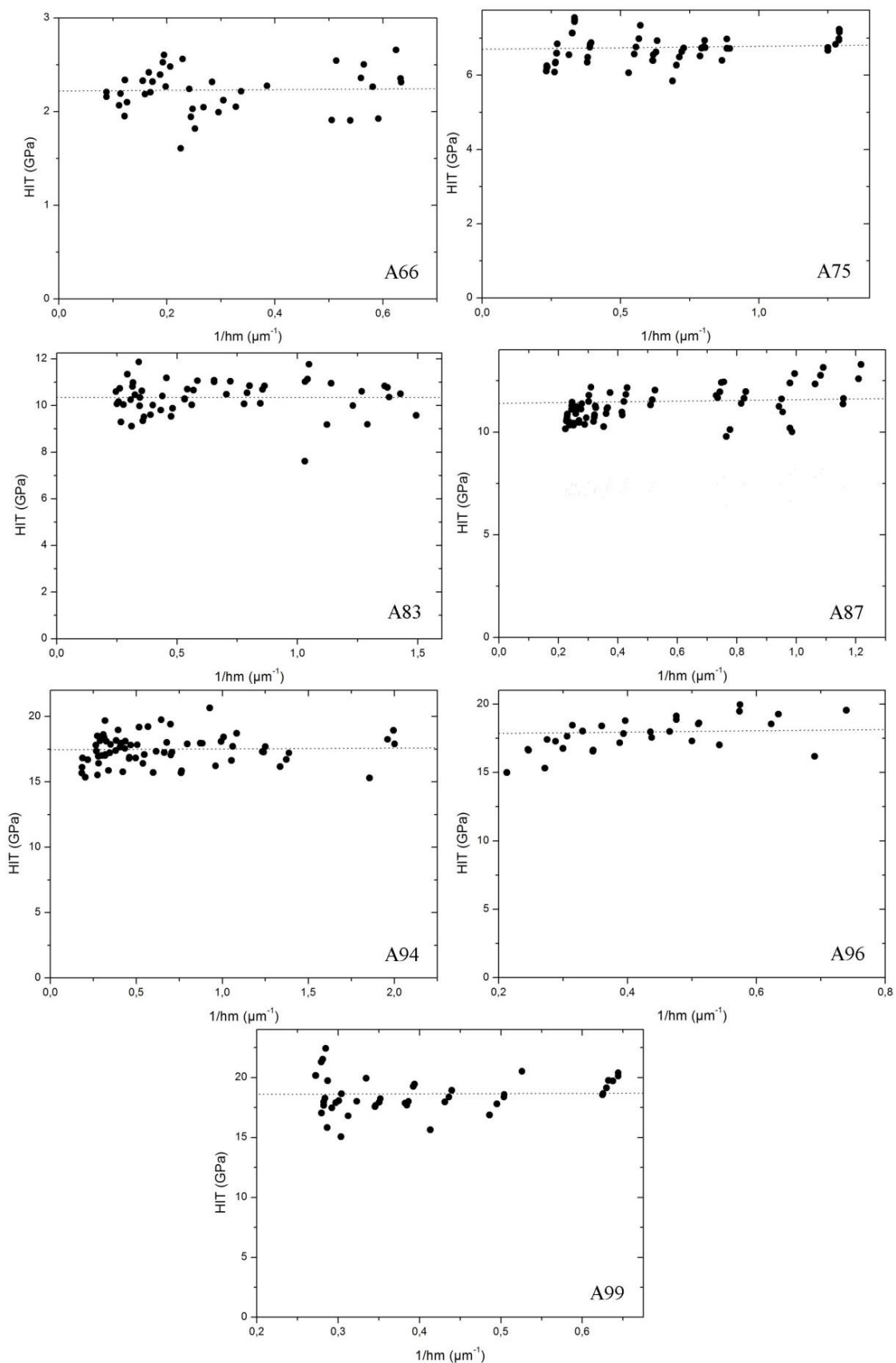


Figure IV.14. Évolution de la dureté HIT obtenue à l'aide d'un indenteur Knoop en fonction de $1/h_m$.

Aucun effet de taille d'empreinte (*ISE*) significatif n'est observé quel que soit l'indenteur utilisé et le matériau considéré, contrairement à ce qui est souvent rapporté pour les matériaux poreux [130,133–135].

Le tableau IV.6 présente les valeurs moyennes de la dureté *HIT* mesurée à l'aide des deux types d'indenteur pour tous les matériaux analysés. Comme pour le cas des matériaux denses, on peut remarquer ici que les valeurs de dureté obtenues à l'aide de l'indenteur Knoop *HIT_K* sont plus faibles que celles obtenues avec l'indenteur Vickers *HIT_V*.

Tableau IV.6. Comparaison des nombres de dureté obtenus par indentation instrumentée à l'aide d'un indenteur Vickers *HIT_V* et Knoop *HIT_K*.

Matériaux	<i>HIT_V</i> (GPa)	<i>HIT_K</i> (GPa)	Différence
A66	2,5±0,1	2,2±0,2	-12%
A75	7,1±0,3	6,7±0,4	-5,6%
A83	11,1±0,9	10,4±0,7	-6,3%
A87	12,8±0,9	11,3±0,8	-11,7%
A94	20,2±1,1	17,5±2	-13,4%
A96	20,6±1	17,8±1,2	-13,6%
A99	20,7±1,2	18,6±1,5	-10,1%

Comme nous l'avons montré dans le chapitre précédent, si l'on veut comparer les valeurs de dureté obtenues à l'aide des deux types d'indenteurs, il est plus rigoureux de considérer l'aire projetée de l'empreinte résiduelle (déformée plastiquement) et de tenir compte du retour élastique en indentation Knoop grâce au coefficient de correction γ_{nom} . La relation IV.4 permet de calculer le nombre de dureté, noté *HP*, qui représente une dureté de type Meyer :

$$HP = \frac{P}{A_P} = \frac{P}{\gamma_{nom} \cdot A_C} \quad Eq. IV.4$$

Les valeurs de dureté *HP_V* et *HP_K*, pour l'indentation Vickers et Knoop respectivement, sont comparées dans le tableau IV.7. On remarque que les valeurs de dureté sont comparables et que la différence n'excède pas 8%. La méthodologie développée dans le cas des céramiques denses est donc vérifiée dans le cas des céramiques poreuses.

Tableau IV.7. Comparaison des nombres de dureté obtenus par indentation instrumentée à l'aide des indenteurs Vickers HP_V et Knoop HP_K , en considérant l'aire projetée de l'empreinte résiduelle.

Matériaux	HP_V (GPa)	HP_K (GPa)	Différence
A66	2,8±0,1	2,6±0,3	-7,1%
A75	7,7±0,3	8,3±0,5	7,8%
A83	12,1±0,9	13±0,8	6,9%
A87	13,9±0,9	14,6±2	4,8%
A94	21,8±1,1	23,3±1,4	6,9%
A96	22,2±1	23,4±1,7	5,1%
A99	22,3±1,2	23,5±1,8	5,1%

IV.2.2.2. Étude des propriétés mécaniques en fonction de la porosité

IV.2.2.2.1. Étude du module d'élasticité en fonction de la porosité

La figure IV.15 représente l'évolution du module d'élasticité en fonction de la fraction volumique de la porosité. L'évolution du module d'élasticité suit linéairement la porosité, comme prédit par la loi des mélanges, décrite dans le tableau I.4 :

$$E = E_0(1 - bP) \quad \text{Eq. IV.5}$$

Où E_0 est égal à 401,5 GPa, comparable au module d'élasticité d'un monocristal d'alumine (402 GPa) [136]. Alors que le coefficient b est lié à la forme des pores et est généralement aux alentours de 2 pour des pores de forme sphérique [120,132]. Dans notre cas, b est égale à 2,3. Ainsi, ce résultat confirme l'hypothèse de la forme quasi-sphérique des pores.

Nous constatons donc que le module d'élasticité croît linéairement en fonction de la densité. La moindre porosité a une influence sur la rigidité du matériau puisque la densification permet plus de cohésion entre les grains.

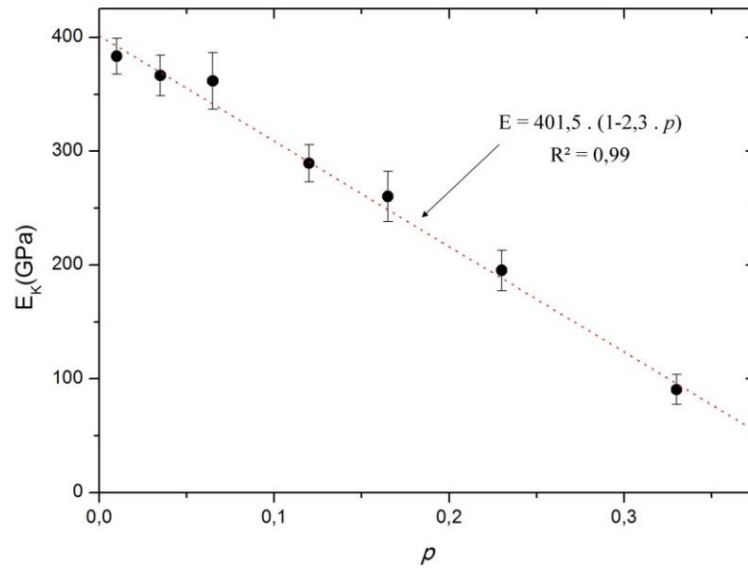


Figure IV.15. Évolution du module d'élasticité obtenu par indentation Knoop en fonction de la porosité totale.

IV.2.2.2.2. Étude de la dureté en fonction de la porosité

La figure IV.16 représente l'évolution des nombres de dureté *HP* en fonction de la fraction volumique de porosité p .

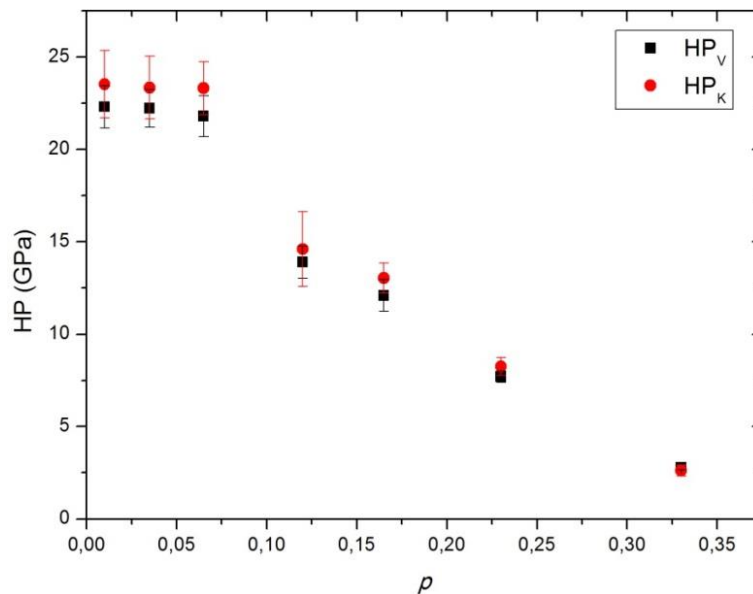


Figure IV.16. Évolution de la dureté en fonction de la porosité totale p .

On peut constater que quel que soit l'indenteur utilisé, la dureté est constante jusqu'à 6 % de porosité. Puis elle diminue linéairement au-delà de 6%. Il semble que la dureté soit liée au type de porosité (ouverte ou fermée) car cette valeur caractéristique égale à 6% correspond au taux de porosité en dessous duquel la porosité ouverte disparaît (Figure IV.5).

IV.2.2.2.3. Étude des indices de plasticité et d'élasticité en fonction de la porosité

Comme il a été montré précédemment, le rapport H/E peut être présenté comme un indice de plasticité des matériaux. De plus, il est lié au facteur γ_{nom} qui représente un indice d'élasticité, puisque ce dernier caractérise le retour élastique radial dans l'indentation Knoop. Ces deux indices sont donc intimement liés au comportement du matériau. Plus le matériau est fragile, plus le rapport H/E est grand, et en même temps il possède une plus grande capacité au retour élastique. Nous avons donc étudié l'évolution de ces indices en fonction de la porosité (Figure IV.17).

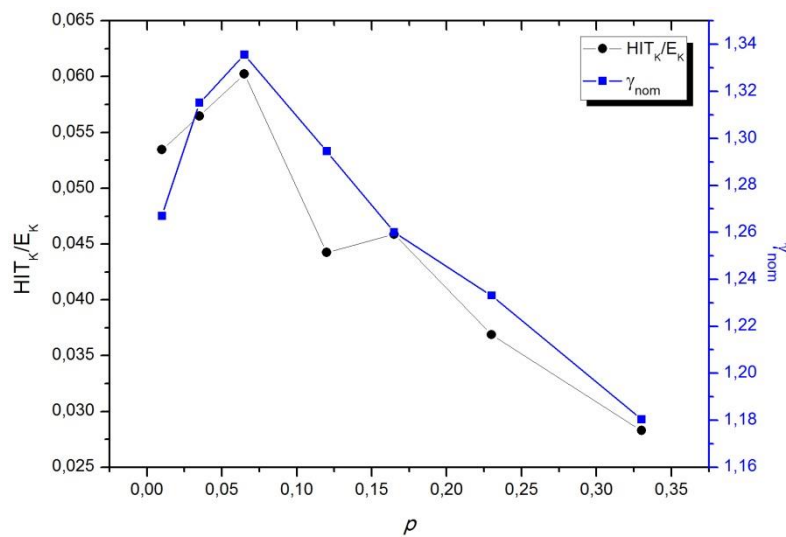


Figure IV.17. Évolution des indices d'élasticité H/E et γ_{nom} en fonction de la porosité totale p .

Nous constatons, sur la figure IV.17, que le facteur γ_{nom} et le rapport H/E évoluent de la même manière en fonction de la porosité totale p . Les deux indices augmentent de manière linéaire quand la porosité augmente pour $p < 6\%$, puis diminuent quand la porosité dépasse 6%. Il existe une valeur critique de porosité, à environ 6% de porosité, vers laquelle il semble exister un changement du mode de déformation du matériau sous l'indenteur.

Nous rappelons que pour des valeurs de porosité inférieures à 6%, l'échantillon ne contient quasiment plus de porosité ouverte (interconnectée) (Figure IV.5). La porosité du matériau est donc principalement constituée de porosité fermée. Ceci veut dire que le matériau devient de plus en plus fragile quand la fraction volumique de porosité fermée augmente, quand $p < 6\%$. En revanche, quand la porosité totale dépasse 6%, la porosité ouverte remplace la porosité fermée au fur et à mesure (Figure IV.5). À partir de 6% de porosité le matériau devient de moins en moins fragile et le mode d'endommagement de la céramique

passse du mode fragile au mode quasi-plastique où la porosité se déforme élastiquement. Des mécanismes de microfissuration apparaissent alors entre les pores interconnectés favorisés par cette interconnexion. C'est pourquoi les deux indices H/E et γ diminuent pour des porosités supérieures à 6%.

IV.3. Caractérisation de revêtements céramiques poreux

L'objectif final de ce travail est de définir une méthode de mesure du module d'élasticité et de la dureté de revêtements céramiques poreux par méthode d'indentation. Cette partie présente les travaux qui ont été réalisés sur un revêtement céramique poreux obtenu par projection thermique comme il a été décrit dans le chapitre II. Plusieurs échantillons à différentes porosités ont été élaborés mais les analyses microstructurales nous ont amenés à ne retenir qu'un seul échantillon exploitable pour réaliser nos essais. Cette partie de l'étude permet d'apporter un début de réponses à cette problématique.

IV.3.1. Présentation du revêtement étudié

La microstructure en surface et en section du revêtement étudié a été analysée par microscopie électronique à balayage. Les figures IV.18.a et IV.18.b présentent la microstructure en surface alors que les figures IV.18.c et IV.18.d représentent la section polie du revêtement.

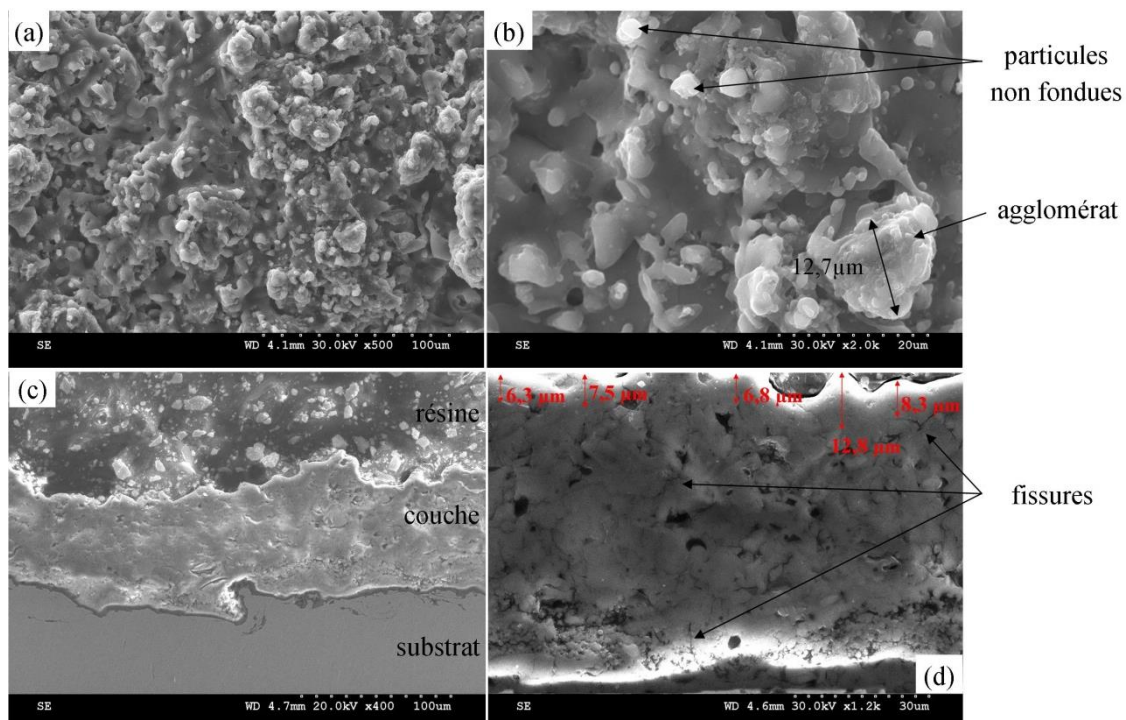


Figure IV.18. Microstructure de la couche d'alumine en surface (a et b) et en coupe (c et d).

Ces figures montrent que la couche est très poreuse et hétérogène avec des zones plus denses que d'autres et une répartition non uniforme de pores. On remarque également la présence de fissures dans toute la section du revêtement (Figure IV.18.d) mais également des agglomérats et quelques particules non fondues en surface (Figure IV.18.b). Les agglomérats observés augmentent fortement la rugosité (Figure IV.18.d). On voit également sur la figure IV.18.d que ces agglomérats correspondent à des zones plus denses en surface par rapport au cœur du revêtement. On remarque aussi sur la figure IV.18.c que l'épaisseur de la couche est très variable. L'épaisseur moyenne de la couche a été déterminée par analyse d'image à partir de cinq images obtenues à cinq endroits différents de la section du revêtement. L'épaisseur moyenne mesurée est égale à $80,2 \pm 7,7 \mu\text{m}$.

Le taux de porosité du revêtement a été évalué également par analyse d'images. Cinq analyses ont été réalisées et la valeur moyenne du taux de porosité est de 40% environ.

La topographie de la couche a été analysée par microscopie confocale (Figure IV.19). La rugosité arithmétique R_a de la surface est de $10,5 \mu\text{m}$, ce qui montre le caractère rugueux du revêtement.

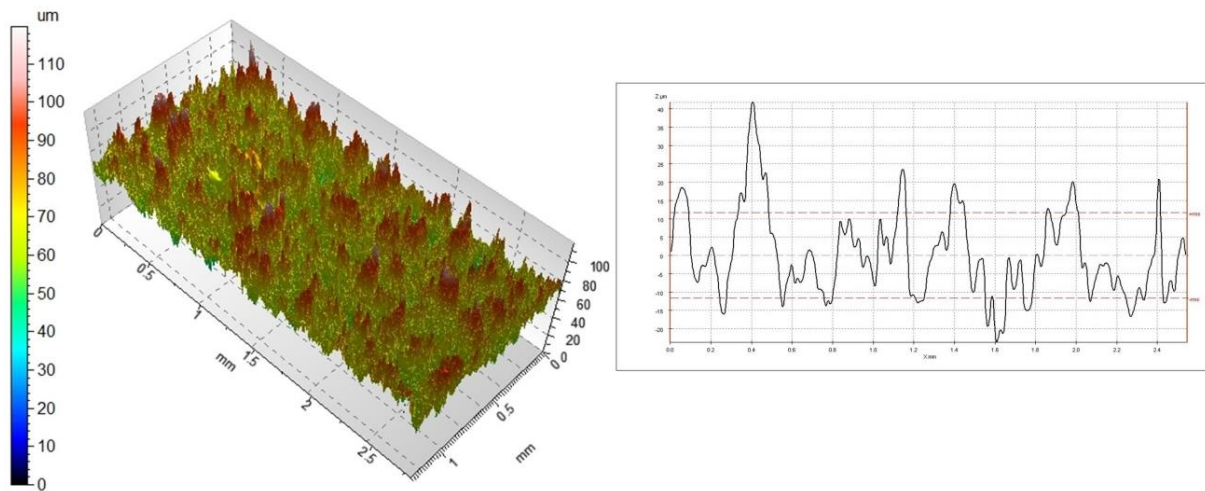


Figure IV.19. Topographie de la surface du revêtement étudié obtenue par microscopie confocale.

IV.3.2. Caractérisation mécanique du revêtement étudié par indentation instrumentée

IV.3.2.1. Méthodologie des essais

Des essais de micro-indentation instrumentée ont été réalisés en utilisant un indenteur Vickers et un indenteur Knoop dans une gamme de charges comprises entre 200 mN et 20N.

La figure IV.20 montre plusieurs courbes d'indentation Vickers (a) et Knoop (b) caractéristiques. On peut remarquer une grande variabilité des courbes avec notamment la présence de paliers, appelés *pop-in* en anglais, dus à un enfoncement brusque de l'indenteur. Ce phénomène peut être dû à l'effondrement du matériau très fragile sous l'indenteur et/ou à la présence de porosités ou à la formation de fissures sous l'indenteur. Plusieurs auteurs [135,137] ont également montré que, dans le cas des revêtements obtenus par projection thermique, ce phénomène peut être lié à l'effondrement brusque des rugosités. Ces auteurs montrent également que ce genre de courbe conduit, à l'évidence, à une grande dispersion de la dureté et du module d'élasticité.

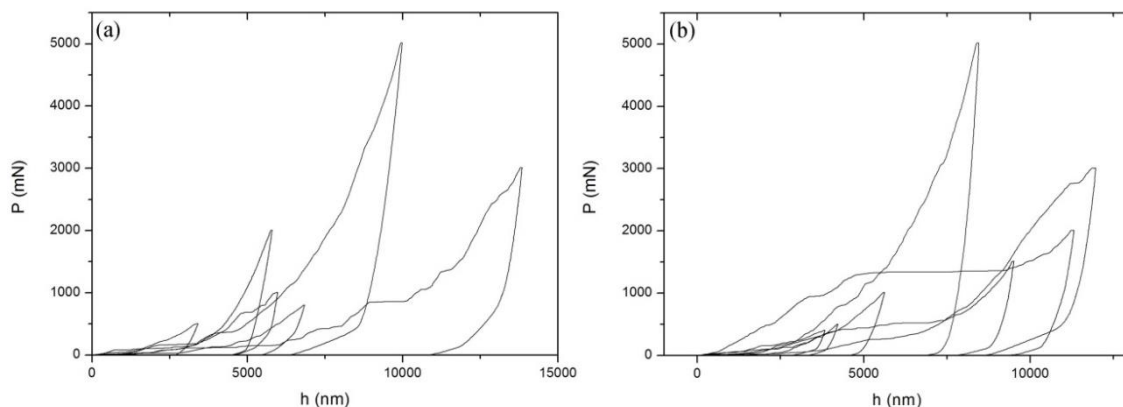


Figure IV.20. Courbes d'indentation instrumentée (a) Vickers et (b) Knoop.

Il est donc illusoire d'imaginer que l'exploitation de ces courbes d'indentation permette d'obtenir des résultats fiables et donc de comparer les résultats obtenus par les deux types d'indenteurs.

Afin de minimiser les erreurs liées à la rugosité, il apparaît évident que la solution soit le polissage de l'échantillon avant essais. Cependant, en étudiant par indentation instrumentée le même type de revêtement avec et sans polissage, Chicot *et al.* [137] ont montré que la dureté mesurée sur la surface polie est en moyenne 30% plus grande que celle mesurée quand la surface n'est pas polie. Ils ont montré également que la dispersion des résultats est du même

ordre de grandeur. Les auteurs en ont conclu que le polissage de tels revêtements ne conduit pas à une meilleure dispersion des résultats, mais modifie par contre les propriétés de la couche en comblant la porosité en surface. Par conséquent, le polissage de la surface n'a pas été réalisé sur nos échantillons.

Par contre, nous avons réalisé des essais d'indentation cycliques à charge croissante. Ce type d'essai est en effet localisé en un seul et même endroit en surface et l'augmentation progressive de la charge a pour effet de limiter l'effondrement brusque de la matière et donc les effets de *pop-in*. Ce type d'essai a été utilisé avec succès par plusieurs auteurs [138–141] pour la caractérisation de matériaux massifs et de revêtements obtenus par projection thermique.

IV.3.2.2. Application et validation de la méthodologie d'indentation cyclique

Des essais d'indentation cyclique à charge croissante (100 cycles entre 500mN et 20N) ont été réalisés en utilisant les indenteurs Vickers et Knoop à cinq endroits différents de la surface du revêtement (cinq essais pour chaque indenteur).

La figure IV.21 présente les courbes obtenues avec un indenteur Vickers (Figure IV.21.a) et un indenteur Knoop (Figure IV.21.b).

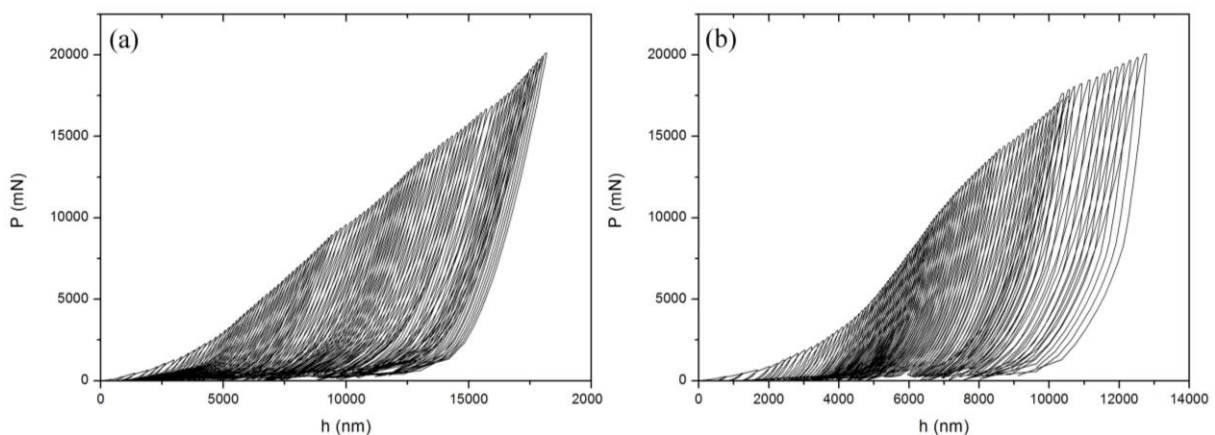


Figure IV.21. Courbes d'indentation cyclique obtenues à l'aide d'un indenteur Vickers (a) et un indenteur Knoop (b).

Nous remarquons sur cette figure que l'indentation cyclique croissante permet de limiter les phénomènes de *pop-in*, quel que soit l'indenteur utilisé.

IV.3.2.2.1. Étude du mode de déformation

Afin de déterminer le modèle le plus approprié pour déterminer la hauteur de contact (modèle d'Oliver et Pharr ou modèle de Loubet *et al.*), il est nécessaire de déterminer le mode de déformation autour de l'empreinte en analysant l'évolution du rapport h_f/h_m en fonction de la profondeur maximale h_m (Figure IV.22).

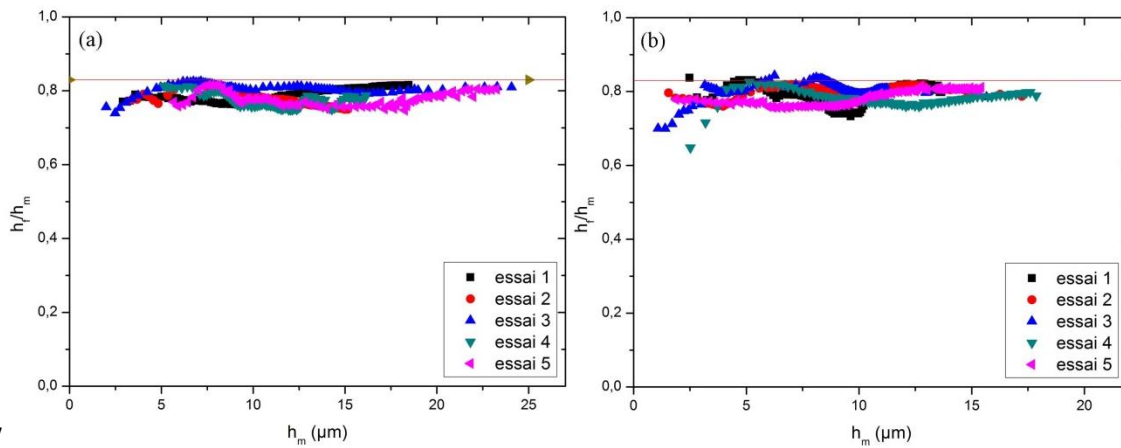


Figure IV.22. Évolution du rapport h_f/h_m en fonction de h_m en indentation cyclique Vickers (a) et Knoop (b).

La figure IV.22 montre que le rapport h_f/h_m est quasiment constant pour tous les essais réalisés et ne dépasse pas la valeur limite de 0,83, montrant que le mode de déformation est de type *sink-in*. Le modèle d'Oliver et Pharr est donc considéré dans le calcul de l'aire de contact.

IV.3.2.2.2. Étude de la complaisance

Il a été montré précédemment que les données brutes obtenues à la fin de chaque essai nécessitent la prise en considération de la complaisance de la machine et du défaut de pointe. Dans le cas des revêtements il est également nécessaire de vérifier s'il existe une influence du substrat sur la détermination de la complaisance.

La figures IV.23 et IV.24 montre l'évolution de la complaisance totale I/S en fonction de $1/\sqrt{A_c}$ obtenue pour les essais réalisés en utilisant l'indenteur Vickers et l'indenteur Knoop, respectivement. Nous remarquons que cette évolution peut être représentée par une droite pour tous les essais. Ce qui veut dire qu'il n'existe pas d'influence de substrat sur la détermination de la complaisance de l'instrument. La complaisance de l'instrument peut être donc déterminée comme dans le cas d'un matériau massif.

Le même constat a été observé par Mejias *et al.* [139] en réalisant des essais d'indentation cyclique (Berkovich) à charge croissante sur des revêtements d'hydroxyapatite déposés par projection thermique sur des substrats en acier. Łatka *et al.* [135] ont également montré par indentation instrumentée (Berkovich) de revêtements de zircon obtenus par projection thermique que ce phénomène est dû au fait que la couche possède un module d'élasticité plus faible que celui du substrat. Ceci est un comportement typique de revêtements mous sur des substrats plus durs [142].

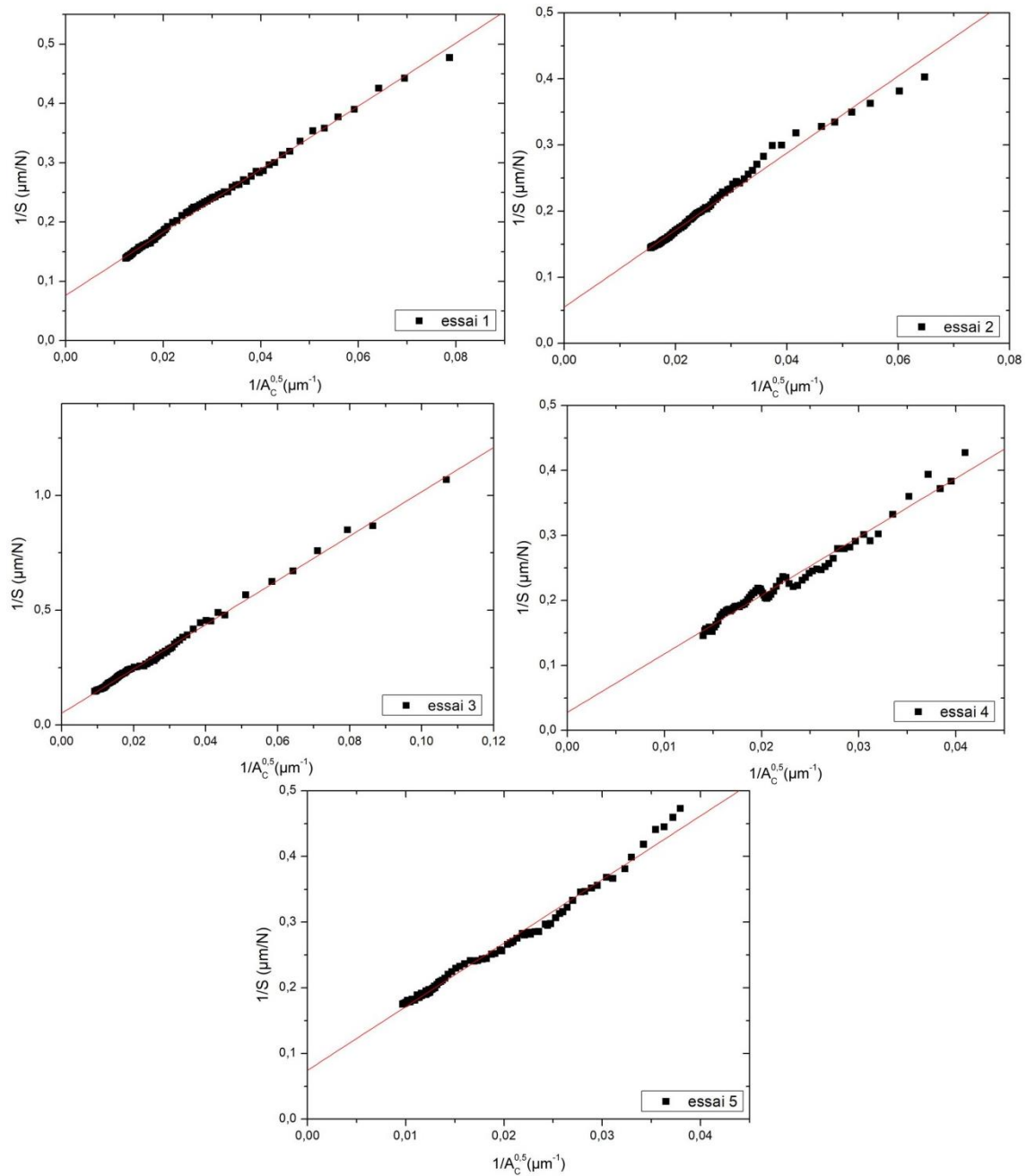


Figure IV.23. Évolution de la complaisance totale $1/S$ en fonction de $1/A_C^{0.5}$ dans le cas des essais d'indentation cyclique Vickers.

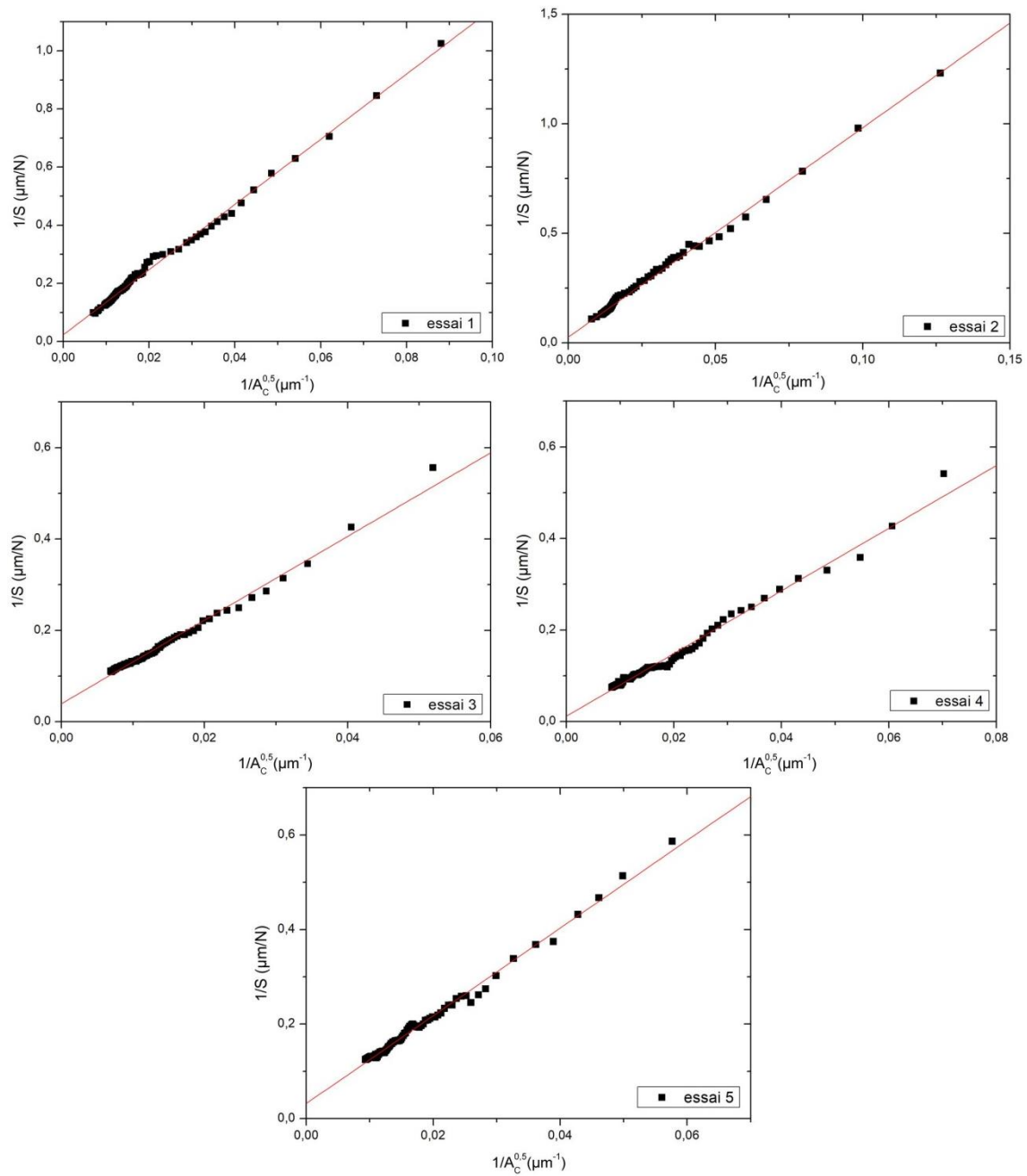


Figure IV.24. Évolution de la complaisance totale $1/S$ en fonction de $1/A_C$ dans le cas des essais d'indentation cyclique Knoop.

Le tableau IV.8 présente les valeurs de la complaisance de l'instrument calculées pour tous les essais réalisés. Comme dans le cas des matériaux denses et poreux étudiés précédemment, on peut noter que la valeur de C_f est différente d'un essai à l'autre, et d'un indenteur à l'autre.

Tableau IV.8. Valeurs de complaisance de l'instrument C_f obtenues avec les deux types d'indenteurs.

Essai	$C_f (\mu\text{m}/\text{N})$ Vickers	$C_f (\mu\text{m}/\text{N})$ Knoop
N°1	0,076 $\pm$ 0,001	0,023 $\pm$ 0,002
N°2	0,055 $\pm$ 0,002	0,027 $\pm$ 0,001
N°3	0,051 $\pm$ 0,002	0,039 $\pm$ 0,001
N°4	0,028 $\pm$ 0,004	0,012 $\pm$ 0,001
N°5	0,074 $\pm$ 0,002	0,032 $\pm$ 0,001

IV.3.2.2.3. Calcul du module d'élasticité

Pour le calcul du module d'élasticité le coefficient de Poisson a été pris égal à 0,19 comme celui mesuré sur l'échantillon A66 ayant le taux de porosité le plus élevé afin de se rapprocher au plus près du vrai coefficient de Poisson de l'alumine poreuse. Le facteur de correction γ en indentation Vickers est donc égal à 1,091 (selon Eq. I.11). Dans le cas de l'indentation Knoop, le coefficient γ_{nom} est estimé par la relation IV.3. Ceci donne un coefficient de correction γ_{nom} moyen pour les cinq essais égal à 1,16 $\pm$ 0,01.

Comme on a considéré qu'il n'y a pas d'influence du substrat sur la complaisance, le module d'élasticité peut être déterminé à partir de la pente de la droite de régression linéaire montrée sur les figures IV.23 et IV.24. Cependant, nous remarquons parfois une rupture de la pente que ce soit en indentation Vickers ou en indentation Knoop, par exemple l'essai 2 en indentation Vickers et l'essai 1 en indentation Knoop, à environ 6 μm de profondeur. Cette rupture de pente induit systématiquement une diminution de la valeur du module. La figure IV.25 montre l'évolution du module d'élasticité obtenu pour ces deux essais.

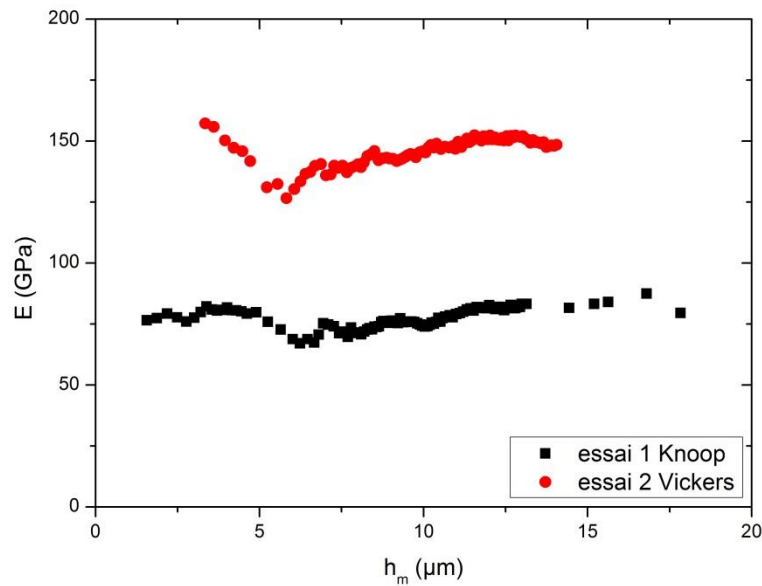


Figure IV.25. Évolution du module d'élasticité obtenu par indentation cyclique Vickers (a) et Knoop (b) en fonction de la profondeur d'indentation h_m .

Nous remarquons sur la figure IV.25 qu'il existe une diminution du module d'élasticité à environ $6 \mu m$ pour les deux cas pour se stabiliser à une valeur d'environ 120 GPa pour l'essai Vickers et 75 GPa pour l'essai Knoop. La rupture de la pente observée ne représente pas donc une influence du substrat qui possède un module d'élasticité plus grand (200 GPa). Cette rupture étant observée approximativement à la même profondeur de pénétration de $6 \mu m$ est apparemment due à la rugosité du revêtement ($R_a=10\mu m$) vu que la rugosité se caractérise par des agglomérats plus denses que le cœur du revêtement (Figures IV.18.b et IV.18.d). C'est sans doute pourquoi le module est plus grand avant $6 \mu m$ de profondeur pour les deux essais présentés.

Le module peut donc augmenter parfois si l'indenteur rencontre une zone plus dense ou diminuer s'il rencontre des pores ou des fissures (Figure IV.18.d), ou même s'il fissure le matériau, mais la valeur moyenne peut donc être déterminée à partir de la pente de la droite $1/S = f(1/\sqrt{A_C})$ (Figures IV.23 et IV.24) puisque nous ne remarquons pas d'influence du substrat dans la gamme de profondeur obtenue.

Le tableau IV.9 présente les valeurs moyennes des modules d'élasticité obtenues pour chaque essai en utilisant l'indenteur Vickers $E_{Vickers}$ et Knoop E_{Knoop} .

Tableau IV.9. Modules d'élasticité obtenus par indentation cyclique Vickers et Knoop.

Essai	$E_{Vickers}$ (GPa)	E_{Knoop} (GPa)
N°1	159,3 ±5,8	77,9 ±4,1
N°2	142,5 ±5,5	90 ±4,3
N°3	81,8 ±3,6	80,2 ±4,5
N°4	88 ±4,5	110 ±7,2
N°5	82,1 ±3,3	81,7 ±3,2
Moyenne	110,7 ±37,2	88 ±13,2

On peut remarquer que les valeurs obtenues sont très variables que ce soit en indentation Vickers ou Knoop. Elles sont très liées à l'hétérogénéité du revêtement. La dispersion des résultats est plus importante pour les essais par indentation Vickers. Cette dispersion atteint 34% en indentation Vickers contre 15% en indentation Knoop. Ceci peut être dû à la grande rugosité du revêtement. L'indenteur Knoop sollicite une surface maximale projetée environ 20% plus grande que celle obtenue à l'aide d'un indenteur Vickers, à la même charge. Il intègre donc plus d'agglomérats en surface et de porosité du revêtement ce qui a pour effet de moyennner un peu plus les mesures.

La figure IV.26 permet de comparer les mesures de modules d'élasticité obtenues avec les deux indenteurs.

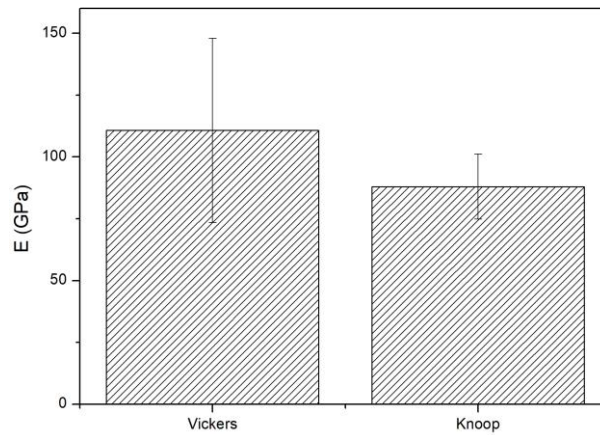


Figure IV.26. Comparaison entre les modules d'élasticité obtenus par indentation Vickers et Knoop.

La moyenne et l'intervalle correspondant à l'écart type des mesures par l'indenteur Knoop se situent à l'intérieur de l'écart type des mesures par l'indenteur Vickers. Les mesures obtenues par l'indenteur Knoop sont par ailleurs comparables aux mesures obtenues sur l'échantillon massif d'alumine à un taux de porosité comparable. En effet nous avons obtenu sur l'échantillon A66 à 35% de porosité un module d'élasticité de 90 GPa.

IV.3.2.2.4. Calcul de dureté

En vue de déterminer la dureté du revêtement et afin de comparer la dureté obtenue par les deux types d'indenteurs nous avons calculé la dureté *HP* qui considère l'aire résiduelle projetée selon l'équation IV.4. La figure IV.27 montre l'évolution de *HP* en fonction de la profondeur atteinte h_m pour les 5 essais réalisés à l'aide de l'indenteur Vickers (Figure IV.27.a) et de l'indenteur Knoop (Figure IV.27.b).

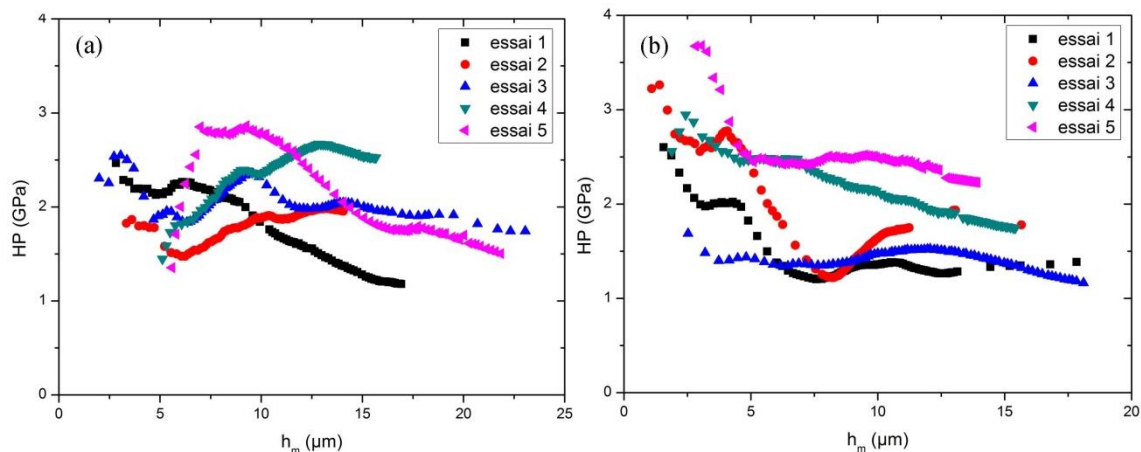


Figure IV.27. Variation de la dureté *HP* en fonction de la profondeur maximale h_m en indentation cyclique Vickers (a) et Knoop (b).

On remarque sur cette figure qu'il existe une grande variabilité de la dureté que ce soit en indentation Knoop ou Vickers, particulièrement pour des profondeurs de pénétration inférieures à 10 μm environ, ce qui est du même ordre de grandeur que la rugosité *Ra* de la surface. Il semblerait donc que la rugosité en surface de la couche influence significativement les valeurs de duretés obtenues par les deux indenteurs. La dispersion des résultats peut aussi être influencée par le fait que l'indenteur rencontre une porosité en surface de la couche ou durant son enfoncement. Quand la porosité est en surface, la dureté en surface sera très faible comme le cas de l'essai n°4 en indentation Vickers. Quand l'indenteur rencontre une porosité ou une fissure durant son enfoncement, la dureté diminue considérablement, comme le cas de l'essai 5 en indentation Vickers et l'essai 2 en indentation Knoop. En même temps, le chargement cyclique, au même endroit, engendre une densification de la matière sous l'indenteur puisque le matériau se comporte de manière quasi-plastique. Par conséquent, une augmentation de la dureté peut être visible à un certain moment sur le profil de dureté comme pour l'essai 4 en indentation Vickers et l'essai 2 en indentation Knoop.

Il est important à noter que, d'une manière générale, la dureté obtenue avec les deux types d'indenteurs diminue quand la profondeur de pénétration augmente, ce qui peut être

associé à un phénomène d'*ISE* très complexe. Cependant, ce phénomène d'*ISE* ne semble pas être lié à l'influence du substrat puisque celui-ci a une dureté d'environ 2 GPa, plus grande que les valeurs mesurées dans certains cas. La même dispersion de profil de dureté de revêtements obtenus par projection thermique a été trouvée par plusieurs auteurs [137,138,140]. Les auteurs attribuent la grande dispersion à l'hétérogénéité et la rugosité des revêtements obtenus par projection thermique.

C'est pourquoi, une valeur de dureté intrinsèque au revêtement ne peut pas être obtenue, même en appliquant les modèles d'*ISE* développés jusqu'à aujourd'hui, puisque cette dureté varie au fur et à mesure de la pénétration de l'indenteur (déformation de rugosités, compaction du matériau).

Cependant, nous avons calculé les valeurs moyennes obtenus à partir des cinq essais réalisés avec chaque indenteur (Figure IV.28).

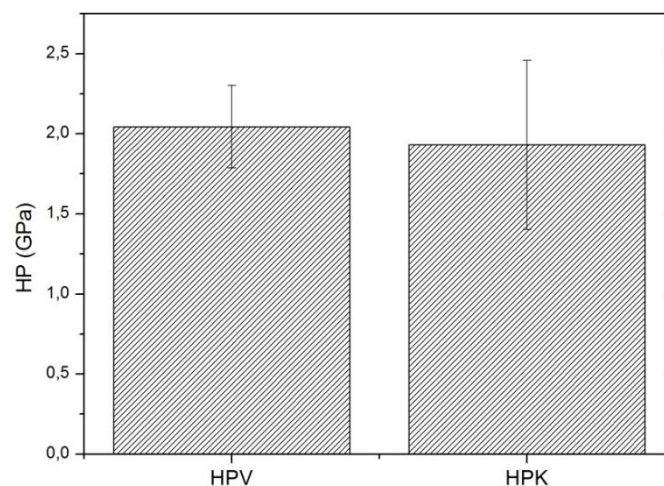


Figure IV.28. Comparaison entre les plages de dureté obtenues à l'aide des indenteurs Vickers et Knoop.

Nous pouvons constater sur la figure IV.28 que les valeurs moyennes obtenues par les deux types d'indenteurs sont comparables et de l'ordre de 2 GPa. Il est important à noter que, bien que la valeur de 2 GPa soit proche de la dureté du substrat, il n'existe pas d'influence significative du substrat dans les deux cas, puisque la valeur de dureté mesurée peut descendre au-dessous de 2 GPa sur le profil obtenu sur la figure IV.27. Ceci reste une comparaison statistique entre les mesures obtenues par les deux types d'indenteurs.

Récemment, Chicot *et al.* [137] ont montré également de grandes variations de dureté pour un revêtement de zircone obtenue par projection thermique. Ils ont proposé de déterminer dans ce cas des duretés moyennes à différents intervalles de profondeur. Nous

proposons ici de comparer la dureté moyenne au-delà d'une profondeur de pénétration de 10 μm , c'est à dire au-delà de la rugosité R_a du revêtement (Figure IV.29).

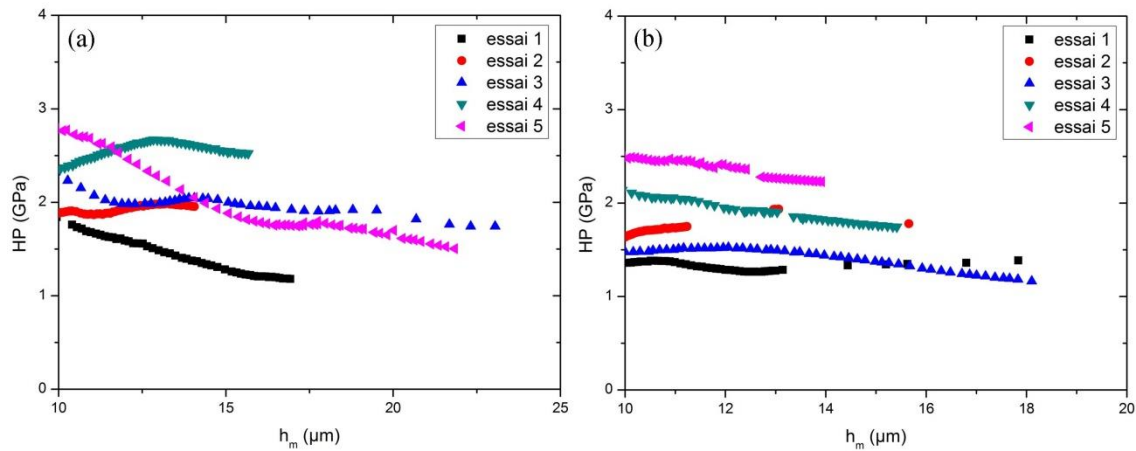


Figure IV.29. Variation de la dureté HP au-delà de 10 μm de profondeur en indentation cyclique Vickers (a) et Knoop (b).

Nous constatons sur la figure IV.29 qu'à partir de 10 μm le profil de dureté varie de manière beaucoup plus régulière, que ce soit en indentation Knoop ou en indentation Vickers et dans la même plage entre 1 GPa et 3 GPa. Ceci veut dire que la macro-indentation pourrait être plus appropriée que la micro-indentation pour la caractérisation de ce genre de revêtement poreux. En outre, la dureté obtenue à l'aide de l'indenteur Knoop varie moins que celle obtenue avec l'indenteur Vickers.

Le tableau IV.10 présente les valeurs moyennes calculées à partir des 5 essais sur l'ensemble des résultats au-delà de 10 μm de profondeur.

Tableau IV.10. Duretés moyennes calculées au-delà de 10 μm de profondeur.

Essai	HP_V (GPa)	HP_K (GPa)
N°1	1,43 $\pm$ 0,20	1,32 $\pm$ 0,05
N°2	1,93 $\pm$ 0,04	1,73 $\pm$ 0,07
N°3	2 $\pm$ 0,12	1,41 $\pm$ 0,12
N°4	2,6 $\pm$ 0,12	1,90 $\pm$ 0,11
N°5	1,96 $\pm$ 0,60	2,37 $\pm$ 0,09
Moyenne	1,98 $\pm$ 0,41	1,75 $\pm$ 0,42

Le tableau IV.10 montre que les duretés moyennes obtenues avec les deux types d'indenteur sont comparables. Nous remarquons aussi que l'écart type de mesure est quasi identique. Il semble au vu de ce résultat, qu'un niveau de chargement plus élevé, typiquement celui rencontré en macro-indentation, soit plus préférable, en vue d'avoir des profondeurs de

pénétrations supérieures à la rugosité de surface. Le même constat a été rapporté par plusieurs auteurs [143–146] pour la caractérisation de surfaces rugueuses et de matériaux hétérogènes. Ces auteurs [143–146] ont montré qu'une étude se basant sur des analyses statistiques pourrait donner une valeur de macro-dureté intrinsèque à ce type de matériaux.

IV.4. Conclusion

Dans cette partie, nous avons montré que l'indentation instrumentée à l'aide d'un indenteur Knoop peut fournir des mesures fiables et comparables à celle obtenue à l'aide d'un indenteur Vickers, pour des matériaux céramiques poreux sous forme massive et sous forme de revêtement. Il a également été montré, que la déformation des matériaux céramiques poreux sous l'indenteur Knoop dépend de la fraction volumique de porosité et de la nature de la porosité, ouverte et/ou fermée.

À partir des essais réalisés sur le revêtement d'alumine étudié, nous avons montré qu'il est préférable de réaliser des essais d'indentation cyclique pour la caractérisation de matériaux poreux/hétérogènes et ayant des surfaces rugueuses. Comparativement à l'indenteur Vickers, l'indenteur Knoop semble être plus approprié pour caractériser des surfaces rugueuses, en particulier les revêtements élaborés par projection thermique car il permet d'obtenir une mesure du module d'élasticité plus représentative de la moyenne et plus homogène. La dispersion des mesures du module d'élasticité par indentation Knoop est égale à environ la moitié de celle obtenue par indentation Vickers (33% en indentation Vickers contre 15% en indentation Knoop).

L'indentation cyclique est susceptible d'introduire une densification du matériau au cours de l'essai ce qui modifie la mesure de dureté. En plus, la dureté semble dépendre de l'endroit d'indentation. Par conséquent, nous ne pouvons pas déterminer une valeur de dureté intrinsèque au revêtement. En dehors de ces difficultés liées à la densification sous l'indenteur, nous avons montré que la méthodologie développée à partir des essais sur les céramiques denses, permet d'avoir une plage de mesure comparable pour les deux indenteurs. Nous avons également constaté qu'il est préférable de travailler en macro-indentation plutôt qu'en micro-indentation en vue d'avoir des profondeurs de pénétration supérieures à la hauteur moyenne de la rugosité.

Conclusion générale

L'indentation instrumentée a été utilisée depuis plus d'un siècle pour la caractérisation de différents types de matériaux, que ce soit sous forme de massif ou de revêtement. Cependant, la caractérisation des matériaux avec ce type d'essai reste un sujet de discussion, en particulier en ce qui concerne la caractérisation des matériaux hétérogènes ou poreux. Bien que des avancées aient été faites dans la prise en compte des paramètres intrinsèques à l'essai, comme le défaut de pointe ou la complaisance de l'instrument, il reste encore des questions concernant d'autres paramètres intrinsèques tels que l'effet de la forme de l'indenteur et d'autres paramètres extrinsèques à l'essai, comme la représentativité de la mesure effectuée, la fissuration, la modification du matériau au cours de l'essai, et l'influence des propriétés du substrat sur la mesure de celles du dépôt.

L'objectif fixé au début de ce travail consistait à développer une méthodologie d'analyse de l'essai d'indentation instrumentée en utilisant l'indenteur Knoop, en vue de pouvoir évaluer les propriétés mécaniques des matériaux fragiles, en particulier poreux, tout en gardant l'aspect non-destructif de l'essai, c'est-à-dire en évitant la fissuration ou la modification du matériau au cours de l'essai. En effet, l'indenteur Knoop permet de solliciter de plus faibles profondeurs de pénétration et de plus grandes surfaces du matériau.

L'étude a porté sur deux axes principaux, le premier était l'étude de l'effet de l'indenteur sur la mesure des propriétés mécaniques en vue de développer une méthodologie d'analyse de l'essai d'indentation instrumentée en utilisant un indenteur Knoop. Pour cela, cinq matériaux fragiles, denses et homogènes, couvrant une large gamme de propriétés mécaniques ont été étudiés afin de comparer les résultats obtenus à l'aide des indenteurs Knoop et Vickers. Nous avons montré, en premier lieu, que l'indenteur Knoop permet de solliciter une surface maximale projetée environ 20% plus grande que celle sollicitée par un indenteur Vickers tout en s'enfonçant 30% de moins que l'indenteur Vickers, à charge équivalente. Ceci permet de solliciter une surface plus représentative d'une microstructure hétérogène tout en limitant l'enfoncement vers le substrat ainsi que la fissuration. Nous avons également montré que la complaisance de l'instrument ne dépend pas du modèle considéré pour son calcul mais surtout de la prise en compte du défaut de pointe. Nous mettons en évidence l'importance de la prise en considération du défaut de pointe et de la complaisance de l'instrument avant toute analyse des données de l'essai. Cette étude a également montré que l'utilisation de l'indenteur Knoop nécessitait une correction pour prendre en considération le retour élastique engendré sur les

faces de l’empreinte Knoop, correction différente de celle appliquée aux autres indenteurs. Une analyse microscopique des empreintes d’indentation Knoop a montré que le retour élastique engendré sur les faces de l’empreinte Knoop est lié bien évidemment aux propriétés élastiques du matériau mais notamment au rapport H/E . Un matériau ayant un plus grand rapport H/E présente un retour élastique radial plus important. Nous avons donc proposé une méthode empirique se basant sur les données obtenues par l’essai d’indentation instrumentée et permettant de prendre en considération le retour élastique radial engendré après le retrait de l’indenteur Knoop. La méthode proposée a permis d’avoir des mesures de module d’élasticité tout à fait comparables quel que soit l’indenteur utilisé.

Nous avons également montré que le nombre de dureté mesuré en indentation instrumentée et conventionnelle dépend de la définition du terme « dureté ». La dureté est une propriété intrinsèque du matériau qui devrait dépendre ni de la charge d’indentation ni du type d’indenteur pyramidal utilisé, contrairement à ce qui peut souvent être rapporté. C’est en effet ce que nous obtenons. L’indenteur Knoop fournit des valeurs comparables à celles obtenues avec un indenteur Vickers aussi bien en indentation instrumentée que conventionnelle, si l’aire réellement déformée plastiquement après dégagement de l’indenteur est considérée dans le calcul de la dureté. Une révision de la relation de Marshall *et al.* [94] a été de ce fait proposée afin de déterminer le module élastique par indentation conventionnelle, en utilisant uniquement l’essai d’indentation Knoop au lieu des deux essais d’indentation Vickers et Knoop.

Le deuxième axe de ce travail concerne, d’une part la vérification de la correction apportée à la méthodologie d’analyse de l’essai d’indentation instrumentée Knoop pour des matériaux fragiles hétérogènes, en particulier des matériaux céramiques poreux sous forme massive et sous forme de revêtement, et, d’autre part, l’étude du comportement de ces matériaux sous indentation Knoop.

Dans cette partie, nous avons montré, dans le cas des matériaux céramiques massifs (alumine) à différents taux de porosité, que la méthode proposée pour corriger les données issues de l’essai d’indentation instrumentée en utilisant un indenteur Knoop peut fournir des mesures fiables et comparables à celles obtenues à l’aide d’un indenteur Vickers. La méthode a aussi permis d’avoir des mesures de module d’élasticité comparables à celles effectuées par ultrasons et dont les valeurs suivent les relations établies pour modéliser l’évolution des propriétés mécaniques en fonction de la densité des matériaux.

En outre, une compréhension phénoménologique du comportement des matériaux poreux a été apportée. Il a été montré que le mode de déformation des matériaux céramiques (fragile/quasi-plastique) sous l'indenteur ne dépend pas seulement de la densité du matériau mais aussi de la nature de la porosité (ouverte et/ou fermée) présente dans le matériau. Il a été mis en évidence qu'il existe une transition fragile/quasi-plastique quand le matériau contient plus de porosités interconnectées que de porosités fermées.

Par ailleurs, en analysant un revêtement poreux en alumine, obtenu par projection thermique sur un substrat en acier, nous avons montré que l'indentation cyclique à charge croissante est une méthode préférable pour la caractérisation de ce type de matériaux. Dans le cas du revêtement étudié, l'indentation cyclique à charge croissante nous a permis de limiter l'effet de la rugosité et l'hétérogénéité du dépôt en surface. En outre, aucune influence du substrat sur la détermination du module d'élasticité n'a été observée, que ce soit en utilisant un indenteur Vickers ou Knoop. La méthodologie proposée pour l'analyse de l'essai d'indentation instrumentée Knoop a permis d'avoir des mesures de module d'élasticité comparables à celles obtenues à l'aide de l'indenteur Vickers. En outre, il a été mis en évidence que l'indenteur Knoop permet d'avoir une mesure de module d'élasticité beaucoup moins dispersée que celle obtenue par indentation Vickers, environ la moitié de la dispersion. Ceci est dû au fait que l'utilisation d'un indenteur Knoop affecte une surface maximale projetée environ 20% plus grande que celle sollicitée par un indenteur Vickers. De plus, le module d'élasticité mesuré à l'aide de l'indenteur Knoop est très proche de celui de l'alumine massive ayant un taux de porosité comparable. Ce type d'indenteur permet de fournir une mesure plus représentative dans le cas de microstructures hétérogènes, en particulier poreuses, et dans le cas des surfaces rugueuses, tels que les revêtements projetés thermiquement.

En revanche, ce type d'essai introduit une densification des matériaux poreux au cours de l'essai, qui rajoute une complexité au phénomène d'*ISE* souvent rencontré dans la caractérisation de ce genre de matériaux. L'estimation de la dureté intrinsèque devient donc plus complexe et les modèles existants pour l'analyse d'*ISE* ne permettent pas encore de décrire ce genre de comportement. La méthode d'estimation de la dureté dans ce cas reste donc toujours un sujet de discussion [137]. Cependant, nous avons montré que la méthodologie proposée pour la comparaison de duretés obtenues avec les deux types d'indenteurs permet d'avoir une plage de mesures comparables. Nous avons également constaté qu'il est préférable d'utiliser des niveaux de chargement plus élevés, typiquement ceux rencontrés en macro-indentation, en vue d'avoir des profondeurs de pénétrations

supérieures à la rugosité de surface. L'utilisation des niveaux de charges en macro-indentation ouvre aussi la voie à des futures études comparatives de l'influence du substrat en indentations Vickers et Knoop.

Une analyse de la dureté dite « dynamique », c'est à dire une dureté calculée en tout point de la courbe de chargement en indentation instrumentée à charges discrètes devrait être une piste intéressante afin d'étudier la dureté de ce type de matériaux. Cela permettrait d'estimer une taille d'empreinte à partir de laquelle la dureté devient constante, permettant de s'affranchir d'un effet d'échelle de mesure. En outre, une analyse basée sur le travail d'indentation calculé à partir de l'aire sous la courbe d'indentation, pourrait aussi être une piste à approfondir pour l'étude de ce type de matériaux. En effet, cette analyse se basant sur le travail d'indentation exercée par l'indenteur pendant son enfoncement dans le matériau permettrait de s'affranchir de l'effet des paliers rencontrés sur les courbes de chargement (*pop-in*). Par ailleurs, une étude se basant sur des analyses statistiques pourrait permettre de déterminer une valeur de macro-dureté intrinsèque au revêtement.

Il serait également intéressant d'analyser un autre type de revêtement dur mais moins épais, ce qui pourrait permettre de vérifier la méthodologie proposée dans ce travail pour l'indentation instrumentée Knoop quand l'influence du substrat est notable. En outre, dans le cas des matériaux poreux et/ou hétérogènes une étude statistique de type Weibull comparative lorsqu'on utilise un indenteur Vickers et un indenteur Knoop devrait apporter d'autres points de comparaison pertinents et donc des réponses quant à l'utilisation de l'un ou l'autre de ces deux indenteurs.

Enfin, l'analyse sur des matériaux à porosité contrôlée pourrait permettre d'approfondir la relation entre le taux de porosité et sa nature sur le comportement élastoplastique de ce type de matériaux.

Ces travaux pourraient également être complétés en étudiant des matériaux hétérogènes ayant plusieurs constituants et pour lesquels la nanoindentation ne peut fournir que des informations locales ou une idée statistique du comportement global de ces matériaux.

Finalement, la méthode proposée dans ce travail pour exploiter les données issues de l'indentation instrumentée Knoop n'a été vérifiée que pour des matériaux fragiles ayant un rapport $H/E > 0,025$, qui ne présentent pas de bourrelet au moment de l'indentation. Nous conseillons donc de l'utiliser avec précaution pour des matériaux ductiles. Il reste donc à

vérifier cette méthodologie dans le cas des matériaux ductiles qui présentent un bourrelet, comme des matériaux métalliques.

Annexe 1

Dépendance du rapport h_e/h_m de la charge P :

Nous savons que :

$$\frac{h_e}{h_m} = \frac{2P}{Sh_m}$$

et que :

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_m} = \frac{2\beta\gamma}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c}$$

Nous obtenons :

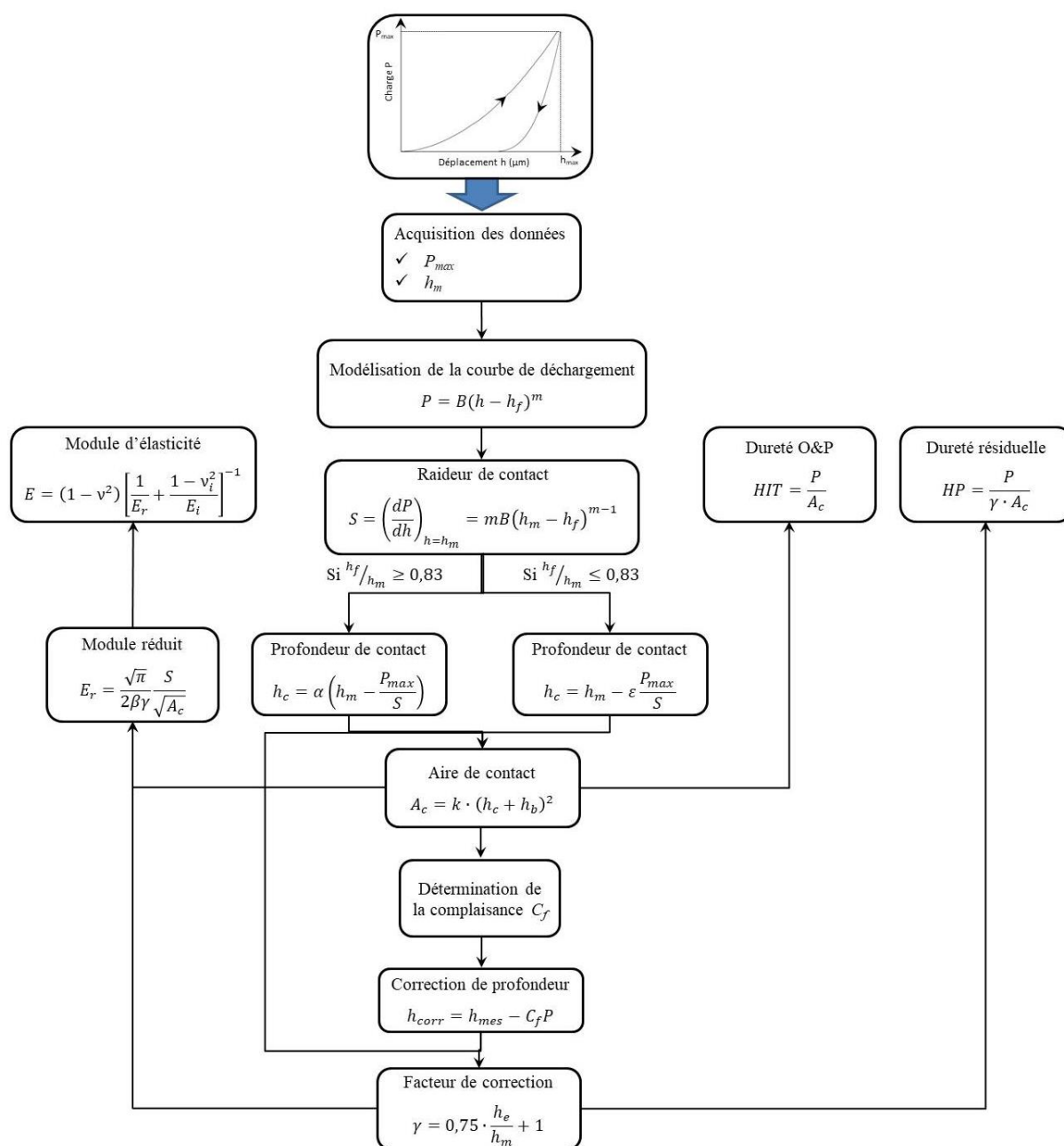
$$\begin{aligned} \rightarrow \frac{1}{S} &= \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta\gamma} \frac{1}{E_r} \frac{1}{\sqrt{A_c}} \\ \rightarrow \frac{2P}{Sh_m} &= \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta\gamma} \frac{1}{E_r} \frac{1}{\sqrt{A_c}} \frac{2P}{h_m} \\ \rightarrow \left(\frac{2P}{Sh_m} \right)^2 &= \left(\frac{\sqrt{\pi}}{\beta\gamma} \right)^2 \frac{1}{E_r^2} \frac{1}{A_c} \frac{P^2}{h_m^2} \\ \rightarrow \left(\frac{2P}{Sh_m} \right)^2 &= \left(\frac{\sqrt{\pi}}{\beta\gamma} \right)^2 \frac{1}{E_r^2} \frac{P}{A_c} \frac{P}{h_m^2} \\ \rightarrow \left(\frac{2P}{Sh_m} \right)^2 &= \left(\frac{\sqrt{\pi}}{\beta\gamma} \right)^2 \frac{1}{E_r^2} \cdot HIT \cdot \frac{H_M}{k} \\ \rightarrow \frac{2P}{Sh_m} &= \frac{\sqrt{\pi}}{\beta\gamma} \cdot \frac{1}{E_r} \sqrt{\frac{HIT \cdot H_M}{k}} \end{aligned}$$

où $k = 26,43$ pour l'indenteur Vickers et $72,36$ pour l'indenteur Knoop.

La dépendance du rapport $\frac{2P}{Sh_m}$ à la charge P , dépend donc des propriétés E_r , HIT et H_M qui représentent des propriétés intrinsèques aux matériaux. S'il n'y a pas d'*ISE* (variation de la dureté en fonction de la charge), donc le rapport h_e/h_m est indépendant de la charge d'indentation.

Annexe 2

Méthodologie d'analyse d'un essai d'indentation instrumentée à l'aide d'un indenteur Knoop :



Synoptique d'analyse des résultats d'indentation instrumentée en utilisant un indenteur Knoop.

Références bibliographiques

- [1] G. Fantozzi, S. Le Gallet and J.-C. Niepce, *Science et technologies céramiques*, EDP Sciences, Les Ulis, 2009.
- [2] L. Pawłowski, *The science and engineering of thermal spray coatings*, 2nd edition, Chichester: Wiley, 2008.
- [3] F. Vargas, *Thèse de doctorat : Élaboration de couches céramiques épaisses à structures micrométriques et nanométriques par projections thermiques pour des applications tribologiques*, Université de Limoges. Faculté des sciences et techniques, 2010.
- [4] M.F. Ashby, *Choix des matériaux en conception mécanique*, Dunod, Paris, 2004.
- [5] A.C. Fischer-Cripps and B.R. Lawn, *Stress Analysis of Contact Deformation in Quasi-Plastic Ceramics*, J. Am. Ceram. Soc. 79 (2005), pp. 2609–2618.
- [6] D. Tabor, *A Simple Theory of Static and Dynamic Hardness*, Proc. R. Soc. Math. Phys. Eng. Sci. 192 (1948), pp. 247–274.
- [7] I.M. Hutchings, *The contributions of David Tabor to the science of indentation hardness*, J. Mater. Res. 24 (2009), pp. 581–589.
- [8] 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 (1965), pp. 47–57.
- [9] K.L. Johnson, *The correlation of indentation experiments*, J. Mech. Phys. Solids 18 (1970), pp. 115–126.
- [10] A.C. Fischer-Cripps, *Nanoindentation*, Springer New York, New York, 2011.
- [11] D. Chicot, A. Tricoteaux, J. Lesage, A. Leriche, M. Descamps and E. Rguiti-Constantin, *Mechanical Properties of Porosity-Free Beta Tricalcium Phosphate (β -TCP) Ceramic by Sharp and Spherical Indentations*, New J. Glass Ceram. 03 (2013), pp. 16–28.
- [12] M. Yetna N’Jock, D. Chicot, X. Decoopman, J. Lesage, J.M. Ndjaka and A. Pertuz, *Mechanical tensile properties by spherical macroindentation using an indentation strain-hardening exponent*, Int. J. Mech. Sci. 75 (2013), pp. 257–264.
- [13] P. Clément, S. Meille, J. Chevalier and C. Olagnon, *Mechanical characterization of highly porous inorganic solids materials by instrumented micro-indentation*, Acta Mater. 61 (2013), pp. 6649–6660.
- [14] E.G. Herbert, W.C. Oliver and G.M. Pharr, *On the measurement of yield strength by spherical indentation*, Philos. Mag. 86 (2006), pp. 5521–5539.
- [15] H. Hertz, *Miscellaneous Papers*. London, Macmillan and Co., LTD, New York : Macmillan & Co., 1896.
- [16] A. Martens and E. Heyn, *Handbuch der Materialienkunde für den Maschinenbau.*, J. Springer, Berlin, 1912.

- [17] J.L. Loubet, M. Bauer, A. Tonck, S. Bec and B. Gauthier-Manuel, *Nanoindentation with a surface force apparatus*, in *Mechanical Properties and Deformation Behavior of Materials Having Ultra-Fine Microstructures*, Springer, 1993, pp. 429–447.
- [18] M.F. Doerner and W.D. Nix, *A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments*, J. Mater. Res. 1 (1986), pp. 601–609.
- [19] W.C. Oliver and G.M. Pharr, *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*, J. Mater. Res. 7 (1992), pp. 1564–1583.
- [20] Y.T. Cheng and C.M. Cheng, *Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation*, Appl. Phys. Lett. 73 (1998), pp. 614–616.
- [21] D. Chicot, M.Y. N’Jock, F. Roudet, X. Decoopman, M.H. Staia and E.S. Puchi-Cabrera, *Some improvements for determining the hardness of homogeneous materials from the work-of-indentation*, Int. J. Mech. Sci. 105 (2016), pp. 279–290.
- [22] Y.W. Bao, W. Wang and Y.C. Zhou, *Investigation of the relationship between elastic modulus and hardness based on depth-sensing indentation measurements*, Acta Mater. 52 (2004), pp. 5397–5404.
- [23] A.C. Fischer-Cripps, *A simple phenomenological approach to nanoindentation creep*, Mater. Sci. Eng. A 385 (2004), pp. 74–82.
- [24] P. Nogning Kamta, A. Mejias, F. Roudet, G. Louis, M. Touzin and D. Chicot, *Indentation creep analysis of T22 and T91 chromium based steels*, Mater. Sci. Eng. A 652 (2016), pp. 315–324.
- [25] T. Saraswati, T. Sritharan, S. Mhaisalkar, C.D. Breach and F. Wulff, *Cyclic loading as an extended nanoindentation technique*, Mater. Sci. Eng. A 423 (2006), pp. 14–18.
- [26] D. Chicot, K. Tilkin, K. Jankowski and A. Wymysłowski, *Reliability analysis of solder joints due to creep and fatigue in microelectronic packaging using microindentation technique*, Microelectron. Reliab. 53 (2013), pp. 761–766.
- [27] F. Jose, R. Ramaseshan, A.K. Balamurugan, S. Dash, A.K. Tyagi and B. Raj, *Continuous multi cycle nanoindentation studies on compositionally graded $Ti_{1-x}Al_xN$ multilayer thin films*, Mater. Sci. Eng. A 528 (2011), pp. 6438–6444.
- [28] S.R. Jian, J.Y. Juang, N.C. Chen, J.S.C. Jang, J.C. Huang and Y.-S. Lai, *Nanoindentation-Induced Structural Deformation in GaN/AlN Multilayers*, Nanosci. Nanotechnol. Lett. 2 (2010), pp. 315–321.
- [29] J. Lesage, M.H. Staia, D. Chicot, C. Godoy and P.E.V. De Miranda, *Effect of thermal treatments on adhesive properties of a NiCr thermal sprayed coating*, Thin Solid Films 377–378 (2000), pp. 681–686.
- [30] J. Thurn and R.F. Cook, *Simplified Area Function for Sharp Indenter Tips in Depth-sensing Indentation*, J. Mater. Res. 17 (2002), pp. 1143–1146.
- [31] J. Thurn, D.J. Morris and R.F. Cook, *Depth-sensing indentation at macroscopic dimensions*, J. Mater. Res. 17 (2002), pp. 2679–2690.

- [32] M. Sakai and Y. Nakano, *Elastoplastic load–depth hysteresis in pyramidal indentation*, J. Mater. Res. 17 (2002), pp. 2161–2173.
- [33] B.R. Lawn and V.R. Howes, *Elastic recovery at hardness indentations*, J. Mater. Sci. 16 (1981), pp. 2745–2752.
- [34] M. Sakai, *Energy principle of the indentation-induced inelastic surface deformation and hardness of brittle materials*, Acta Metall. Mater. 41 (1993), pp. 1751–1758.
- [35] M. Sakai, S. Shimizu and T. Ishikawa, *The Indentation Load-depth Curve of Ceramics*, J. Mater. Res. 14 (1999), pp. 1471–1484.
- [36] M. Sakai, *The Meyer hardness: A measure for plasticity?*, J. Mater. Res. 14 (1999), pp. 3630–3639.
- [37] ISO 14577:2015, *Metallic materials — instrumented indentation test for hardness and materials parameters — Part 1: Test method — Part 2: Verification and calibration of testing machines — Part 3: Calibration of reference blocks*.
- [38] J.C. Hay, A. Bolshakov and G.M. Pharr, *A critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data*, J. Mater. Res. 14 (1999), pp. 2296–2305.
- [39] R.B. King, *Elastic analysis of some punch problems for a layered medium*, Int. J. Solids Struct. 23 (1987), pp. 1657–1664.
- [40] M. Dao, N. Chollacoop, K.J. Van Vliet, T.A. Venkatesh and S. Suresh, *Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation*, Acta Mater. 49 (2001), pp. 3899–3918.
- [41] J.M. Antunes, L.F. Menezes and J.V. Fernandes, *Three-dimensional numerical simulation of Vickers indentation tests*, Int. J. Solids Struct. 43 (2006), pp. 784–806.
- [42] W.C. Oliver and G.M. Pharr, *Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology*, J. Mater. Res. 19 (2004), pp. 3–20.
- [43] S. I. Bulychiev, V. P. Alekhin, M. K. Shorshorov, A. P. Ternovskij and G. D. Shnyrev, *Determination of Young modulus by the hardness indentation diagram*, Zavod. Lab. 41 (1975), pp. 1137–1140.
- [44] J. Woïrgard, J. C. Dargenton, C. Tromas and V. Audurier, *A new technology for nanohardness measurements: principle and applications*, Surf. Coat. Technol. 100–101 (1998), pp. 103–109.
- [45] A.E. Giannakopoulos and S. Suresh, *Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation*, Scr. Mater. 40 (1999), pp. 1191–1198.
- [46] I.N. Sneddon, *Fourier Transforms*, McGraw Hill Book Company, Inc., New York, 1951.
- [47] M. Troyon and L. Huang, *Correction factor for contact area in nanoindentation measurements*, J. Mater. Res. 20 (2005), pp. 610–617.

- [48] M. Troyon and L. Huang, *Comparison of different analysis methods in nanoindentation and influence on the correction factor for contact area*, Surf. Coat. Technol. 201 (2006), pp. 1613–1619.
- [49] M. Troyon and L. Huang, *Critical Examination of the Two-slope Method in Nanoindentation*, J. Mater. Res. 20 (2005), pp. 2194–2198.
- [50] D. Chicot, F. Roudet, V. Lepingue and G. Louis, *Strain gradient plasticity to study hardness behavior of magnetite (Fe_3O_4) under multicyclic indentation*, J. Mater. Res. 24 (2009), pp. 749–759.
- [51] A.C. Fischer-Cripps, *Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data*, Surf. Coat. Technol. 200 (2006), pp. 4153–4165.
- [52] G.M. Pharr and A. Bolshakov, *Understanding nanoindentation unloading curves*, J. Mater. Res. 17 (2002), pp. 2660–2671.
- [53] M.Y. N’jock, D. Chicot, J.M. Ndjaka, J. Lesage, X. Decoopman, F. Roudet et al., *A criterion to identify sinking-in and piling-up in indentation of materials*, Int. J. Mech. Sci. 90 (2015), pp. 145–150.
- [54] J.M. Antunes, L.F. Menezes and J.V. Fernandes, *Three-dimensional numerical simulation of Vickers indentation tests*, Int. J. Solids Struct. 43 (2006), pp. 784–806.
- [55] A.E. Giannakopoulos and T. Zisis, *Analysis of Knoop indentation*, Int. J. Solids Struct. 48 (2011), pp. 175–190.
- [56] L.A. Berla, A.M. Allen, S.M. Han and W.D. Nix, *A physically based model for indenter tip shape calibration for nanoindentation*, J. Mater. Res. 25 (2010), pp. 735–745.
- [57] J. Gong, H. Miao and Z. Peng, *On the contact area for nanoindentation tests with Berkovich indenter: case study on soda-lime glass*, Mater. Lett. 58 (2004), pp. 1349–1353.
- [58] A. Krell and S. Schädlich, *Nanoindentation hardness of submicrometer alumina ceramics*, Mater. Sci. Eng. A 307 (2001), pp. 172–181.
- [59] K. Herrmann, N.M. Jennett, W. Wegener, J. Meneve, K. Hasche and R. Seemann, *Progress in determination of the area function of indenters used for nanoindentation*, Thin Solid Films 377 (2000), pp. 394–400.
- [60] A.R. Franco Jr, G. Pintaúde, A. Sinatora, C.E. Pinedo and A.P. Tschiptschin, *The use of a Vickers indenter in depth sensing indentation for measuring elastic modulus and Vickers hardness*, Mater. Res. 7 (2004), pp. 483–491.
- [61] H. Bei, E. George, J. Hay and G. Pharr, *Influence of Indenter Tip Geometry on Elastic Deformation during Nanoindentation*, Phys. Rev. Lett. 95 (2005), no. 4.
- [62] J. M. Antunes, A. Cavaleiro, L. F. Menezes, M. I. Simões, and J. V. Fernandes, “*Ultra-microhardness testing procedure with Vickers indenter*,” Surf. Coat. Technol., 149 (2002), pp. 27–35.

- [63] D. Chicot, M. Yetna N'Jock, E. S. Puchi-Cabrera, A. Iost, M. H. Staia, G. Louis, G. Bouscarrat, and R. Aumaitre, "*A contact area function for Berkovich nanoindentation: Application to hardness determination of a TiHfCN thin film*," Thin Solid Films, 558 (2014), pp. 259–266.
- [64] C. Ullner, E. Reimann, H. Kohlhoff and A. Subaric-Leitis, *Effect and measurement of the machine compliance in the macro range of instrumented indentation test*, Measurement 43 (2010), pp. 216–222.
- [65] J.B. Pethica, R. Hutchings and W.C. Oliver, *Hardness measurement at penetration depths as small as 20 nm*, Philos. Mag. A 48 (1983), pp. 593–606.
- [66] N. Gane and J.M. Cox, *The micro-hardness of metals at very low loads*, Philos. Mag. 22 (1970), pp. 0881–0891.
- [67] C. Hays and E.G. Kendall, *An analysis of Knoop microhardness*, Metallography 6 (1973), pp. 275–282.
- [68] H. Li and R.C. Bradt, *The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals*, J. Mater. Sci. 28 (1993), pp. 917–926.
- [69] Q. Ma and D.R. Clarke, *Size dependent hardness of silver single crystals*, J. Mater. Res. 10 (1995), pp. 853–863.
- [70] W.D. Nix and H. Gao, *Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity*, J. Mech. Phys. Solids 46 (1998), pp. 411–425.
- [71] M.L. Weaver, M.E. Stevenson and R.C. Bradt, *Knoop microhardness anisotropy and the indentation size effect on the (100) of single crystal NiAl*, Mater. Sci. Eng. A 345 (2003), pp. 113–117.
- [72] F.G. Yost, *On the definition of microhardness*, Metall. Trans. A 14 (1983), pp. 947–952.
- [73] D. Chicot, P. de Baets, M.H. Staia, E.S. Puchi-Cabrera, G. Louis, Y. Perez Delgado, J. Vleugels, *Influence of tip defect and indenter shape on the mechanical properties determination by indentation of a TiB₂–60%B₄C ceramic composite*, Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 38 (2013), pp. 102–110.
- [74] F. Fröhlich, P. Grau and W. Grellmann, *Performance and analysis of recording microhardness tests*, Phys. Status Solidi A 42 (1977), pp. 79–89.
- [75] J. Gong and Z. Guan, *Load dependence of low-load Knoop hardness in ceramics: a modified PSR model*, Mater. Lett. 47 (2001), pp. 140–144.
- [76] J. Gong, J. Wu and Z. Guan, *Examination of the indentation size effect in low-load Vickers hardness testing of ceramics*, J. Eur. Ceram. Soc. 19 (1999), pp. 2625–2631.
- [77] J. Gong, Z. Zhao, Z. Guan and H. Miao, *Load-dependence of Knoop hardness of Al₂O₃–TiC composites*, J. Eur. Ceram. Soc. 20 (2000), pp. 1895–1900.
- [78] A.K. Mukhopadhyay, S.K. Datta and D. Chakraborty, *On the microhardness of silicon nitride and sialon ceramics*, J. Eur. Ceram. Soc. 6 (1990), pp. 303–311.

- [79] M. Atkinson, *Further analysis of the size effect in indentation hardness tests of some metals*, J. Mater. Res. 10 (1995), pp. 2908–2915.
- [80] D. Chicot, *Hardness length-scale factor to model nano- and micro-indentation size effects*, Mater. Sci. Eng. A 499 (2009), pp. 454–461.
- [81] J. Zhang and M. Sakai, *Geometrical effect of pyramidal indenters on the elastoplastic contact behaviors of ceramics and metals*, Mater. Sci. Eng. A 381 (2004), pp. 62–70.
- [82] P. Rutkowski, L. Stobierski, D. Zientara, L. Jaworska, P. Klimczyk and M. Urbanik, *The influence of the graphene additive on mechanical properties and wear of hot-pressed Si₃N₄ matrix composites*, J. Eur. Ceram. Soc. 35 (2015), pp. 87–94.
- [83] A. Iost, *Knoop hardness of thin coatings*, Scr. Mater. 39 (1998), pp. 231–238.
- [84] B.P. Groth and A.B. Mann, *Identifying changes in residual stress using indentation on machined metallic surfaces*, Mater. Lett. 89 (2012), pp. 287–290.
- [85] C. Ullner, A. Germak, H. Le Doussal, R. Morrell, T. Reich and W. Vandermeulen, *Hardness testing on advanced technical ceramics*, J. Eur. Ceram. Soc. 21 (2001), pp. 439–451.
- [86] L. Riester, P.J. Blau, E. Lara-Curzio and K. Breder, *Nanoindentation with a Knoop indenter*, Thin Solid Films 377 (2000), pp. 635–639.
- [87] L. Min, C. Wei-Min, L. Nai-Gang and W. Ling-Dong, *A numerical study of indentation using indenters of different geometry*, J. Mater. Res. 19 (2004), pp. 73–78.
- [88] J. Gong, J. Wang and Z. Guan, *A comparison between Knoop and Vickers hardness of silicon nitride ceramics*, Mater. Lett. 56 (2002), pp. 941–944.
- [89] D. Chicot, D. Mercier, F. Roudet, K. Silva, M.H. Staia and J. Lesage, *Comparison of instrumented Knoop and Vickers hardness measurements on various soft materials and hard ceramics*, J. Eur. Ceram. Soc. 27 (2007), pp. 1905–1911.
- [90] C. Ullner, J. Beckmann and R. Morrell, *Instrumented indentation test for advanced technical ceramics*, J. Eur. Ceram. Soc. 22 (2002), pp. 1183–1189.
- [91] G. A. Gogotsi, S. N. Dub, E. E. Lomonova, and B. I. Ozersky, *Vickers and knoop indentation behaviour of cubic and partially stabilized zirconia crystals*, J. Eur. Ceram. Soc., 15 (1995), pp. 405–4013.
- [92] L. Riester, T.J. Bell and A.C. Fischer-Cripps, *Analysis of depth-sensing indentation tests with a Knoop indenter*, J. Mater. Res. 16 (2001), pp. 1660–1667.
- [93] A. Nagakubo, H. Ogi, H. Sumiya and M. Hirao, *Elasticity and hardness of nano-polycrystalline boron nitrides: The apparent Hall-Petch effect*, Appl. Phys. Lett. 105 (2014), pp. 081906.
- [94] D.B. Marshall, T. Noma and A.G. Evans, *A Simple Method for Determining Elastic-Modulus-to-Hardness Ratios using Knoop Indentation Measurements*, J. Am. Ceram. Soc. 65 (1982), pp. c175–c176.

- [95] R.S. Lima, A. Kucuk and C.C. Berndt, *Evaluation of microhardness and elastic modulus of thermally sprayed nanostructured zirconia coatings*, Surf. Coat. Technol. 135 (2001), pp. 166–172.
- [96] K.L. Johnson, *Contact Mechanics*, Cambridge University Press, Cambridge [Cambridgeshire]; New York, 1987.
- [97] J.C. Conway Jr, *Determination of hardness to elastic modulus ratios using Knoop indentation measurements and a model based on loading and reloading half-cycles*, J. Mater. Sci. 21 (1986), pp. 2525–2527.
- [98] A.G. Atkins and D. Tabor, *Plastic indentation in metals with cones*, J. Mech. Phys. Solids 13 (1965), pp. 149–164.
- [99] B.A. Latella, B.H. OConnor, N.P. Padture and B.R. Lawn, *Hertzian contact damage in porous alumina ceramics*, J. Am. Ceram. Soc. 80 (1997), pp. 1027–1031.
- [100] B.R. Lawn, *Indentation of ceramics with spheres: a century after Hertz*, J. Am. Ceram. Soc. 81 (1998), pp. 1977–1994.
- [101] A.C. Fischer-Cripps and B.R. Lawn, *Stress Analysis of Contact Deformation in Quasi-Plastic Ceramics*, J. Am. Ceram. Soc. 79 (1996), pp. 2609–2618.
- [102] Y.W. Rhee, H.W. Kim, Y. Deng and B.R. Lawn, *Brittle Fracture versus Quasi Plasticity in Ceramics: A Simple Predictive Index*, J. Am. Ceram. Soc. 84 (2001), pp. 561–565.
- [103] D. Staub, S. Meille, V. Le Corre, L. Rouleau and J. Chevalier, *Identification of a damage criterion of a highly porous alumina ceramic*, Acta Mater. 107 (2016), pp. 261–272.
- [104] G.R. Anstis, P. Chantikul, B.R. Lawn and D.B. Marshall, *A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurements*, J. Am. Ceram. Soc. 64 (1981), pp. 533–538.
- [105] S.J. Bull, *Analysis methods and size effects in the indentation fracture toughness assessment of very thin oxide coatings on glass*, Comptes Rendus Mécanique 339 (2011), pp. 518–531.
- [106] D. Chicot, G. Duarte, A. Tricoteaux, B. Jorgowski, A. Leriche and J. Lesage, *Vickers Indentation Fracture (VIF) modeling to analyze multi-cracking toughness of titania, alumina and zirconia plasma sprayed coatings*, Mater. Sci. Eng. A 527 (2009), pp. 65–76.
- [107] A.G. Evans and E.A. Charles, *Fracture Toughness Determinations by Indentation*, J. Am. Ceram. Soc. 59 (1976), pp. 371–372.
- [108] M.M. Lima, C. Godoy, P.J. Modenesi, J.C. Avelar-Batista, A. Davison and A. Matthews, *Coating fracture toughness determined by Vickers indentation: an important parameter in cavitation erosion resistance of WC–Co thermally sprayed coatings*, Surf. Coat. Technol. 177 (2004), pp. 489–496.

- [109] C.B. Ponton and R.D. Rawlings, *Vickers indentation fracture toughness test Part 2 Application and critical evaluation of standardised indentation toughness equations*, Mater. Sci. Technol. 5 (1989), pp. 961–976.
- [110] G.D. Quinn and R.C. Bradt, *On the Vickers Indentation Fracture Toughness Test*, J. Am. Ceram. Soc. 90 (2007), pp. 673–680.
- [111] P. Chantikul, G.R. Anstis, B.R. Lawn and D.B. Marshall, *A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: II, Strength Method*, J. Am. Ceram. Soc. 64 (1981), pp. 539–543.
- [112] R.F. Cook and G.M. Pharr, *Direct Observation and Analysis of Indentation Cracking in Glasses and Ceramics*, J. Am. Ceram. Soc. 73 (1990), pp. 787–817.
- [113] T. Lube, *Indentation crack profiles in silicon nitride*, J. Eur. Ceram. Soc. 21 (2001), pp. 211–218.
- [114] T. Lube and T. Fett, *A threshold stress intensity factor at the onset of stable crack extension of Knoop indentation cracks*, Eng. Fract. Mech. 71 (2004), pp. 2263–2269.
- [115] T. Rouxel, *Driving force for indentation cracking in glass: composition, pressure and temperature dependence*, Philos. Trans. R. Soc. Math. Phys. Eng. Sci. 373 (2015).
- [116] Y. Toivola, A. Stein and R.F. Cook, *Depth-sensing indentation response of ordered silica foam*, J. Mater. Res. 19 (2004), pp. 260–271.
- [117] J. Luo and R. Stevens, *Porosity-dependence of elastic moduli and hardness of 3Y-TZP ceramics*, Ceram. Int. 25 (1999), pp. 281–286.
- [118] A.R. Boccaccini and Z. Fan, *A new approach for the Young's modulus-porosity correlation of ceramic materials*, Ceram. Int. 23 (1997), pp. 239–245.
- [119] W. Pabst, E. Gregorová and G. Tichá, *Elasticity of porous ceramics—A critical study of modulus–porosity relations*, J. Eur. Ceram. Soc. 26 (2006), pp. 1085–1097.
- [120] K.R. Janowski and R.C. Rossi, *Elastic Behavior of MgO Matrix Composites*, J. Am. Ceram. Soc. 50 (1967), pp. 599–603.
- [121] R.W. Rice, *Evaluation and extension of physical property-porosity models based on minimum solid area*, J. Mater. Sci. 31 (1996), pp. 102–118.
- [122] R.W. Rice, *Relation of tensile strength-porosity effects in ceramics to porosity dependence of Young's modulus and fracture energy, porosity character and grain size*, Mater. Sci. Eng. A 112 (1989), pp. 215–224.
- [123] A.S. Wagh, J.P. Singh and R.B. Poeppel, *Dependence of ceramic fracture properties on porosity*, J. Mater. Sci. 28 (1993), pp. 3589–3593.
- [124] K.K. Phani and S.K. Niyogi, *Elastic modulus-porosity relationship for Si₃N₄*, J. Mater. Sci. Lett. 6 (1987), pp. 511–515.
- [125] K.K. Phani and D. Sanyal, *The relations between the shear modulus, the bulk modulus and Young's modulus for porous isotropic ceramic materials*, Mater. Sci. Eng. A 490 (2008), pp. 305–312.

- [126] Z. Hashin, *The Elastic Moduli of Heterogeneous Materials*, J. Appl. Mech. 29 (1962), pp. 143.
- [127] A. Bachar, *Thèse de doctorat: Élaboration et caractérisations de bioverres Si-Ca-Na-O et Si-Ca-Na-OF dopés à l'azote*, Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis; Université Mohammed V-Agdal Rabat, Maroc, 2012.
- [128] A. Bachar, C. Mercier, A. Tricoteaux, A. Leriche, C. Follet, M. Saadi et al., *Effects of addition of nitrogen on bioglass properties and structure*, J. Non-Cryst. Solids 358 (2012), pp. 693–701.
- [129] M. Descamps, J.C. Hornez and A. Leriche, *Effects of powder stoichiometry on the sintering of β -tricalcium phosphate*, J. Eur. Ceram. Soc. 27 (2007), pp. 2401–2406.
- [130] A. Tricoteaux, E. Rguiti, D. Chicot, L. Boilet, M. Descamps, A. Leriche et al., *Influence of porosity on the mechanical properties of microporous β -TCP bioceramics by usual and instrumented Vickers microindentation*, J. Eur. Ceram. Soc. 31 (2011), pp. 1361–1369.
- [131] M.I. Mendelson, *Average Grain Size in Polycrystalline Ceramics*, J. Am. Ceram. Soc. 52 (1969), pp. 443–446.
- [132] M. Asmani, C. Kermel, A. Leriche and M. Ourak, *Influence of porosity on Young's modulus and Poisson's ratio in alumina ceramics*, J. Eur. Ceram. Soc. 21 (2001), pp. 1081–1086.
- [133] C. Bartuli, E. Bemporad, J.M. Tulliani, J. Tirillò, G. Pulci and M. Sebastiani, *Mechanical properties of cellular ceramics obtained by gel casting: Characterization and modeling*, J. Eur. Ceram. Soc. 29 (2009), pp. 2979–2989.
- [134] A. Bandini, D. Chicot, P. Berry, X. Decoopman, A. Pertuz and D. Ojeda, *Indentation size effect of cortical bones submitted to different soft tissue removals*, J. Mech. Behav. Biomed. Mater. 20 (2013), pp. 338–346.
- [135] L. Łatka, D. Chicot, A. Cattini, L. Pawłowski and A. Ambroziak, *Modeling of elastic modulus and hardness determination by indentation of porous yttria stabilized zirconia coatings*, Surf. Coat. Technol. 220 (2013), pp. 131–139.
- [136] D.N. Boccaccini and A.R. Boccaccini, *Dependence of ultrasonic velocity on porosity and pore shape in sintered materials*, J. Nondestruct. Eval. 16 (1997), pp. 187–192.
- [137] D. Chicot, H. Ageorges, M. Voda, G. Louis, M.A. Ben Dhia, C.C. Palacio et al., *Hardness of thermal sprayed coatings: Relevance of the scale of measurement*, Surf. Coat. Technol. 268 (2015), pp. 173–179.
- [138] J. Nohava, R. Mušálek, J. Matějčíček and M. Vilémová, *A contribution to understanding the results of instrumented indentation on thermal spray coatings — Case study on Al_2O_3 and stainless steel*, Surf. Coat. Technol. 240 (2014), pp. 243–249.
- [139] A. Mejias, R.T. Candidato, L. Pawłowski and D. Chicot, *Mechanical properties by instrumented indentation of solution precursor plasma sprayed hydroxyapatite coatings: Analysis of microstructural effect*, Surf. Coat. Technol. 298 (2016), pp. 93–102.

- [140] J. Nohava, B. Bonferroni, G. Bolelli and L. Lusvarghi, *Interesting aspects of indentation and scratch methods for characterization of thermally-sprayed coatings*, Surf. Coat. Technol. 205 (2010), pp. 1127–1131.
- [141] D. Chicot, F. Roudet, A. Zaoui, G. Louis and V. Lepingle, *Influence of visco-elasto-plastic properties of magnetite on the elastic modulus: Multicyclic indentation and theoretical studies*, Mater. Chem. Phys. 119 (2010), pp. 75–81.
- [142] T.Y. Tsui, J. Vlassak and W.D. Nix, *Indentation plastic displacement field: Part I. The case of soft films on hard substrates*, J. Mater. Res. 14 (1999), pp. 2196–2203.
- [143] K. Hermange, *Thèse de doctorat : Revêtements sol-gel composites sur acier pour applications tribologiques*, Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis, 2016.
- [144] F.-J. Ulm, M. Vandamme, C. Bobko, J. Alberto Ortega, K. Tai and C. Ortiz, *Statistical Indentation Techniques for Hydrated Nanocomposites: Concrete, Bone, and Shale*, J. Am. Ceram. Soc. 90 (2007), pp. 2677–2692.
- [145] Y. Xia, M. Bigerelle, S. Bouvier, A. Iost and P.-E. Mazeran, *Quantitative approach to determine the mechanical properties by nanoindentation test: Application on sandblasted materials*, Tribol. Int. 82 (2015), pp. 297–304.
- [146] J.-M. Schneider, M. Bigerelle and A. Iost, *Statistical analysis of the Vickers hardness*, Mater. Sci. Eng. A 262 (1999), pp. 256–263.

CARACTERISATION MECANIQUE DE CERAMIQUES POREUSES SOUS FORME MASSIVE ET DE REVETEMENT PAR INDENTATION INSTRUMENTEE KNOOP

RESUME

L'indentation instrumentée est largement utilisée pour la détermination des propriétés mécaniques des matériaux, principalement la dureté et le module d'élasticité. Pour obtenir des données fiables, plusieurs corrections comme la prise en compte du défaut de pointe et la complaisance de l'instrument doivent être apportées dans la méthodologie d'analyse des données de l'essai. Malgré tout, ces corrections ne suffisent plus pour la caractérisation de matériaux fragiles et poreux, qu'ils soient sous une forme massive ou de revêtement. En effet, d'autres sources d'erreurs peuvent provenir de la fragilité de ces matériaux, mais aussi de la représentativité des mesures locales dans le cas des matériaux hétérogènes, ou de l'influence du substrat dans le cas des revêtements. Pour limiter ces effets, l'indenteur Knoop semble être un bon candidat car, à charge équivalente, sa surface de contact est plus grande et la profondeur d'indentation plus faible. Toutefois, par rapport aux indenteurs habituels, le retour élastique du matériau au voisinage de l'empreinte Knoop, qui doit être pris en compte dans les calculs des propriétés, n'est pas bien connu. Ceci constitue donc un frein à son utilisation. C'est pourquoi, nous proposons d'adapter la méthodologie conventionnelle proposée par Oliver et Pharr pour obtenir des résultats fiables par indentation Knoop.

Pour atteindre cet objectif, nous analysons d'abord des résultats obtenus par indentation de différents matériaux céramiques denses en comparant les indentations Knoop et Vickers, ce dernier étant utilisé comme référence. Tout d'abord, nous analysons le retour élastique en indentation Knoop et nous montrons qu'il est possible de retrouver les mêmes valeurs qu'en indentation Vickers en intégrant un facteur correctif lié simplement à des grandeurs géométriques de l'empreinte. Cette approche est valable qu'il s'agisse de la détermination du module d'élasticité ou de la dureté. Toutefois, pour cette dernière propriété, il est nécessaire de bien préciser la définition utilisée pour son calcul. Nous en justifions le choix.

Ensuite nous appliquons la méthodologie d'analyse ainsi établie pour l'étude de la réponse mécanique des matériaux poreux sous forme massive et de revêtement où non seulement le paramètre de porosité joue un rôle important sur la réponse du matériau, mais aussi son hétérogénéité, sa rugosité et son épaisseur. De manière générale, nous montrons que l'indenteur Knoop présente un intérêt certain par rapport aux indenteurs habituels, tout au moins dans le cas des céramiques.

Mots clés : propriétés mécaniques, indentation instrumentée, indenteur Knoop, matériaux fragiles

MECHANICAL CHARACTERIZATION OF POROUS BULK AND COATING CERAMICS BY KNOOP INSTRUMENTED INDENTATION

ABSTRACT

Instrumented indentation is widely used for the assessment of mechanical properties, mainly hardness and elastic modulus. In order to obtain reliable results, analysis methodology has to refer several corrections, such as tip defect and frame compliance. However, these corrections are insufficient for the characterization of brittle and porous materials, whether bulk or coatings. Not only brittleness but also local surrounding in the case of heterogeneous materials and substrate influence in the case of coatings raise error concerns. To limit these unwanted effects, the Knoop indenter appears to be a favorable candidate because of the larger contact area and lower indentation depth at equivalent loads. However, compared to other commonly used indenters, radial elastic recovery near Knoop indent that has to be taken into account in the analysis methodology, is not well known. This constitutes therefore an obstacle for its use. Thereof, we propose to adapt the conventional methodology proposed by Oliver and Pharr to obtain reliable results with Knoop indentation.

To achieve this purpose, we analyze the indentation data of different dense ceramic materials by comparing Knoop and Vickers indentations, this latter being used as a reference. First, we analyze the elastic recovery using Knoop indenter. We show that correlation to Vickers indentation results is possible using a geometric correction factor. This approach is valid for the determination of elastic modulus and hardness. However, for the latter property, it is necessary to specify the definition used for its calculation.

The established analysis methodology was applied for studying the mechanical response of porous bulk materials and coatings, with respect to material porosity, roughness and thickness. It was confirmed that Knoop indenter may be favorable compared to the commonly used indenters, at least in the case of ceramics.

Keywords: mechanical properties, instrumented indentation, Knoop indenter, brittle materials