Université de Toulouse

THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :
Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse)

Discipline ou spécialité :

Génie des matériaux

Présentée et soutenue par :
Thibaut Fourcade

le : jeudi 26 septembre 2013

Titre :

ÉTUDE DES PROPRIETES MECANIQUES DE MATERIAUX METALLIQUES EN COUCHES MINCES

Ecole doctorale :
Sciences de la Matière (SDM)

Unité de recherche :
Laboratoire Génie de Production – Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tarbes (LGP-ENIT)

Directeur(s) de Thèse :
M. Talal Masri (Professeur, ENIT - Tarbes)
M. Joël Alexis (Maître de conférences, ENIT - Tarbes)

Rapporteurs :

M. Jean-Michel Bergheau (Professeur, ENISE - Saint Etienne)
M. Laurent Latorre (Professeur, LIRMM - Montpellier)

Membre(s) du jury :
M. Moussa Naït Abdelaziz (Professeur, Université Lille 1 - Lille)
M. Eric Andrieu (Professeur, CIRIMAT-ENSIACET - Toulouse)
M. Olivier Dalverny (Maître de conférences/HDR, ENIT - Tarbes)
M. Eric Lacoste (Professeur, IUT Bordeaux 1 - Bordeaux)
M. Cedric Seguineau (Ingénieur de recherche, Fialab - Toulouse)
M. Jean-Michel Desmarres - Invité (Ingénieur de recherche, CNES - Toulouse)

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier MM. Jean-Michel Bergheau et Laurent Latorre pour avoir accepté de rapporter sur mon travailainsi que les membres du Jury, MM. Moussa Naït Abdelaziz, Eric Andrieu et Eric Lacoste, qui ont bien voulu faire le déplacement jusqu'à Tarbes pour assister à mon jury de soutenance.

Une thèse est une aventure dans laquelle on ne peut se lancer et perséverer sans être convaincu que l'on est soutenu par son encadrement. Ce fut le cas lors de mon travail et je tiens à remercier pour cela mon directeur de thèse Talal Masri qui a su malgré ses fonctions de directeur de l'ENIT se montrer à l'écoute et disponible toutes les fois où j'en ai eu besoin. Ma gratitude va aussi vers mes co-encadrants, Joël Alexis et Olivier Dalverny, qui ont toujours cru en mon travail et m'ont poussés à travers leurs questions et leurs remarques à aller toujours un peu plus loin.

Ce travail n'aurait pas été possible si la société Novamems (maintenant Fialab) ne m'avait pas accueilli. Je remercie donc son PDG, Xavier Lafontan pour m'avoir donné cette opportunité. Je remercie aussi Cédric Séguineau dont j'ai pris la relève et avec qui nous formions le département « mécanique et matériaux » de l'entreprise. Je remercie aussi en vrac tous mes anciens collègues qu'ils soient restés ou qui, comme moi, sont allé voir ailleurs si l'herbe ne serait pas un peu plus verte. Merci donc à Jérémy, Djemel, Stéphanie, Laetitia et Fabio. Une pensée particulière pour les « compagnons de pauses », Mélanie, Anthony, Guilhem et Adrien, pour tous ces moments qui me permettaient de sortir de ma thèse pendant quelques instants pour mieux m'y replonger après.

J'ai passé la plus grande partie de ma thèse au sein du CNES. Je tiens donc à remercier Francis Pressecq pour m'avoir accueilli dans son service. Un grand merci va aussi à Jean-Michel Desmarres qui m'a suivi et conseillé tout au long de ma thèse ainsi qu'à toute l'équipe du service AQ/LE que je ne peux citer dans son entier par manque de place.

Je voudrais aussi remercier toutes les personnes avec qui j'ai pu travailler au LGP et particulièrement à toute l'équipe « métalo » : Jade pour son polissage exceptionnel, Jérémy pour l'usinage ainsi que Nathalie, Amandine, Jean-Denis, Lionel et Luis. Je remercie également Michel Trilhe et Gilles Dessein pour l'usinage des éprouvettes de traction ainsi que Helene Welemane pour son aide sur la compréhension de l'endommagement. Je veux aussi remercier Elodie Peronnet pour sa relecture attentive. Je ne veux pas oublier Yannick

Balcaen qui a débuté cette aventure presque en même temps que moi et avec qui nous passons la ligne d'arrivée en même temps.

Ces remerciements ne seraient pas complets si je ne remerciais pas mes parents et mon frère sans qui tout cela n'aurait jamais pu être possible. Enfin je veux remercier ma compagne Michèle qui m'a accompagné tout au long de ce travail.

Table des matières

Remerciements i

Table des matières iii

Liste des figures ix

Liste des tables xv

Nomenclature xvii

Notations xix

Introduction 1

Chapitre 1 État de l'art 5

I.1 Enjeux de l'étude des propriétés mécaniques des couches minces 6

I.2 Rappel des principaux paramètres mécaniques 7

I.2.1 Élasticité 7

I.2.2 Contraintes résiduelles 8

I.2.3 Plasticité 8

I.2.4 Modèles de comportement 9

I.2.4.1 Modèle de Ramberg-Osgood 9

I.2.4.2 Modèle de Rasmussen 10

I.3 Outils de caractérisation des couches minces 13

I.3.1 Tests de micro-flexion 13

I.3.1.1 Poutre encastrée libre ou cantilever 13

I.3.1.2 Poutre bi-encastrée 14

I.3.2 Gonflement de membrane 16

I.3.3 Sollicitations dynamiques de structures 17

I.3.3.1 Test de résonance dynamique 17

I.3.3.2 Vibrométrie 18

I.3.4 Test de microtraction uniaxiale . . . 19
I.3.4.1 Types d'éprouvettes . . . 19
I.3.4.2 Méthodes de fixation des éprouvettes . . . 20
I.3.4.3 Mesure de déplacement . . . 22
I.3.5 Test de courbure de wafer . . . 25
I.3.6 Nanoindentation . . . 26
I.3.6.1 Dureté . . . 26
I.3.6.2 Propriétés élastiques . . . 28
I.3.6.3 Propriétés élasto-plastiques . . . 29
I.3.7 Récapitulatif des techniques de caractérisation des couches minces . . . 30
I.4 Problème inverse d'identification paramétrique . . . 30
I.4.1 Positionnement du problème . . . 32
I.4.2 Problème mal posé et quasi-solutions . . . 33
I.4.3 Méthodes d'identification . . . 33
I.4.4 Étapes principales d'un problème d'identification . . . 34
I.4.5 Définition de la fonction objectif . . . 35
I.4.6 Méthodes de résolution . . . 36
I.4.6.1 Algorithmes exploratoires . . . 36
I.4.6.2 Algorithmes de descente . . . 37
I.5 Conclusion . . . 39

Chapitre 2 Caractérisation mécanique des couches minces autoportantes 41
II.1 Description du dispositif et des éprouvettes de traction uni-axiale . . . 42
II.1.1 Principe de l'essai de traction . . . 43
II.1.1.1 Champs de déformations et de contraintes dans un essai de traction 43
II.1.1.2 Contrainte et déformation rationnelles . . . 44
II.1.2 Description du dispositif de microtraction . . . 45
II.1.3 Géométrie des éprouvettes . . . 47
II.1.4 Techniques de fabrication . . . 49
II.1.4.1 Les techniques de dépôts . . . 49
II.1.4.2 Étapes technologiques de la fabrication des éprouvettes de microtraction . . . 53
II.1.5 Description de la méthodologie de l'essai . . . 55
II.2 Réduction des incertitudes de mesure pour l'essai de microtraction monotone 55
II.2.1 Améliorations techniques . . . 56
II.2.1.1 Améliorations de la mesure de force . . . 58
II.2.1.2 Autres améliorations techniques . . . 58
II.2.2 Améliorations méthodologiques . . . 59

II.2.2.1 Caractérisation de la longueur . . . 60
II.2.2.2 Caractérisation de la largeur . . . 60
II.2.2.3 Caractérisation de l'épaisseur . . . 61
II.2.2.4 Incertitudes totales sur les mesures de contrainte et de déformations 64
II.2.3 Améliorations du traitement des données . . . 65
II.2.3.1 Déformation des ancrages . . . 65
II.2.3.2 Identification des modèles de comportement élasto-plastiques . . . 67
II.2.4 Conclusion . . . 68
II.3 Apport de la microtraction dans la caractérisation de l'endommagement mécanique . . . 69
II.3.1 La théorie de l'endommagement . . . 70
II.3.1.1 La variable d'endommagement . . . 70
II.3.1.2 Contrainte effective et principe d'équivalence des déformations . . . 71
II.3.2 La caractérisation mécanique de l'endommagement . . . 72
II.3.2.1 Principe de la méthode . . . 72
II.3.2.2 Résultats . . . 73
II.3.2.3 Discussion . . . 74
II.3.3 Couplage avec la méthode électrique . . . 76
II.3.3.1 Principe de la méthode . . . 76
II.3.3.2 Dispositif expérimental de la mesure de résistance . . . 78
II.3.3.3 Validation des méthodes de calcul de volumes avec les essais multicycles expérimentaux . . . 78
II.3.3.4 Discussion sur la correction théorique de la résistance électrique . . . 81
II.3.4 Discussion sur la caractérisation de l'endommagement des couches minces 83
II.4 Conclusion . . . 84

Chapitre 3 Développement d'un outil de caractérisation des propriétés élasto-plastiques à partir d'essais d'indentation instrumentée 87
III.1 Présentation de la méthodologie . . . 89
III.1.1 Choix des matériaux et caractérisation microstructurale . . . 89
III.1.1.1 Caractérisation microstructurale . . . 90
III.1.1.2 Microstructures et modes de déformations de l'aluminium . . . 90
III.1.1.3 Microstructure et modes de déformations du cuivre . . . 93
III.1.1.4 Microstructure et modes de déformations du titane . . . 93
III.1.2 Description des essais d'indentation . . . 94
III.1.3 Modèle éléments finis de l'essai d'indentation . . . 98
III.1.3.1 Modélisation de l'essai Vickers . . . 98
III.1.3.2 Modélisation de l'essai Brinell . . . 102

III.1.4 Description des essais de traction uni-axiale . . . 103
III.1.4.1 Essai de traction macroscopique . . . 103
III.1.4.2 Essai de traction mésoscopique . . . 103
III.2 Résultats expérimentaux et du modèle de simulation . . . 105
III.2.1 Résultats sur l'aluminium . . . 105
III.2.1.1 Résultats des essais de traction . . . 105
III.2.1.2 Résultats des essais d'indentation . . . 107
III.2.2 Résultats sur le cuivre . . . 107
III.2.2.1 Essais de traction . . . 107
III.2.2.2 Résultats des essais d'indentation . . . 108
III.2.3 Résultats sur le titane . . . 110
III.2.3.1 Essais de traction . . . 110
III.2.3.2 Essais d'indentation . . . 112
III.2.4 Résultats de la simulation de l'essai d'indentation . . . 112
III.3 Choix des modèles de comportement et validation à partir des essais de traction 114
III.3.1 Choix des modèles de comportement . . . 115
III.3.2 Identification des paramètres des modèles de comportement à partir des essais de traction uni-axiale . . . 117
III.3.2.1 Résultat de l'identification sur l'aluminium . . . 119
III.3.2.2 Résultat de l'identification sur le cuivre . . . 120
III.3.2.3 Résultat de l'identification sur le titane . . . 121
III.4 Identification des paramètres des modèles de comportement à partir des essais d'indentation instrumentée . . . 123
III.4.1 Présentation de la méthode d'identification . . . 123
III.4.1.1 Paramètres à évaluer . . . 123
III.4.1.2 Paramètres initiaux . . . 124
III.4.1.3 Modèle éléments finis et définition de la fonction objectif . . . 125
III.4.2 Identification à partir de l'essai Brinell . . . 126
III.4.3 Identification à partir de l'essai Vickers . . . 126
III.4.4 Résultats de l'identification paramétrique sur l'aluminium . . . 128
III.4.5 Résultats de l'identification paramétrique sur le cuivre . . . 131
III.4.6 Résultats de l'identification paramétrique sur le titane . . . 133
III.5 Analyse et discussion . . . 136
III.5.1 Influence du type de poinçon . . . 137
III.5.2 Influence du matériau . . . 138
III.5.2.1 Influence de l'écrouissage . . . 138
III.5.2.2 Influence des mécanismes de déformation en fonction de de la structure cristalline . . . 139

III.5.2.3 Influence de la taille de grains 140
III.6 Conclusion 141

Chapitre 4 Extension de la méthode à l'échelle micrométrique et discussion 145
IV.1 Présentation des essais et résultats expérimentaux 146
IV.1.1 Essais de traction 146
IV.1.2 Essai de nanoindentation 147
IV.2 Identification du modèle de comportement à partir d'essais de nanoindentation 148
IV.2.1 Procédure de résolution du problème inverse d'identification. 148
IV.2.2 Présentation du modèle de l'essai de nanoindentation 149
IV.2.3 Résultats de l'identification 150
IV.3 Analyse et discussion 152
IV.3.1 Volume de matière mise en jeu 152
IV.3.2 Influence de la rugosité 153
IV.3.3 Influence du défaut de pointe 155
IV.3.4 Volume de bourrelet 156
IV.4 Conclusion 157

Conclusion 159

Références bibliographiques 163

Liste des figures

I.0 - 1 Exemples de couches minces déposée (a) et autoportante (b). 6
I.2 - 2 Représentation graphique du modèle de Rasmussen. 11
I.3 - 3 Principe de la micro-flexion d'une structure encastrée-libre. 14
I.3 - 4 Principe de la micro-flexion d'une poutre bi-encastrée. 15
I.3 - 5 Déformation d'une membrane lors d'un essai de gonflement de membrane. 16
I.3 - 6 Illustration des différentes configurations d'éprouvette pour la microtraction. 20
I.3 - 7 Schéma de principe de la fixation par force électrostatique électrostatique 21
I.3 - 8 Deux lignes d'or sur une éprouvette en poly-silicium 23
I.3 - 9 Mouchetis en poudre de céramique 24
I.3 - 10 Schéma d'une courbe de chargement-déchargement lors d'un essai de dureté instrumenté. 27
I.3 - 11 Illustration des phénomènes d'enfoncement et de bourrelet. 27
I.3 - 12 Illustration de la relation de Tabor pour un matériau élasto-plastique. . 29
I.4 - 13 Formulation générale du problème direct de simulation appliquée aux éléments finis. 32
I.4 - 14 Formulation générale du problème inverse d'identification paramétrique. 32
I.4 - 15 Principe et mise en œuvre e la méthode d'identification paramétrique. . 34

II.0 - 1 Courbes de traction d'éprouvettes macro et micro réalisées en aluminium. 42
II.1 - 2 Principe de l'essai de traction et présentation de la courbe caractéristique de cet essai. 43
II.1 - 3 Comparaison entre une courbe de contrainte-déformation apparente et une courbe de contrainte vraie-déformation vraie. 45
II.1 - 4 Photo de la platine de microtraction et schéma de principe de la cinématique de la platine. 46
II.1 - 5 Illustration de la position des différents capteurs dans la chaine de mesure. 47
II.1 - 6 Éprouvette de microtraction. 48

II.1 - 7 Géométrie des éprouvettes de microtraction. 48
II.1 - 8 Schéma de principe du dépôt par évaporation par arc électrique. 50
II.1 - 9 Schéma de principe du dépôt par pulvérisation cathodique. 51
II.1 - 10 Schéma de principe de la technique de dépôt par voie électrolytique. . . 52
II.1 - 11 Étapes technologiques de fabrication des éprouvettes de microtraction AUXITROL. 54
II.1 - 12 Étapes technologiques de fabrication des éprouvettes de microtraction INL. 54
II.1 - 13 Les différentes étapes d'un essai de microtraction. 55
II.2 - 14 Diagramme d'Ishikawa de l'essai de microtraction. 57
II.2 - 15 Comparaison entre une courbe de microtraction réalisée sur la platine du SIMaP et une courbe obtenue sur la platine du CNES. 57
II.2 - 16 Profil initial d'une éprouvette de microtraction. 61
II.2 - 17 Phénomène de sur-gravure des bras de maintien et son influence sur la mesure de l'épaisseur de la couche mince. 62
II.2 - 18 Champs de déformation dans une éprouvette de microtraction. 66
II.2 - 19 Comparaison des courbes d'écrouissage identifiées à partir des déformations « réelles » simulées par la méthode des éléments finis et à partir de la correction analytique pour une éprouvette de microtraction d'aluminium CRPGL. 67
II.2 - 20 Courbes contrainte vraie-déformation vraie issues des essais réalisés sur l'ensemble des éprouvettes de chaque wafer. 69
II.3 - 21 Aire apparente S et aire résistante effective $\tilde{S}$ d'un élément de volume. . 71
II.3 - 22 Illustration du principe de l'équivalence en déformation. 72
II.3 - 23 Schéma de principe de la caractérisation mécanique de l'endommagement. 73
II.3 - 24 Courbe contrainte vraie -déformation vraie et endommagement d'une éprouvette d'aluminium. 74
II.3 - 25 Courbe contrainte vraie - déformation vraie, endommagement et faciès de rupture d'une éprouvette NiCo-Au. 75
II.3 - 26 Principe de la mesure de résistance quatre pointes appliquée à une éprouvette de microtraction. 79
II.3 - 27 Courbes contrainte-déformation d'éprouvettes d'aluminium et d'or avec et sans mesure électrique de l'endommagement. 79
II.3 - 28 Résistance électrique mesurée pendant un essai multicycles. 79
II.3 - 29 Évolution de la résistance électrique corrigée grâce à l'essai multi-cycles et par le calcul théorique de l'influence géométrique en fonction de la déformation. 80

II.3 - 30 Évolution de la résistance électrique corrigée et de la variable d'endommagement calculée par la méthode mécanique et la méthode électrique. 81
II.3 - 31 Phénomènes de déplissements et de gondolements successifs d'une éprouvette de microtraction en aluminium au cours d'un essai. 82

III.1 - 1 Principe de la diffraction d'électrons rétro-diffusés (EBSD) pour définir l'orientation cristalline. 90
III.1 - 2 Définition de l'orientation de laminage et description de la maille cubique face centrée CFC et de ses systèmes principaux de glissement. . . 91
III.1 - 3 Observation EBSD de l'aluminium avant et après déformation. 92
III.1 - 4 Observation EBSD du cuivre à l'état de réception. 93
III.1 - 5 Description de la maille hexagonale compacte et de ses systèmes principaux de glissement et de maclage. 94
III.1 - 6 Observation EBSD du titane avant et après déformation. 95
III.1 - 7 Analyse de la texture du titane par EBSD. 95
III.1 - 8 Principe de mesure de la hauteur équivalente de bourrelet adaptée à l'essai Vickers. 97
III.1 - 9 Illustration du maillage des modèles de simulation par éléments finis de l'essai d'indentation. 99
III.1 - 10 Schéma des différentes zones du modèle d'indentation instrumentée et des zones d'application des conditions aux limites. 101
III.1 - 11 Platine de mésotraction et éprouvette associée. 104
III.2 - 12 Résultats des essais de traction sur l'aluminium. 106
III.2 - 13 Résultats d'indentation sur l'aluminium. 106
III.2 - 14 Courbes contrainte vraie-déformation vraie issues des essais de traction aux échelles méso- et macroscopique sur le cuivre. 109
III.2 - 15 Résultats d'indentation sur le cuivre. 109
III.2 - 16 Résultats des essais de traction sur le titane. 111
III.2 - 17 Résultats d'indentation sur le titane. 111
III.2 - 18 Déformation du maillage sous le poinçon pour une charge de 300 N. . . 113
III.2 - 19 Déformation plastique équivalente simulée pour une charge de 300 N . 113
III.2 - 20 Courbe de chargement-déchargement en fonction de la pénétration du poinçon. 113
III.3 - 21 Représentation graphique de la loi de Rasmussen modifiée mettant en évidence les différents paramètres et les deux parties de la loi 116
III.3 - 22 Schéma de principe de l'identification du modèle de comportement à partir d'essais de traction uni-axiale. 118

III.3 - 23 Résultats de l'identification paramétrique du modèle de comportement de l'aluminium à partir des essais de traction macroscopique. 119
III.3 - 24 Résultats de l'identification paramétrique du modèle de comportement du cuivre à partir des essais de traction macroscopique. 120
III.3 - 25 Résultats de l'identification paramétrique du modèle de comportement du titane à partir des essais de traction macroscopique pour les trois directions d'éprouvettes de titane. 122
III.4 - 26 Résultats des résolutions inverses des problèmes d'identification du modèle de comportement de l'aluminium à partir d'essais d'indentation Brinell et Vickers. 129
III.4 - 27 Influence de la valeur du coefficient de Poisson sur l'identification du modèle de comportement de l'aluminium 131
III.4 - 28 Résultats des résolutions inverses des problèmes d'identification du modèle de comportement du cuivre à partir d'essais d'indentation Brinell et Vickers. 132
III.4 - 29 Résultats des résolutions inverses des problèmes d'identification du modèle de comportement du titane à partir d'essais d'indentation Brinell et Vickers. 134
III.5 - 30 Écart entre la contrainte identifiée par indentation et par traction pour l'aluminium, le cuivre et le titane. 137
III.5 - 31 Influence sur le comportement du cuivre de l'écrouissage initial. 139
III.6 - 32 Schéma de la procédure d'identification paramétrique du modèle de comportement de matériaux massifs à partir d'essais d'indentation instrumentée. 142

IV.1 - 1 Courbes rationnelles déduites de l'essai de traction expérimental et obtenue à partir du modèle de Ramberg-Osgood identifié à partir de l'essai sur l'alliage d'aluminium 2024 recuit. 146
IV.1 - 2 Courbe chargement-déchargement en fonction de la profondeur de pénétration sur l'alliage d'aluminium 2024 recuit. 147
IV.2 - 3 Courbe de chargement-déchargement issue de la simulation de l'essai de nanoindentation de l'alliage d'aluminium 2024 recuit. 149
IV.2 - 4 Courbes de chargement-déchargement de nanoindentation obtenues par la résolution du problème d'identification de l'alliage d'aluminium 2024 recuit. 151
IV.2 - 5 Courbe expérimentale de traction et modèle de Ramberg-Osgood identifié à partir d'un essai de nanoindentation sur l'alliage d'aluminium 2024 recuit. 151

IV.3 - 6 Influence de la rugosité sur l'aire de contact. 153
IV.3 - 7 Simulation de l'influence de la rugosité sur l'essai de nanoindentation. . 154
IV.3 - 8 Simulation de la courbe de chargement pour de faibles profondeurs de pénétration avec des rayons de défauts de pointes variant de 10 à 200 nm. 155

Liste des tables

I.3 - a Tableau récapitulatif des différentes techniques de caractérisation mises en œuvre à l'échelle des couches minces. 31

II.1 - a Valeur numériques du coefficient de correction de longueur. 49

II.2 - b Mesures d'épaisseurs de la couche après gravure chimique sur les éprouvettes d'aluminium CRPGL et AUXITROL. 63

II.2 - c Différences entre correction analytique et déformation simulée pour l'identification du modèle de comportement. 66

II.3 - d Surface, volume et ratio surface-volume d'une éprouvette de traction macroscopique et d'une éprouvette de microtraction 83

III.1 - a Paramètres de maillage pour les éprouvettes de la simulation des essais Vickers et Brinell. 101

III.1 - b Paramètres de maillage pour le poinçon de la simulation de l'essai Brinell. 101

III.2 - c Résultats des essais de traction aux échelles méso- et macroscopique sur l'aluminium. 106

III.2 - d Résultats des essais de traction aux échelles méso- et macroscopique sur le cuivre. 109

III.2 - e Résultats des essais de traction aux échelles méso- et macroscopique sur le titane. 111

III.3 - f Bornes des paramètres des modèles de Ramberg-Osgood et Rasmussen pour l'identification des modèles de comportement à partir d'essais de traction. 118

III.3 - g Résultats de l'identification paramétrique du modèle de comportement du titane à partir des essais de traction macroscopique. 122

III.4 - h Bornes des paramètres des modèles de Ramberg-Osgood et Rasmussen modifié pour l'identification des modèles de comportement à partir d'essais d'indentation. 124

III.4 - i Résultats des résolutions inverses des problèmes d'identification du modèle de comportement de l'aluminium à partir d'essais d'indentation Brinell et Vickers. 129
III.4 - j Résultats des résolutions inverses des problèmes d'identification du modèle de comportement du cuivre à partir d'essais d'indentation Brinell et Vickers. 132
III.4 - k Résultats des résolutions inverses des problèmes d'identification du modèle de comportement du titane à partir d'essais d'indentation Brinell et Vickers en comparaison avec les résultats de l'identification à partir des essais de traction. Afin de pouvoir comparer les différentes valeurs de σ_u, une contrainte ultime du modèle de Rasmussen modifié ε_u unique de $0{,}25$ est considérée. 135
III.5 - l Récapitulatif du niveau d'écrouissage initial, de certains paramètres microstructuraux et de la cohérence entre les résultats de l'identification inverse et les résultats de traction pour chacun des matériaux. 138
III.5 - m Nombre de grains sollicité plastiquement pour les différents essais. . . . 140

IV.1 - a Résultats de l'essai de traction et de l'identification du modèle de Ramberg-Osgood pour l'alliage d'aluminium 2024 recuit. 147
IV.2 - b Résultat de l'identification paramétrique du modèle de comportement de l'alliage d'aluminium 2024 recuit à partir d'essais de nanoindentation. 151

Nomenclature

α	Coefficient du modèle de Ramberg-Osgood
β	Coefficient correcteur de l'asymétrie du poinçon pour un essai d'indentation
$E_{0,2}$	Paramètre du modèle de Rasmussen
$\tilde{E}$	Module d'élasticité d'un matériau endommagé
ε	Déformation totale
ε_e	Déformation élastique
ε_p	Déformation plastique
ε_T	Déformation représentative d'un essai d'indentation avec un poinçon axisymétrique
ε_u	Déformation associée à la contrainte maximale σ_u du modèle de Rasmussen
$\varepsilon_{0,2}$	Déformation associée à la limite conventionnelle d'élasticité $\sigma_{0,2}$
$\overline{h}_{b_{max}}$	Hauteur maximale de bourrelet équivalente
$h_{b_{max}}$	Hauteur maximale de bourrelet
ν	Coefficient de Poisson
ω_i	Pondération du paramètre i pour le calcul du vecteur écart
ρ	résistivité électrique
σ	Contrainte
σ_0	Contrainte résiduelle
σ_s	Seuil de plasticité
σ_T	Contrainte représentative d'un essai d'indentation avec un poinçon axisymétrique
σ_u	Contrainte maximale du modèle de Rasmussen
σ_y	Limite d'élasticité

$\sigma_{0,2}$	Limite conventionnelle d'élasticité à $0{,}2\,\%$
σ_r	Contrainte de référence du modèle de Ramberg-Osgood
A_c	Aire de contact lors de l'essai d'indentation
D	Variable d'endommagement scalaire
E	Module d'élasticité
E_b	Module d'élasticité biaxial
F	Force appliquée
H	Dureté mesuré lors d'un essai d'indentation
h	Profondeur de pénétration lors de l'essai d'indentation
h_c	Hauteur de contact lors de l'essai d'indentation
m	Coefficient d'écrouissage de la deuxième partie du modèle de Rasmussen
n	Coefficient d'écrouissage du modèle de Ramberg-Osgood
P	Charge appliquée lors de l'essai d'indentation
P_{max}	Charge maximale de l'essai d'indentation
r_c	Rayon de contact lors de l'essai d'indentation
$U(x)$	Incertitude absolue associée à la mesure d'une grandeur x
$u(x)$	Incertitude relative associée à la mesure d'une grandeur x

Notations

x	Scalaire
$\underline{x}$, x_i	Vecteur et sa notation indicielle
$\underline{\underline{x}}$, x_{ij}	Tenseur d'ordre 2 et sa notation indicielle
	Matrice colonne ou vecteur
$[\quad]$	Matrice
$[\quad]^T$	Transposé d'une matrice
$\mathrm{Tr}\,[\quad]$	Transposé d'une matrice
	Norme euclidienne
$\underline{x}$	Gradient du vecteur $\underline{x}$

Introduction

Les couches minces métalliques sont depuis longtemps présentes dans de nombreux secteurs industriels, où déposées sur un substrat, elles apportent des fonctions de protection ou de fonctionnalisation de surfaces. Depuis l'apparition des Micro- et Nano- Technologies (MNT), les couches minces sont aussi utilisées libre de tout substrat sous forme autoportante comme éléments de structure devant répondre à des contraintes mécaniques significatives et subir des déformations importantes. Quelque soit son type, l'épaisseur des couches minces est généralement de l'ordre du micromètre et elles font généralement partie de systèmes mécaniques permettant de réaliser une ou plusieurs fonctions spécifiques. Afin d'améliorer la performance et la fiabilité de ces systèmes, il est nécessaire de pouvoir s'appuyer lors de leur conception sur une connaissance et une compréhension fine du comportement mécanique de ces couches minces.

Du fait de leur épaisseur, proche des dimensions de la microstructure, et des techniques d'élaborations différentes de celle du matériau massif, le comportement mécanique des matériaux en couches minces ne peut être extrapolé à partir de la connaissance du comportement de ce même matériau à l'échelle macroscopique. Il est donc nécessaire de développer des moyens de mesures adaptés à la caractérisation de telles couches dans un double objectif industriel et scientifique. Pour l'industriel, il s'agit de pouvoir s'appuyer sur des données fiables pour la conception et la fiabilisation de systèmes intégrant des couches minces. L'objectif scientifique repose sur une meilleure compréhension des phénomènes régissant le comportement mécanique des matériaux à cette échelle.

Cette thèse s'inscrit dans le cadre d'un partenariat entre le Centre National d'Études Spatiales de Toulouse (CNES-CST), la société Fialab (anciennement Novamems) et le Laboratoire Génie de Production de l'École Nationale d'Ingénieurs de Tarbes (LGP-ENIT) dans le but de développer des moyens de caractérisation des propriétés mécaniques de matériaux en couches minces. L'objectif est donc de développer des outils de caractérisation fiables et opérationnels dans l'optique d'une utilisation compatible à des fins de recherche et industrielles.

Ces travaux de thèses associent expérimentation et modélisation numérique dans le but d'identifier des modèles de comportement. Nous avons choisi de traiter dans un pre-

mier temps la caractérisation des couches minces autoportantes puis celle des couches minces déposées. Le manuscrit de thèse se décompose en quatre chapitres.

Le premier chapitre s'appuie sur une étude bibliographique pour donner un aperçu du contexte actuel de la caractérisation des matériaux en couches minces ainsi que les méthodes numériques de résolutions de problèmes inverses d'identification. Après avoir abordé les principaux enjeux de la caractérisation des matériaux en couches minces, nous détaillons les paramètres régissant leur comportement mécanique et nous présentons deux modèles, parmi d'autres, qui nous semblent particulièrement adaptés pour le décrire. Par la suite, nous listons et commentons les techniques de caractérisation mécanique couramment mises en œuvre pour l'étude des couches minces avec pour objectif de choisir la ou les techniques les mieux adaptées à l'étude de ces structures. Enfin, nous nous intéressons à l'apport des méthodes de résolution de problèmes inverses d'identification paramétrique dans la caractérisation mécaniques de couches minces.

Le deuxième chapitre est dédié à la caractérisation de couches minces autoportantes dont l'épaisseur est comprise entre $0{,}8$ et $25\,\mu m$ par microtraction uni-axiale. Nous détaillons dans un premier temps le principe de l'essai, le dispositif expérimental ainsi que les éprouvettes associées et leurs techniques de fabrication. Dans un deuxième temps nous présentons les méthodes mises en œuvre pour réduire les incertitudes de mesure liées à l'essai de microtraction. Nous proposons, dans un troisième temps, deux techniques pour mesurer l'endommagement mécanique de couches minces au cours de l'essai de microtraction. La première est basée sur la mesure de l'évolution du module d'élasticité et la deuxième sur l'évolution de la résistance électrique au cours de l'essai.

Le troisième chapitre porte sur le développement d'un outil pour permettre la caractérisation du comportement élasto-plastique de matériaux massifs grâce au couplage d'essais d'indentation instrumentée à une méthode d'identification paramétrique du comportement du matériau. L'objectif est de mettre au point cet outil à l'échelle macroscopique sur un matériau massif pour limiter les incertitudes de mesures liées à la caractérisation par nanoindentation de couches minces déposées. Les résultats de l'étude microstructurale des trois matériaux choisis pour cette étude sont présentés. Un poinçon sphérique et un poinçon autosimilaire sont évalués. Pour ce dernier, l'ajout comme entrée supplémentaire au problème inverse d'identification de la hauteur de bourrelet est discuté. Le résultat de l'identification pour ces trois matériaux et les deux géométries de poinçon sont présentés et comparés à ceux d'une campagne d'essais de traction conventionnelle. Enfin, les résultats sont mis en relation avec la microstructure du matériau afin d'évaluer les limites de l'outil développé. L'objectif fixé par le CNES et Fialab pour cet outil est une différence de moins de $20\,\%$ entre les propriétés mesurés par traction conventionnelle et le résultat de l'identification paramétrique.

Dans le quatrième chapitre sont présentés les résultats d'une étude exploratoire dont

le but est d'adapter l'outil développé dans le chapitre précédent à l'échelle de la couche mince. Pour cela, un essai de nanoindentation a été réalisé sur un alliage d'aluminium 2024 recuit et une identification paramétrique est menée sur le résultat de cet essai. Les résultats sont alors comparés à ceux du même matériau évalué par traction conventionnelle. Le résultat de la simulation de l'essai de nanoindentation avec les paramètres issus de l'essai de traction est aussi présenté et discuté afin de mettre en évidence les principaux points restant à traiter pour adapter l'outil développé à la caractérisation de couches minces déposées.

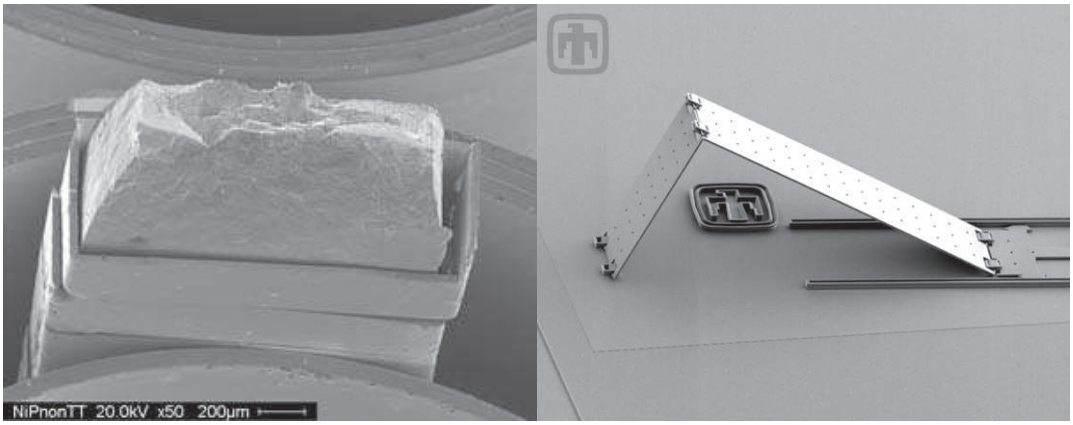
Chapitre 1

État de l'art

L'utilisation des couches minces par l'homme remonte à l'Antiquité : des feuilles d'or d'une épaisseur de $0{,}3\,\mu m$ datant de la 18e dynastie égyptienne (1567-1320 avant J.C.) ont été découvertes à Louxor [Ohring 01]. De nos jours, les couches minces sont utilisées dans un nombre important de domaines industriels comme la microélectronique et les Micro et Nano-Technologies (MNT) comme couches structurelles. Elles sont aussi utilisées dans l'industrie du traitement de surface où elles apportent des fonctions de protection (corrosion, radiations, résistance à l'abrasion,...) ou de fonctionnalisation (diminution du coefficient de frottement, hydrophobie, modification de l'indice de réflexion...) à un substrat.

De manière générale, les couches minces sont des couches dont l'épaisseur est comprise entre quelques couches atomiques et quelques dizaines de micromètres. Elles peuvent être composées de matériaux polymères, métalliques ou céramiques. Les couches minces sont usuellement divisées en deux catégories : les couches minces déposées et les couches minces autoportantes. La figure I.0 - 1a montre un exemple de couche mince déposée de NiP-Talc, développée au cours de la thèse de Bernard Etcheverry pour améliorer le comportement tribologique de l'acier 35NiCrMo16 [Etcheverry 06]. Ce revêtement avait pour objectif de remplacer les revêtements développés à partir de bains de chrome hexavalent, jugés trop dangereux pour la santé. La figure I.0 - 1b montre un exemple de réalisation d'un Microsystème-Électro-Mécanique (MEMS) conçu à partir de couches minces autoportantes.

Nous allons dans un premier temps mettre en évidence les enjeux de l'étude des propriétés mécaniques des couches minces. Par la suite, nous présenterons les principaux paramètres régissant leur comportement mécanique. Puis, nous détaillerons les différentes techniques de caractérisation mécanique couramment mises en œuvre pour l'étude de ces structures. Enfin, nous développerons les méthodes d'identification paramétrique que nous avons utilisées au cours de ces travaux.



(a) Visualisation après rupture d'une couche mince NiP-Talc de 20 µm d'épaisseur déposée sur une éprouvette de microtraction [Etcheverry 06].

(b) Micro-miroir orientable réalisé par Sandia Lab à partir de couches minces autoportantes [eSMART 05].

FIGURE I.0 - 1 – Exemples de couches minces déposée (a) et autoportante (b).

I.1 Enjeux de l'étude des propriétés mécaniques des couches minces

Les techniques de caractérisation mécanique sont généralement adaptées soit à la caractérisation des couches minces autoportantes, soit à celle des couches minces déposées, mais aucune ne permet la caractérisation des deux types de couches minces à la fois. Dans le cas de la caractérisation de couches minces déposées, il est nécessaire que la technique mise en œuvre permette de distinguer les propriétés de la couche de celles du substrat et de celles de l'interface.

Les couches minces sont principalement élaborées à partir d'approches « *Bottom-Up* », basées sur un large panel de techniques de dépôt, dont certaines seront décrites en II.1.4.1. La technique de dépôt ainsi que les paramètres choisis ont une influence importante sur la microstructure de la couche mince et de ce fait sur ses propriétés mécaniques [Martegoutte 12]. Afin de conserver les mêmes microstructures, il est primordial que le matériau et les éventuelles éprouvettes soient élaborées en utilisant les mêmes procédés et les mêmes paramètres que ceux utilisés pour l'élaboration de la couche mince finale.

Arzt a montré que la plupart des propriétés mécaniques couramment étudiées pour les couches minces sont sensibles à un « effet d'échelle », notamment en ce qui concerne leur épaisseur [Arzt 98]. Il est donc également nécessaire que les structures de tests possèdent la même épaisseur que la couche mince finale.

La plupart des méthodes de caractérisation mécanique des matériaux sont basées sur la mesure de la réponse d'une structure à l'application d'une charge ou d'un déplacement connu. Les propriétés mécaniques du matériau sont alors calculées en évaluant le couple

contrainte-déformation à partir du couple force-déplacement mesuré. Ce calcul nécessite la mise en œuvre d'un modèle dont une des entrées usuelles concerne la géométrie de l'éprouvette. Le contrôle dimensionnel de la couche mince est donc une étape importante dans la réduction des incertitudes lors de la caractérisation des matériaux. Ces incertitudes proviennent à la fois des tolérances géométriques inhérentes aux techniques de dépôts mises en œuvre et des imprécisions de mesures accentuées par la faible taille des éprouvettes. De même, la préparation et la manipulation de couches autoportantes possédant une épaisseur inférieure au micromètre sont délicates et requièrent une attention accrue.

I.2 Rappel des principaux paramètres mécaniques

Malgré les facteurs de formes importants et les faibles épaisseurs des couches minces, nous considérerons dans notre étude que les hypothèses de la mécanique des milieux continus sont vérifiées et nous prendrons les matériaux comme *homogènes* et *isotropes*. L'hypothèse fondamentale dont découle l'ensemble de la théorie générale de la mécanique est le découplage entre les déformations réversibles et les déformations irréversibles. Dans le cas de matériaux élasto-plastiques, cette hypothèse revient à écrire que la déformation totale ε est égale à la somme de la déformation élastique ε_e et de la déformation plastique ε_p :

$$\varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_p \tag{I.2.1}$$

On peut donc définir le comportement mécanique d'un matériau comme étant les déformations élastiques et plastiques en réponse à une contrainte σ :

$$\sigma, \begin{cases} \varepsilon_e &= f(\sigma) & \\ \varepsilon_p &= g(\sigma) & \text{si } \sigma \quad \sigma_y, \\ \varepsilon_p &= 0 & \text{si } \sigma < \sigma_y, \end{cases} \tag{I.2.2}$$

où σ_y est la limite d'élasticité du matériau, c'est à dire la plus petite valeur absolue à partir de laquelle la première déformation irréversible apparaît. Cette expression est vérifiée pour un chargement monotone et tant que le matériau reste vierge de tout endommagement.

I.2.1 Élasticité

Comme indiqué précédemment, nous étudions le cas d'un matériau *isotrope*. En considérant l'élasticité comme linéaire, la relation contrainte-déformation ne dépend alors que de deux paramètres : le module d'élasticité E et le coefficient de Poisson ν. Cette relation

s'écrit :

$$\sigma_{ij} = \frac{E}{1+\nu}\varepsilon_{ij} + \frac{\nu E}{(1+\nu)(1 \quad 2\nu)} \sum_{k=1}^{3} \delta_{ij}\varepsilon_{kk} \tag{I.2.3}$$

où δ_{ij} représente les composantes de la matrice identité.

Les couches minces se caractérisent par un état de contrainte biaxial et homogène dans le plan de la couche, ce qui revient à écrire $\sigma_{33} = \sigma_{13} = \sigma_{23} = 0$. On peut donc exprimer la relation contrainte-déformation en deux dimensions (i et $j = 1, 2$) comme :

$$\sigma_{ij} = \frac{E}{1+\nu}\varepsilon_{ij} + \frac{\nu E}{1 \quad \nu^2} \sum_{k=1}^{3} \delta_{ij}\varepsilon_{kk} \tag{I.2.4}$$

dans ce cas, la déformation dans l'épaisseur est égale à :

$$\varepsilon_{33} = \quad \frac{\nu}{1 \quad \nu}(\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22}) \tag{I.2.5}$$

I.2.2 Contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles σ_0 à l'état initial sont des contraintes mécaniques qui subsistent dans la structure lorsque celle-ci n'est soumise à aucune sollicitation extérieure. Ces contraintes sont généralement introduites dans les couches minces lors de leur élaboration ou des étapes de micro-usinage. Ces contraintes peuvent avoir une origine thermique ou microstructurale. Les contraintes d'origine thermique sont induites par les différences de coefficients de dilatation thermique (CTE) entre les différents matériaux. L'élaboration se fait à une température différente de la température ambiante. Après le dépôt, la température revient à la température ambiante. Les différents matériaux se dilatent plus ou moins en fonction de leurs CTE, ce qui créé une contrainte dans la couche mince et dans le substrat [Stoney 09]. Les contraintes d'origine microstructurale sont générées par les transformations de phase lors du dépôt et sont indépendantes des contraintes thermiques [Doerner 88]. Les contraintes résiduelles des couches minces résultent généralement de la combinaison de ces deux types de contraintes.

I.2.3 Plasticité

Au cours de la déformation plastique, le seuil de plasticité σ_s suit l'évolution de la contrainte σ et la loi d'écoulement plastique peut s'écrire sous la forme :

$$\begin{array}{lll} \dot{\varepsilon}_p = 0 & \text{si} & \sigma < \sigma_s \\ \dot{\varepsilon}_p \quad 0 & \text{si} & \sigma = \sigma_s \end{array} \tag{I.2.6}$$

Il a été montré que le seuil de plasticité est proportionnel à la densité de dislocations [Lemaitre 04]. Le nombre de dislocations dans un matériau n'étant jamais nul, il existe un seuil de plasticité σ_s initial appelé limite d'élasticité et noté σ_y. En pratique, la limite d'élasticité est prise comme étant la plus petite valeur du seuil de plasticité mesurée.

I.2.4 Modèles de comportement

Afin de modéliser l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation appliquée dans le domaine élasto-plastique, plusieurs modèles de comportement existent. Les essais préliminaires décrits dans le chapitre 3 ont montré que deux modèles parmi d'autres permettent de décrire complètement le comportement élasto-plastique des trois matériaux utilisés au cours de l'étude : il s'agit du modèle de Ramberg-Osgood et du modèle de Rasmussen.

I.2.4.1 Modèle de Ramberg-Osgood

Ce modèle a été développé en 1943 par W. Ramberg et W.R. Osgood. Il s'agit d'un modèle à quatre paramètres qui découle directement de la proportionnalité du seuil de plasticité avec la racine carrée de la densité de dislocations évoquée précédemment. Ce modèle permet d'exprimer la déformation comme une fonction de la contrainte [Ramberg 43] :

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} + \alpha \frac{\sigma_r}{E} \left(\frac{\sigma}{\sigma_r} \right)^n \tag{I.2.7}$$

où E représente le module d'élasticité initial du matériau, σ_r est une contrainte de référence rendant compte de la limite d'élasticité du matériau, n est le coefficient d'écrouissage et α permet d'adapter le niveau de déformation à partir duquel apparaît la déformation plastique.

La plupart des matériaux ne présente pas une limite d'élasticité mesurable de manière précise. Ainsi, elle est conventionnellement définie comme étant la contrainte atteinte pour une déformation plastique de $0{,}2\,\%$. Dans ce cas, elle est appelée limite conventionnelle d'élasticité et est notée $\sigma_{0,2}$. Le modèle de Ramberg-Osgood, dans le cas particulier de l'utilisation de cette limite conventionnelle d'élasticité , ne présente plus que trois paramètres indépendants et s'écrit alors :

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} + 0{,}002 \left(\frac{\sigma}{\sigma_{0,2}} \right)^n \tag{I.2.8}$$

Le coefficient α est calculé pour que la déformation plastique correspondante à la

contrainte $\sigma_{0,2}$ soit égale à $0{,}002$ de la manière suivante :

$$\alpha = 0{,}002\frac{E}{\sigma_{0,2}} \tag{I.2.9}$$

L'intérêt du modèle de Ramberg-Osgood est de permettre une description fine et continue de la transition élasto-plastique. Cependant, il n'est pas adapté à la description de certains matériaux qui présentent une forte déformation à rupture et un écrouissage linéaire [Rasmussen 03].

I.2.4.2 Modèle de Rasmussen

Un modèle de comportement intéressant est celui développé par K.J.R. Rasmussen. Il est basé sur le découplage de la modélisation des petites et des grandes déformations, comme illustré en figure I.2 - 2a. Les petites déformations sont décrites par le modèle de Ramberg-Osgood pour une limite conventionnelle d'élasticité à $0{,}2$ % alors que les grandes déformations sont décrites par une équation supplémentaire. Il s'agit d'un modèle à 6 paramètres indépendants qui s'écrit sous la forme [Rasmussen 03] :

$$\varepsilon = \begin{cases} \dfrac{\sigma}{E} + 0{,}002\left(\dfrac{\sigma}{\sigma_{0,2}}\right)^{n} & \text{si} \quad \sigma \quad \sigma_{0,2} \\ \dfrac{\sigma \quad \sigma_{0,2}}{E_{0,2}} + \varepsilon_u\left(\dfrac{\sigma \quad \sigma_{0,2}}{\sigma_u \quad \sigma_{0,2}}\right)^{m} + \varepsilon_{0,2} & \text{si} \quad \sigma > \sigma_{0,2} \end{cases} \tag{I.2.10}$$

Les paramètres de ce modèle sont : E qui correspond au module d'élasticité, $\sigma_{0,2}$ qui est la limite d'élasticité mesurée de manière conventionnelle à $0{,}2$ % de déformation, n le coefficient d'écrouissage de la première partie de la courbe et σ_u et ε_u qui sont respectivement la contrainte maximale et la déformation associée. Les coefficients calculés à partir des paramètres précédents sont : $E_{0,2}$ qui permet d'assurer la continuité de la dérivée lors de la transition, m qui représente la courbure de la deuxième partie du modèle et $\varepsilon_{0,2}$ qui est la déformation atteinte pour une contrainte égale à $\sigma_{0,2}$. Tant que la contrainte est inférieure à $\sigma_{0,2}$, le modèle de Rasmussen est identique au modèle de Ramberg-Osgood écrite dans le cas particulier d'une limite conventionnelle d'élasticité.

Lorsque la contrainte est supérieure à la limite d'élasticité conventionnelle, la relation prend la forme d'une transformation linéaire de l'équation de Ramberg-Osgood initiale écrite dans un deuxième repère comme montré dans la figure I.2 - 2b [Rasmussen 03] :

$$\bar{\varepsilon} = \frac{\bar{\sigma}}{E_{0,2}} + \bar{\varepsilon}_{u_p}\left(\frac{\bar{\sigma}}{\bar{\sigma}_u}\right)^{m} \tag{I.2.11}$$

où $\bar{\varepsilon}$ et $\bar{\sigma}$ sont respectivement la déformation transformée et la contrainte transformée

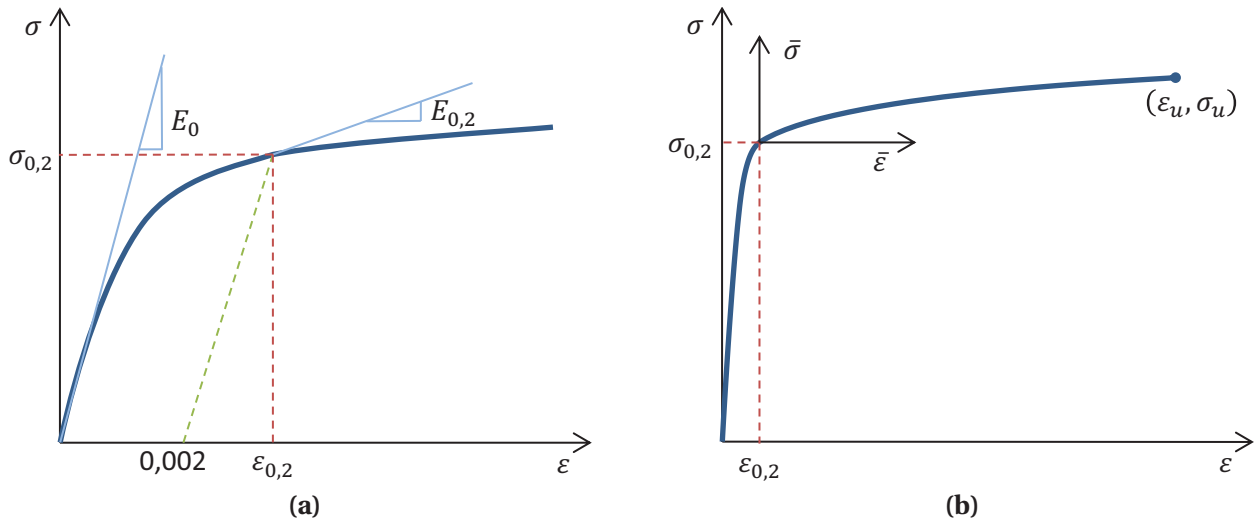


FIGURE I.2 - 2 – Représentation graphique du modèle de Rasmussen mettant en évidence les différents paramètres (a) et le changement de repère permettant d'écrire la deuxième partie du modèle (b).

calculées comme :

$$\bar{\varepsilon} = \varepsilon \quad \varepsilon_{0,2} \tag{I.2.12}$$

$$\bar{\sigma} = \sigma \quad \sigma_{0,2} \tag{I.2.13}$$

Un changement de repère permet d'écrire la contrainte ultime transformée $\bar{\sigma}_u$ en fonction de la contrainte ultime σ_u et de la limite conventionnelle d'élasticité $\sigma_{0,2}$:

$$\bar{\sigma}_u = \sigma_u \quad \sigma_{0,2} \tag{I.2.14}$$

et la déformation plastique ultime transformée $\bar{\varepsilon}_{u_p}$ s'écrit en fonction de la déformation mesurée correspondante à la contrainte ultime σ_u, de la déformation équivalente à la limite d'élasticité $\varepsilon_{0,2}$ et de la déformation élastique atteinte, soit :

$$\bar{\varepsilon}_{u_p} = \varepsilon_u \quad \varepsilon_{0,2} \quad \frac{\sigma_u}{E} \tag{I.2.15}$$

Rasmussen fait l'hypothèse que pour des matériaux présentant des déformations à rupture importante, la déformation ultime transformée peut être remplacée par la déformation ultime [Rasmussen 03] :

$$\bar{\varepsilon}_{u_p} \quad \varepsilon_u \tag{I.2.16}$$

Ainsi, par rapport au modèle de Ramberg-Osgood pour une limite d'élasticité conventionnelle, deux paramètres supplémentaires sont alors nécessaires pour décrire le comportement mécanique du matériau :

— la contrainte ultime σ_u,
— la déformation ultime ε_u.

Les autres paramètres sont calculés comme suit :

— le module $E_{0,2}$ représente la pente initiale de la deuxième partie de la courbe. Afin d'assurer la continuité entre les deux parties, $E_{0,2}$ est calculé à partir de l'équation I.2.8 comme étant $d\sigma/d\varepsilon\ _{\sigma=\sigma_{0,2}}$ et vaut :

$$E_{0,2} = \frac{E}{1 + 0{,}002n\dfrac{E}{\sigma_{0,2}}} \tag{I.2.17}$$

— la déformation $\varepsilon_{0,2}$ correspond à la déformation atteinte lorsque la contrainte est égale à la limite conventionnelle d'élasticité $\sigma_{0,2}$ et est égale à :

$$\varepsilon_{0,2} = 0{,}002 + \frac{\sigma_{0,2}}{E} \tag{I.2.18}$$

— Rasmussen obtient l'exposant m par itérations successives en utilisant des courbes d'essais de traction effectués sur des aciers inoxydables. La valeur de m ne dépend que de la contrainte ultime σ_u et de la limite conventionnelle d'élasticité $\sigma_{0,2}$. Elle s'exprime par [Rasmussen 03] :

$$m = 1 + 3{,}5\frac{\sigma_{0,2}}{\sigma_u} \tag{I.2.19}$$

Bien que permettant une description plus précise que le modèle de Ramberg-Osgood pour les matériaux présentant une ductilité importante, le modèle de Rasmussen présente plusieurs inconvénients :

— seule la limite conventionnelle d'élasticité est considérée. Contrairement au modèle de Ramberg-Osgood, le coefficient α qui permet d'adapter le niveau de déformation à partir duquel apparaît la déformation plastique est perdu,
— une approximation est faite dans le modèle pour les matériaux fortement ductiles (équation I.2.16), approximation qui n'est totalement justifiée par l'auteur que pour les aciers inoxydables. De plus, cette écriture fait que pour une contrainte σ_u, la déformation est différente de ε_u,
— l'identification de l'exposant m en utilisant la formule proposée par Rasmussen (équation I.2.19) n'a été vérifiée que dans le cadre de la caractérisation d'aciers inoxydables et n'est pas validée pour les autres classes de matériaux.

Deux modèles de comportement ont été présentés qui permettent de caractériser le comportement mécanique élastique et plastique de matériaux métalliques. Afin de calcu-

ler les paramètres des modèles de comportements présentés précédemment, il est nécessaire de mettre en œuvre des techniques de caractérisation permettant de déterminer le comportement mécanique du matériau à partir de la réponse d'une structure.

I.3 Outils de caractérisation des couches minces

Un grand nombre de techniques ont été développées afin de répondre à la problématique de la caractérisation mécanique des couches minces. Ces techniques permettent de caractériser soit des couches minces autoportantes, soit des couches minces déposées. De plus, les propriétés mesurables ainsi que la précision et la difficulté de mise en œuvre sont variables d'une technique à l'autre. Nous présentons et commentons ici les principales techniques employées à l'heure actuelle que nous classons par type de sollicitation employée.

I.3.1 Tests de micro-flexion

Le principal avantage de ce mode de sollicitation est la possibilité de créer de grands déplacements à partir d'une force relativement faible, comparativement à l'essai de microtraction. Les différents essais se distinguent par les conditions aux limites appliquées aux structures.

I.3.1.1 Poutre encastrée libre ou cantilever

La flexion de poutre encastrée-libre est une technique connue et utilisée depuis de nombreuses années. En 1957, Pearson et al. [Pearson 57] ont réussi à mesurer certaines propriétés mécaniques de barreaux de silicium de $20\,\mu m$ de diamètre grâce à cette technique.

Au cours de l'essai de micro-flexion, une poutre encastrée d'un côté est sollicitée en flexion (cf. figure I.3 - 3). Les pointes d'un AFM (Atomic Force Microscope) ou d'un nanoindenteur sont souvent utilisées pour appliquer la charge. La déformation de la structure est la plupart du temps assez importante pour pouvoir être mesurée grâce à la microscopie optique.

Pour une poutre cantilever de largeur w et d'épaisseur t, la charge P est reliée à la flèche δ et à la distance entre l'encastrement et le point d'application de la force l_a par le module d'élasticité E du matériau selon la formule :

$$P = \frac{E}{4}\frac{wt^3}{l_a^3}\delta \tag{I.3.1}$$

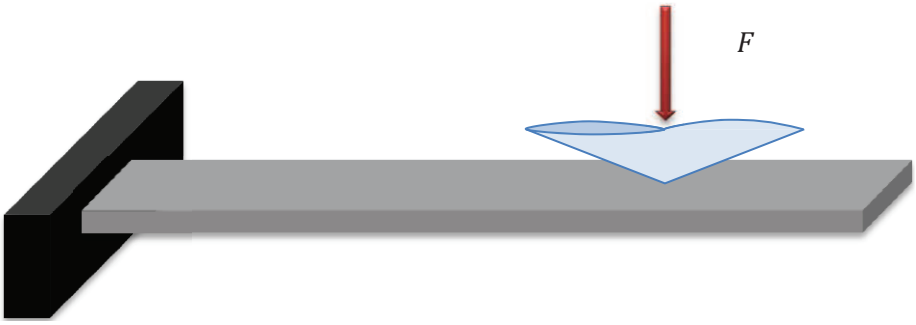


FIGURE I.3 - 3 – Principe de la micro-flexion d'une structure encastrée-libre. La force est généralement exercée par la pointe d'un nanoindenteur ou d'un AFM.

Dans les cas où les dimensions de la structure sont telles que $w > 5t$ (ce qui est souvent le cas), le module mesuré correspond au module biaxial E_b qui est relié au module d'élasticité par la relation [Osterberg 97] :

$$E_b = \frac{E}{(1-\nu^2)} \tag{I.3.2}$$

où ν représente le coefficient de Poisson du matériau.

L' équation I.3.1 n'est valable que si le support et donc l'encastrement sont parfaitement rigides, si l'hypothèse des petites déformations est vérifiée et si le cisaillement est négligeable. Si l'une de ces hypothèses n'est pas vérifiée, il faut faire appel à une modélisation par éléments finis pour interpréter les résultats [Wilson 96a, Baker 94, Wilson 96b].

L'un des inconvénients de ce type de sollicitation est que le cube de l'épaisseur de la couche t^3 intervient dans le calcul de E, ce qui le rend très sensible aux incertitudes de mesures sur l'épaisseur de la couche ainsi qu'à ses variations. Dans le cadre de la caractérisation mécanique des couches minces, cette dimension est très petite et les techniques de mesures actuelles impliquent la présence d'une incertitude importante. De plus, lorsque la largeur de la structure est plus de cinq fois supérieure à l'épaisseur, il est nécessaire de connaître le coefficient de Poisson ν du matériau pour calculer le module d'élasticité. La charge doit aussi être appliquée de manière précise afin de ne pas introduire de torsion dans la poutre [Rigo 03]. Enfin, il est technologiquement difficile de fabriquer des ancrages suffisamment rigides pour ne pas rendre l'équation I.3.1 inutilisable.

I.3.1.2 Poutre bi-encastrée

Des éprouvettes bi-encastrées sont aussi utilisées pour caractériser le module d'élasticité E et évaluer la contrainte résiduelle σ_0. Dans ce cas, la poutre est encastrée des deux côtés et la charge est appliquée à égale distance des deux supports comme montré dans la figure I.3 - 4. Le système est alors hyperstatique d'ordre 2. Pour une poutre de longueur l,

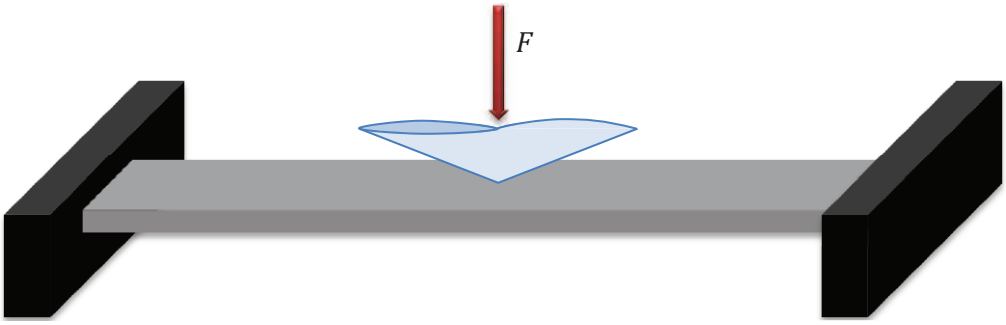


FIGURE I.3 - 4 – Principe de la micro-flexion d'une poutre bi-encastrée. La force est généralement exercée par la pointe d'un nanoindenteur ou d'un AFM.

de largeur w et d'épaisseur t, Senturia propose une relation entre la charge appliquée P et la flèche mesurée au centre δ [Senturia 01] :

$$P = \frac{Ew\pi^4}{6}\left(\frac{t}{l}\right)^3\delta + \frac{Ew\pi^4}{8}\left(\frac{t}{l^3}\right)\delta^3 + \frac{w\sigma_0\pi^2}{2}\left(\frac{e}{l}\right)\delta \tag{I.3.3}$$

Les trois termes de l'équation représentent respectivement la flexion, l'allongement et l'influence des contraintes internes de la structure. Il est à noter que cette équation est une forme approchée de la solution réelle et qu'une solution plus précise peut être obtenue par l'utilisation de simulations numériques [Senturia 01]. Lorsque l'hypothèse des petites déformations est validée, le terme représentant l'allongement peut être négligé.

Lorsque les dimensions de la structure sont telles que $w > 5t$ (ce qui est souvent le cas), le module mesuré correspond au module biaxial E_b et il faut se reporter à l'équation I.3.2 pour calculer le module d'élasticité.

Lorsque les contraintes résiduelles σ_0 ou le module d'élasticité E de la couche mince sont connus, une géométrie d'éprouvette est suffisante pour mesurer l'autre propriété. Sinon, il est nécessaire de réaliser des essais sur des structures de longueurs différentes pour déterminer ces deux propriétés. Pruessner a caractérisé le module d'élasticité et les contraintes résiduelles de phosphure d'indium (InP) de $1{,}7\,\mu$m d'épaisseur grâce à cette méthode [Pruessner 03].

Afin de prendre en compte la déformation des ancrages et d'obtenir une relation plus précise entre la charge appliquée et la flèche mesurée, d'autres auteurs ont fait appel à la modélisation par éléments finis. Ainsi, Zhang a caractérisé le module d'élasticité, les contraintes résiduelles et la contrainte ultime de flexion de structures réalisées en nitrure de silicium de $0{,}8\,\mu$m d'épaisseur [Zhang 00].

Tout comme pour la caractérisation de structures encastrées-libres, le cube de l'épaisseur intervient dans le calcul du module d'élasticité E et entraine donc une incertitude de mesure importante. De la même manière pour les structures présentant une largeur plus

de cinq fois supérieure à l'épaisseur, il est nécessaire de connaître le coefficient de Poisson ν pour calculer le module d'élasticité.

Il est aussi possible de fléchir ce type de poutre grâce à un actionnement électrostatique. Cet essai, développé par Osterberg et Senturia, est baptisé « M-Test », et permet de calculer le module d'élasticité E et la contrainte résiduelle σ_0 par l'application d'une force d'attraction électrostatique créée par une différence de potentiel entre l'éprouvette et une électrode fixe [Osterberg 97]. La mise en œuvre expérimentale de cet essai est trop difficile pour rendre ce test réellement intéressant.

I.3.2 Gonflement de membrane

La technique du gonflement de membrane ou « bulge-test » est elle aussi une technique ancienne puisque sa première utilisation remonte à 1959 [Beams 59]. Comme le montre la figure I.3 - 5, son principe réside dans la mesure de la déformation d'un membrane soumise à une pression différentielle.

Cette technique permet de mesurer les modules d'élasticité E et les contraintes résiduelles σ_0 de couches minces. Grâce à la méthode de la minimisation de l'énergie, différents auteurs ont mis en relation la pression et la déformation au centre de la membrane (w_0). Ce résultat dépend fortement des approximations faites sur le vecteur déplacement [Timoshenko 59] :

$$P = C_1 \frac{t\sigma_0}{l^2} w_0 + C_2\left(\nu, \frac{w}{l}\right) \frac{E}{1-\nu} \frac{t}{l^4} w_0^3 + C_3 \frac{E}{1-\nu^2} \frac{t^3}{l^4} w_0 \tag{I.3.4}$$

t, w et l représentent respectivement l'épaisseur, la demi-largeur et la demi-longueur de la membrane. Les coefficients C_1, C_2 et C_3 dépendent du modèle adopté pour le vec-

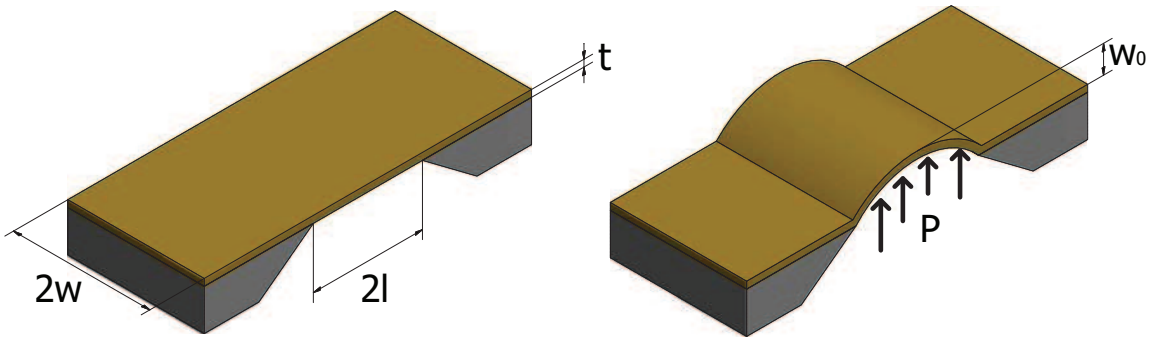


FIGURE I.3 - 5 – Déformation d'une structure lors d'un essai de gonflement de membrane. Les différentes grandeurs géométriques nécessaires au calcul des propriétés mécaniques sont indiquées sur le schéma.

teur déplacement. Le premier terme représente l'effet linéaire de la contrainte résiduelle, la deuxième composante rend compte de l'étirement de la membrane sous l'effet de la pression et la dernière composante représente la flexion libre de la membrane. Ce terme peut être négligé pour les grandes déformations (quand $(t/w)^2 << 1$) et I.3.4 devient :

$$P = C_1 \frac{t\sigma_0}{l^2} w_0 + C_2 \left(\nu, \frac{w}{l}\right) \frac{E}{1 \quad \nu} \frac{t}{l^4} w_0^3 \tag{I.3.5}$$

Le module d'élasticité E et la contrainte résiduelle σ_0 sont calculés en traçant la courbe $P/w_0 = f\,(w_0^2)$. Ils sont respectivement calculés à partir du coefficient directeur et de l'ordonnée à l'origine de la droite.

Plusieurs auteurs ont travaillé sur l'identification des paramètres C_1 et C_2. Pour des membranes carrées, il peut être admis que $C_1 = 3{,}42$ et $C_2 = 1{,}91(1 \quad 0{,}207\nu)$ [Youssef 10]. Si l'on se place dans le cas d'une membrane rectangulaire de longueur infinie ($l/w > 4$), Vlassak et Ziebart ont montré que $C_1 = 2$ et $C_2 = \frac{8}{6(1+\nu)}$ [Vlassak 92, Ziebart 99].

L'incertitude sur la longueur l de la membrane doit être la plus réduite possible, car celle-ci intervient à la puissance 4 dans la détermination du module d'élasticité et de la contrainte résiduelle du matériau. De plus, cette technique nécessite de connaître le coefficient de Poisson ν du matériau à caractériser.

I.3.3 Sollicitations dynamiques de structures

Les méthodes que nous avons décrites jusqu'à maintenant ont en commun le caractère statique ou quasi-statique de la sollicitation appliquée. Les deux méthodes décrites ci-après sont des méthodes appliquées à des structures de types poutres ou membranes auxquelles sont appliqués des chargements dynamiques.

I.3.3.1 Test de résonance dynamique

La mesure de la fréquence de résonance permet de mesurer le module d'élasticité E et la contrainte résiduelle σ_0 d'une structure. Pour une poutre cantilever d'épaisseur t, de longueur l et de densité ρ, la fréquence de résonance f_r est donnée par la relation [Timoshenko 64] :

$$f_r = 0{,}1 \frac{t}{l^2 \sqrt{\frac{E}{\rho}}} \tag{I.3.6}$$

Dans le cas d'une poutre bi-encastrée, la fréquence de résonance f_r est fonction de la contrainte résiduelle σ_0 et la relation I.3.6 devient [Timoshenko 64] :

$$f_r = \frac{\pi}{2 \quad \overline{12}} \frac{t}{l^2} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \left(\sqrt{1 + \frac{12\,\sigma_0\,l^2}{\pi^2\,E\,t^2}} \right) \tag{I.3.7}$$

L'inconvénient principal de cette technique est de faire intervenir la masse volumique ρ de la poutre qui est difficile à déterminer pour une couche mince.

I.3.3.2 Vibrométrie

La vibrométrie est une technique qui permet de déterminer les modes de vibration propres d'une structure et, de manière indirecte, de calculer le module d'élasticité E et les contraintes résiduelles σ_0 dans les couches minces.

Une céramique piézoélectrique permet d'exciter une membrane. L'amplitude de la vibration est mesurée de manière optique, par exemple par interférométrie, ou électrique grâce à un système capacitif ou résistif. La gamme de fréquences généralement utilisées se situe entre 1 kHz et 5 MHz. Pour l'étude théorique, nous considérerons une plaque rectangulaire encastrée sur toute sa périphérie. L'équation de la fréquence de résonance proposée par Jonsmann et al. est [Jonsmann 95] :

$$f_{mn}^2 = \frac{E}{\rho\,(1 \quad \nu^2)}\left[\left(\frac{C_{1_{mn}}}{l^4} + \frac{C_{2_{mn}}}{w^4} + \frac{C_{3_{mn}}}{l^2 w^2}\right) t^2 + (1+\nu)\,\varepsilon_0 \left(\frac{C_{4_{mn}}}{l^2} + \frac{C_{5_{mn}}}{w^2}\right) + \left(\frac{C_{6_{mn}}}{l^4} + \frac{C_{7_{mn}}}{w^4} + \frac{C_{8_{mn}}}{l^2 w^2}\right)\omega^2\right] \quad \text{(I.3.8)}$$

où ε_0 est la déformation initiale, ω l'amplitude de vibration maximum, $C_{i_{mn}}$ ($i = 1$ à 8) des constantes calculées par Jonsmann pour les six premiers modes de résonances d'une membrane [Jonsmann 95], l et w les dimensions de la membrane, t l'épaisseur et E et ν sont respectivement le module d'élasticité et le coefficient de Poisson du matériau constituant la membrane.

Dans le cas particulier d'une membrane carrée, δ est négligeable devant t et l'équation I.3.8 devient :

$$\left(\frac{f_{mn}}{C_{9_{mn}}}\right) = \frac{\sigma_0}{\rho l^2} C_{10_{mn}} + \frac{E}{\rho\,(1 \quad \nu^2)}\left(\frac{t}{l^2}\right)^2 \quad \text{(I.3.9)}$$

où $C_{9_{mn}}$ et $C_{10_{mn}}$ sont des constantes calculées par Jonsmann pour chacun des quatre premiers modes de vibration [Jonsmann 95] et σ_0 la contrainte résiduelle dans le film. En traçant la droite $f_{mn}/C_{9_{mn}}$ en fonction de $C_{10_{mn}}$ et en connaissant les dimensions de la membrane, ses fréquences de résonance et la densité volumique ρ du film, le module d'élasticité E et la contrainte résiduelle σ_0 sont extraits par régression linéaire.

L'inconvénient principal de cette technique est de faire intervenir le carré de l'épaisseur de la couche ainsi que les largeurs et longueurs à la puissance 4. Il est donc impératif de parfaitement caractériser la géométrie des éprouvettes afin de limiter l'incertitude sur les calculs du module d'élasticité et de la contrainte résiduelle. De plus, la connaissance de la masse volumique ρ est nécessaire pour le calcul des propriétés mécaniques.

I.3.4 Test de microtraction uniaxiale

Le test de microtraction est similaire à l'essai de traction couramment réalisé à l'échelle macroscopique, si ce n'est qu'il concerne un système de taille réduite. Il présente l'intérêt d'une sollicitation homogène et uniaxiale de l'éprouvette. Cette technique permet de déterminer le module d'élasticité E, le coefficient de Poisson ν, la limite d'élasticité σ_y ainsi que les propriétés plastiques et visco-plastiques. Nous présentons ici l'état de l'art sur la réalisation d'essais de microtraction sur couches minces autoportantes en détaillant notamment les types d'éprouvettes, les moyens de mesures de déplacement et les méthodes de fixation des éprouvettes. Les procédures d'exploitation des essais seront présentées plus loin dans le chapitre 2.

I.3.4.1 Types d'éprouvettes

Comme pour tous les essais mécaniques réalisés sur les couches minces, la manipulation des éprouvettes avant essai est rendue difficile par leur petite taille et leur faible résistance aux sollicitations mécaniques. Ceci est particulièrement vrai dans le cas de l'essai de microtraction sur couche mince en raison notamment du facteur de forme important entre l'épaisseur et les autres dimensions de l'éprouvette. Afin de protéger les éprouvettes pendant la préparation de l'essai, deux configurations d'éprouvettes sont principalement utilisées : il s'agit des éprouvettes semi-détachées et des éprouvettes encadrées.

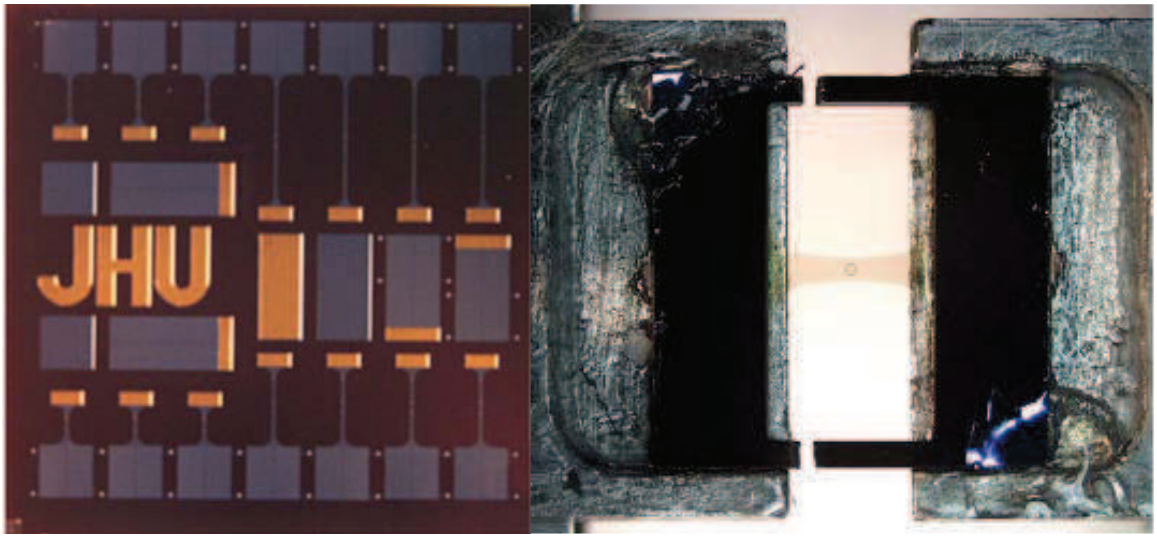
Éprouvettes semi-détachées

Les éprouvettes semi-détachées sont des éprouvettes dont une des extrémités reste attachée au substrat comme montré sur la figure I.3 - 6a. Cette dernière est fixée sur la platine et un dispositif permet de tirer sur l'extrémité libre. Ce type d'éprouvette a été introduit par Tsuchiya et Greek et al. en 1997 pour mesurer les propriétés du poly-silicium [Tsuchiya 98, Greek 97]. La configuration a plus tard été reprise par d'autres auteurs [Sharpe Jr 01, Corigliano 04, De Masi 04].

L'intérêt de ce type d'éprouvettes réside dans la facilité de fabrication d'un grand nombre d'éprouvettes sur un même support, réduisant ainsi le coût de fabrication. Cette configuration est bien adaptée à une mesure automatisée mais il est difficile de réaliser des ancrages présentant la même rigidité des deux côtés de l'éprouvette.

Éprouvettes encadrées

Les éprouvettes encadrées sont des éprouvettes auto-portantes dont la partie utile possède une section qui peut être extrêmement réduite. Cette partie utile est entourée par deux bras plus épais réalisés dans le même matériau ou dans un matériau différent. Ces bras ont pour but d'apporter à l'éprouvette une résistance mécanique accrue pour per-



(a) Éprouvettes semi-détachées de silicium [Sharpe Jr 01].

(b) Éprouvette encadrée de silicium collée [Sharpe Jr 08].

FIGURE I.3 - 6 – Illustration des différentes configurations d'éprouvette pour la microtraction.

mettre sa manipulation. Une fois l'éprouvette en place, les bras de maintien sont coupés. Une illustration d'éprouvette encadrée est montrée figure I.3 - 6b.

Un des premiers essais de microtraction a été réalisé par Neugebauer en 1960 sur ce type d'éprouvette [Neugebauer 60]. Des couches d'or dont l'épaisseur variait de $50\,\text{nm}$ à $1{,}5\,\mu\text{m}$ ont été déposées sur un substrat en sel. Une fois l'éprouvette montée dans les mors, le sel a été dissous avec de l'eau afin de libérer la couche d'or. Les résultats obtenus ($E = 50\,\text{GPa}$ et $\sigma_r = 260\,\text{MPa}$) sont assez proches des résultats récents.

Ce type d'éprouvettes a depuis été repris par beaucoup d'auteurs afin de caractériser plusieurs classes de matériaux [Read 92, Sharpe Jr 05, Guo 07, Isono 06]. La densité d'éprouvette est moins importante et la mise en place d'un essai automatisé est rendu plus difficile que dans le cas des éprouvettes semi-détachées. Cependant, cette configuration d'éprouvette présente une symétrie parfaite qui permet de conserver une zone fixe dans le cas d'une observation *in-situ* au cours de l'essai.

C'est donc ce type d'éprouvette que nous avons sélectionné pour notre étude.

I.3.4.2 Méthodes de fixation des éprouvettes

La fixation de l'éprouvette dans les mors est un des points essentiels lors de la réalisation d'essais de microtraction sur couches minces. La méthode choisie doit assurer le non-glissement de l'éprouvette dans les mors et le maintien de son alignement au cours de l'essai. Plusieurs méthodes ont été développées pour assurer la fixation : le collage, l'accrochage électrostatique, et la fixation par interaction mécanique.

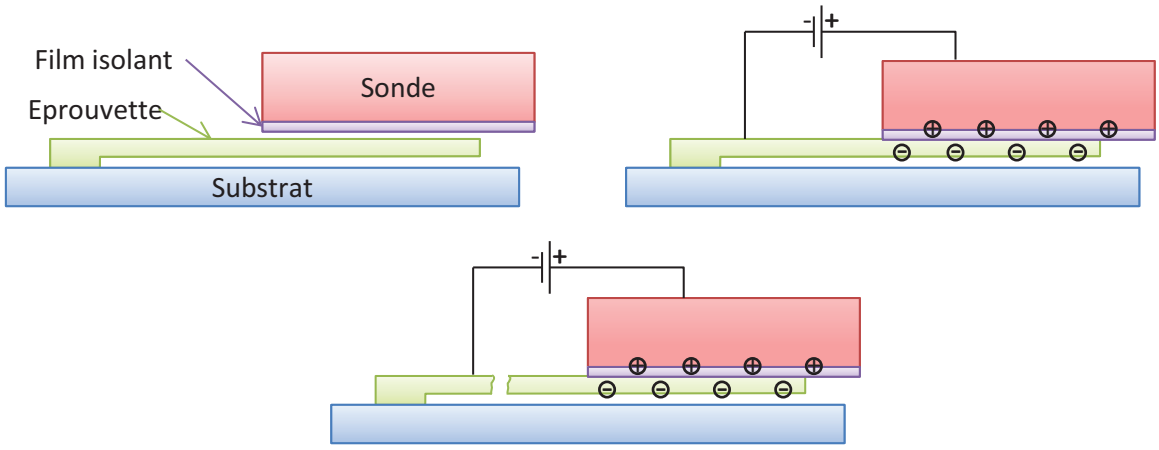


FIGURE I.3 - 7 – Schéma de principe de la fixation par force électrostatique [Yi 99].

Collage

Cette technique est adaptable aux deux types d'éprouvettes. Sharpe et al. ont utilisé la technique de collage pour leurs tests sur des éprouvettes encadrées comme le montre la figure I.3 - 6b [Sharpe Jr 08]. L'éprouvette a d'abord été pré-collée grâce à une colle photosensible afin de réaliser l'alignement final. Une fois l'alignement réalisé le collage a été finalisé avec de la colle forte. Cho et Chasiotis ont eux aussi utilisé une technique mettant en jeu une colle photosensible, mais sur des éprouvettes semi-détachées [Cho 07]. Il est ainsi possible de ne déclencher la polymérisation de la colle que lorsque l'alignement du système de traction a été effectué.

Le principal inconvénient de cette méthode est la déformation de la colle au cours de l'essai, déformation qui se cumule à la déformation de l'éprouvette, ce qui impose une mesure de déplacement ou de déformation sur la partie utile de l'éprouvette uniquement.

Fixation par force électrostatique

Tsuchiya et al. ont utilisé la force électrostatique pour maintenir une éprouvette au cours d'un essai [Tsuchiya 98]. Une différence de potentiel est appliquée entre une sonde isolante et l'éprouvette conductrice. Une force électrostatique est alors créée. Le principe de cette méthode est illustrée en figure I.3 - 7.

Cette technique est utilisable dans le cas d'éprouvettes présentant des sections réduites. En effet, la force d'actionnement est directement reliée à la tension appliquée et, dans le cas de tensions trop importantes, un arc électrique peut se former entre la sonde et l'éprouvette et endommager le système. De plus, cette méthode de fixation n'est applicable qu'aux éprouvettes conductrices.

Fixation par interaction mécanique :

La dernière méthode consiste à solidariser mécaniquement l'éprouvette et les mors par

vissage, serrage ou utilisation d'un obstacle. Greek et al. ont utilisé des éprouvettes semi-détachées dont l'extrémité libre était formée par un anneau dans lequel s'introduisait une sonde circulaire [Greek 97]. Isono a utilisé une fixation par obstacle entre un actionneur piézoélectrique et une éprouvette de microtraction encadrée [Isono 06].

Cette technique est mieux adaptée que la fixation électrostatique dans le cas où les forces mises en jeu sont importantes. De plus, le système de fixation par interaction mécanique étant souvent beaucoup plus rigide que la partie utile de l'éprouvette, sa déformation est négligeable contrairement à la déformation de la colle dans le cas de la fixation par collage.

C'est cette méthode de fixation que nous avons choisie pour notre étude.

I.3.4.3 Mesure de déplacement

La mesure de la déformation des éprouvettes au cours d'un essai de microtraction est particulièrement difficile. En effet, il faut à la fois que la technique de mesure possède une résolution importante pour mesurer précisément les phénomènes élastiques, mais aussi que la plage de mesure soit assez importante pour permettre une mesure sur toute la plage de l'essai. De plus, les méthodes usuellement employées à l'échelle macroscopique (jauges de déformations et extensomètres) ne sont pas applicables en raison de la taille réduite des éprouvettes. Il faut donc mesurer soit le déplacement des mors, soit directement la déformation de l'éprouvette par des mesures sans contact : diffraction ou corrélation d'image.

Mesure du déplacement des mors

Il existe plusieurs techniques qui permettent de mesurer précisément le déplacement des mors : courant de Foucault, interférométrie, capteur capacitif... Cependant ces méthodes de mesure introduisent des erreurs dans le calcul de la déformation de l'éprouvette. Elles intègrent en effet les déformations du bâti, le glissement de l'éprouvette ou le désalignement des mors. Les deux dernières sources d'erreurs peuvent être limitées par la mise en œuvre d'un protocole d'essai strict. Par contre les déformations du bâti doivent impérativement être prises en compte dans le calcul de la déformation de l'éprouvette.

Namazu et al. ont utilisé un modèle par éléments finis de leurs éprouvettes et ont montré que, dans leur cas, la déformation de la partie utile de l'éprouvette était égale à $68\,\%$ du déplacement total des zones d'accroches [Namazu 07]. Cependant, cette méthode ne permet pas de prendre en compte les déformations du bâti.

Greek et al. ont utilisé des éprouvettes de tailles différentes pour s'affranchir de la souplesse de leur machine. Des éprouvettes de $250\,\mu m$ et $1\,000\,\mu m$ de long ont été caractérisées

avec cette méthode [Greek 98]. La déformation ε est calculée par la formule :

$$\varepsilon = \frac{\delta_{1000}}{l_{1000}} \quad \frac{\frac{\sigma}{k_{250}}}{l_{250}} \tag{I.3.10}$$

où δ_{1000} est l'allongement mesuré de l'éprouvette longue, l_{1000} et l_{250} sont les longueurs des deux éprouvettes, σ est la contrainte au sein de la partie utile de l'éprouvette, et k_{250} est la pente de la droite obtenue à partir de la régression sur la portion linéaire de la courbe contrainte-déplacement de l'éprouvette la plus courte. Le module d'élasticité E du matériaux est calculé par :

$$E = \frac{l_{1000}}{k_{1000}^{1}} \quad \frac{l_{250}}{k_{250}^{1}} \tag{I.3.11}$$

Cette dernière méthode présente l'inconvénient de devoir mesurer deux éprouvettes pour chaque essai et augmente de fait l'incertitude de mesure à moins de doubler le nombre d'essais.

Mesure des déplacements par interférométrie sur la partie utile de l'éprouvette

En mesurant les déformations directement sur l'éprouvette, on s'absout des erreurs introduites par la déformation des mors. Sharpe et al. ont réussi à mesurer dès 1997 la déformation d'une éprouvette en utilisant l'interférométrie [Sharpe Jr 97]. La figure I.3 - 8 montre deux fines lignes d'or de $0{,}5$ µm d'épaisseur sur une éprouvette de traction en poly-silicium qui servent de jauge pour mesurer le déplacement. Seulement deux lignes sont visibles sur cette image mais quatre lignes peuvent être placées en carré pour obtenir le déplacement axial et le déplacement transversal.

Quand ces lignes sont éclairées avec un laser (10 MW He-Ne par exemple), des franges d'interférences se forment. Il s'agit des interférences d'Young en réflexion. La déformation de l'éprouvette entraîne le déplacement des marqueurs par rapport à la source laser qui se traduit par un déplacement des franges. Ce déplacement est mesuré avec un train de diode linéaire et est converti en déformation avec une résolution de l'ordre de $1 \quad 10^{-1}$ µm.m^{-1}.

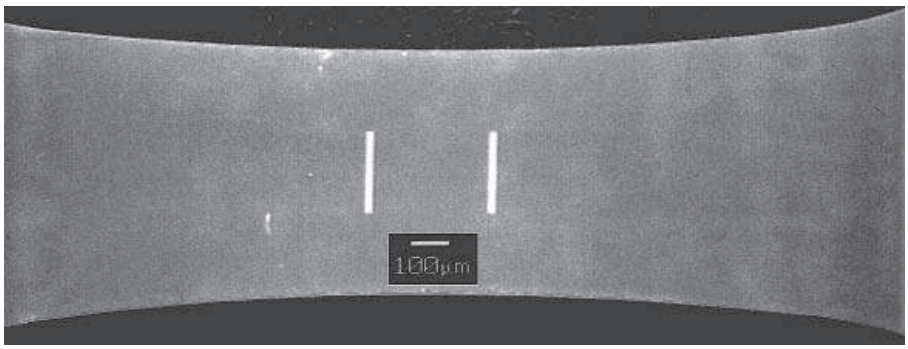


FIGURE I.3 - 8 – Deux lignes d'or sur une éprouvette en poly-silicium

Cette méthode permet donc d'obtenir une courbe force/déplacement en temps réel. Cette technique est appelée ISDG (Interferometric Strain/Displacement Gage). En 1997, la fréquence maximale de rafraichissement était de $0{,}5$ Hz à 1 Hz. Il est certainement possible d'obtenir aujourd'hui de meilleures performances.

Il est nécessaire que les éprouvettes ne soient pas transparentes pour pouvoir utiliser cette technique. En effet la déformation du dioxyde de silicium n'a pas pu être mesurée par Sharpe avec cette technique.

Corrélation d'images

La corrélation d'images est une technique de mesure de champ de déplacements se basant sur la mise en correspondance de deux images numériques de la surface à observer à deux états distincts de déformations, un état de référence et un état dit déformé [Sutton 00]. Il est ainsi possible de mesurer un champ dense de déplacements au cours de l'essai jusqu'à la rupture. La dérivation de ce champ donne accès en tout point à la déformation. Cette technique permet donc de mettre en évidence des déformations hétérogènes sur l'éprouvette. La corrélation d'images nécessite un codage de la surface en niveaux de gris, qui est un invariant de la transformation mécanique subie au cours de l'essai.

Une difficulté de l'adaptation de la corrélation d'images à l'échelle microscopique vient du fait que la plupart des couches sont trop lisses et/ou trop réfléchissantes pour obtenir des nuances de gris suffisamment contrastées pour réaliser l'analyse. A l'échelle macroscopique, on remédie à ce problème en créant sur la surface un mouchetis souvent réalisé avec de la peinture. A l'échelle microscopique, on utilise souvent des poudres céramiques très fines que l'on dépose au travers d'un filtre. La figure I.3 - 9 montre un tel mouchetis. La résolution de cette technique est un peu moins importante que celle obtenue par interférométrie : 1 µm.m^{-1} de déformation.

Tsuchiya et al. ont utilisé cette technique pour mesurer la déformation d'une éprouvette en titane, Gianola a mesuré la déformation d'un film fin d'aluminium nanocristallin

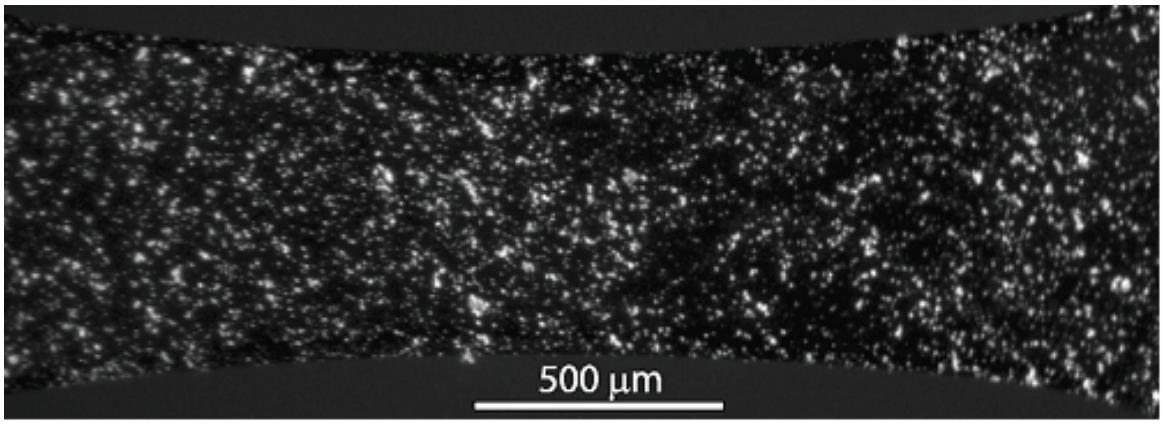


FIGURE I.3 - 9 – Mouchetis en poudre de céramique [Sharpe Jr 08].

de 100 nm d'épaisseur et Sharpe a mesuré la déformation d'une couche de dioxyde de silicium [Tsuchiya 05, Gianola 07, Sharpe Jr 97].

Il est aussi possible de ne suivre que deux marqueurs sur la surface. Dans ce cas, la mesure de déformation n'est plus un champ dense mais une déformation moyenne entre les marqueurs. L'utilisation d'un fort grossissement limite l'importance de la déformation observable par la caméra. En effet il faut pouvoir suivre les deux marqueurs tout au long du chargement pour pouvoir réaliser la mesure. Pour résoudre ce problème, Ogawa et al. ont réalisé un montage qui permet de séparer en deux l'image obtenue par un objectif unique et d'agrandir et de capturer chacune des deux images obtenues [Ogawa 97]. On mesure donc le déplacement de deux repères de jauge qu'on ajoute pour obtenir la déformation totale. Les plus longs échantillons à avoir été testés par cette méthode étaient des éprouvettes de titane de 300 µm de large, 0,5 µm d'épaisseur et 1,4 mm de long. La déformation maximale atteinte pour ces éprouvettes n'a pas excédé 2 %.

L'image n'a pas besoin d'être obtenue par instrumentation optique ; les topographies issues d'un AFM offrent souvent un contraste suffisant. C'est Cho et Chasiotis qui ont les premiers exploité cette voie en 2002 [Cho 07]. Par la suite Isono et al. ont mesuré la résolution de telles images grâce à une grille photorésistante sur un substrat en carbone [Isono 06]. Ces résultats sont comparables à ceux obtenus par technique optique.

I.3.5 Test de courbure de wafer

En électronique, microélectronique et dans l'industrie des MNT, un « wafer » est une tranche d'un matériau semi-conducteur (généralement du silicium) qui sert de support à la fabrication des micro-structures qui permettent de créer un système électronique ou électro-mécanique. Le test de courbure de wafer permet de déterminer la contrainte résiduelle de films minces déposés sur un substrat épais. Sa particularité est qu'aucune sollicitation extérieure n'est appliquée à la structure. La couche mince est souvent déposée sur le substrat à des températures plus élevées que la température ambiante. En raison des différences de dilatation thermique des matériaux en présence, des contraintes apparaissent lors du retour à la température ambiante du multi-couches. Ces contraintes entrainent une courbure du wafer. En mesurant cette courbure, il est alors possible de déterminer la contrainte résiduelle σ_0 dans la couche mince.

Nix a montré que pour de petites déformations et lorsque l'épaisseur du film t_f est faible devant celle du substrat t_s, la contrainte résiduelle σ_0 dans le film est donnée par la relation [Nix 89] :

$$\sigma_0 = \frac{1}{6}\left[\frac{E_s}{(1 \quad \nu_s)}\right]\frac{t_s^2}{t_f}k \tag{I.3.12}$$

où k est la courbure du composite film-substrat et E_s et ν_s représentent respectivement le module d'élasticité et le coefficient de Poisson du substrat.

Cette technique est facile à mettre en œuvre et ne demande pas de connaître les propriétés élastiques de la couche mince. Cependant elle ne permet pas de déterminer les propriétés élastiques du matériau et elle n'est pas adaptée à la caractérisation de la contrainte résiduelle de couches minces autoportantes.

I.3.6 Nanoindentation

La nanoindentation est une des techniques les plus utilisées dans le cadre de la caractérisation mécanique des couches minces déposées. Il s'agit d'une réduction d'échelle de l'indentation instrumentée développée à l'échelle macroscopique dans les années 1970. Contrairement à l'indentation classique, où seule la taille de l'empreinte et/ou l'enfoncement maximal du poinçon sont mesurés, lors d'un essai d'indentation instrumentée l'évolution de la charge P en fonction de la profondeur de pénétration du poinçon h au cours du chargement et du déchargement est enregistrée et analysée. La figure I.3 - 10 représente une courbe typique d'un essai de nanoindentation.

Plusieurs formes de poinçons peuvent être utilisées en nanoindentation : sphères, cônes et pyramides. Le poinçon Berkovich, qui est de type pyramidal à 3 faces, est le plus fréquemment utilisé en nanoindentation contrairement aux poinçons pyramidaux à quatre faces utilisés classiquement lors des essais de micro- ou macro-indentation. Cette géométrie particulière est induite par la difficulté de fabriquer des poinçons à quatre faces de taille réduite présentant une faible erreur géométrique sur le défaut de pointe (apex). Les poinçons Berkovich présentent un angle de $65{,}03\,^\circ$. Il s'agit d'un poinçon autosimilaire, c'est-à-dire que ses sections transversales (hors défaut d'apex) sont homothétiques les unes par rapport aux autres. Il présente la même fonction d'aire que le poinçon Vickers et ils peuvent tous les deux être modélisés par un poinçon conique d'angle $70{,}3\,^\circ$. La dureté, les propriétés élastiques et certaines propriétés plastiques peuvent être caractérisées par nanoindentation.

I.3.6.1 Dureté

La dureté H du matériau représente l'écoulement de la matière autour du poinçon. La figure I.3 - 11 montre l'influence des phénomènes d'enfoncement et de bourrelet sur le calcul de l'aire de contact A_c. Elle se définit comme :

$$H = \frac{P}{A_c(h_c)} \tag{I.3.13}$$

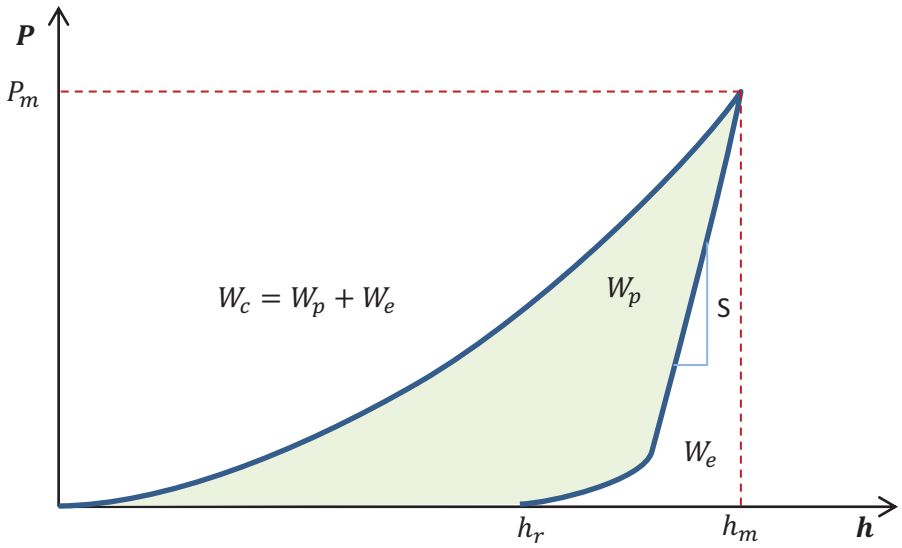


FIGURE I.3 - 10 – Schéma d'une courbe de chargement-déchargement lors d'un essai de dureté instrumenté.

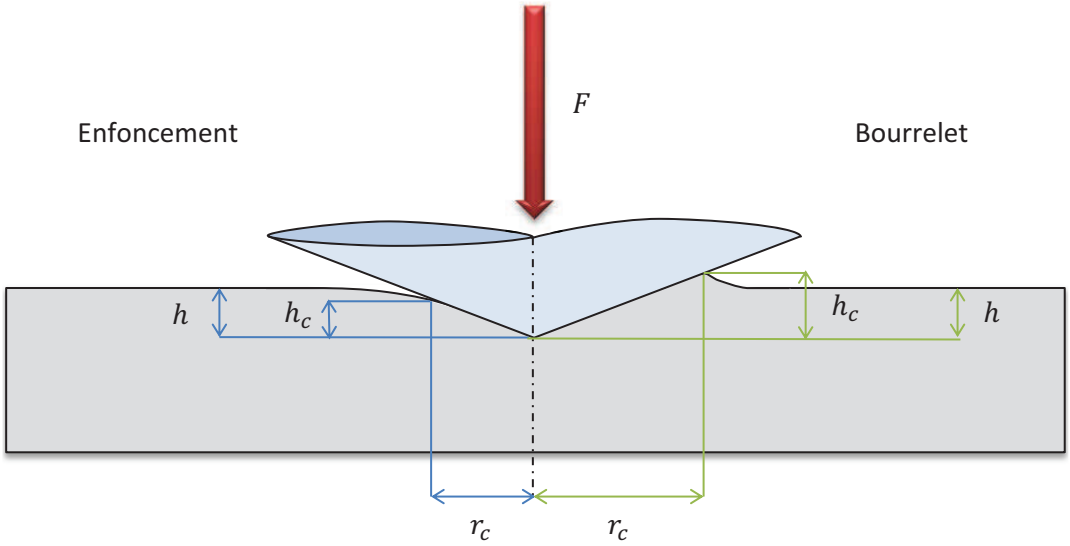


FIGURE I.3 - 11 – Illustration des deux phénomènes qui peuvent apparaître lors d'un essai d'indentation suivant la nature du matériau : l'enfoncement et le bourrelet. Ces phénomènes ont une influence sur la mesure de la hauteur de contact h_c et sur le rayon de contact r_c qui sont utilisés pour calculer l'aire de contact A_c et donc la dureté H.

où $A_c(h_c)$ est l'aire de contact déduite de la profondeur de contact h_c pour l'application d'une charge P.

La hauteur de contact h_c est déterminée à partir de la mesure du déplacement de la pointe h suivant deux méthodes :

— celle proposée par Oliver et Pharr [Oliver 92, Oliver 04] :

$$h_c = h \quad \varepsilon \frac{P}{S} \tag{I.3.14}$$

où $\varepsilon = \frac{2}{\pi}(\pi \quad 2) \quad 0{,}75$ pour un poinçon conique. Bien que très utilisé, ce modèle présente un domaine d'application relativement restreint dans le cadre de l'étude de matériaux métalliques [Bolshakov 98, Cheng 04],

— celle proposée par Loubet :

$$h_c = \alpha_1 \left(h_m + \frac{P_{max}}{S} \right) \tag{I.3.15}$$

où h_m représente la profondeur de pénétration maximale atteinte [Bucaille 03]. Une valeur de $1{,}2$ a été proposée par Hochstetter pour le paramètre α_1 [Hochstetter 99].

Il est à noter que ces travaux sont tous deux basés sur ceux de Doerner et Nix portant sur la profondeur de contact [Doerner 86].

I.3.6.2 Propriétés élastiques

Le module d'élasticité réduit E_R du couple matériau-poinçon est défini comme :

$$\frac{1}{E_R} = \frac{(1 \quad \nu^2)}{E} + \frac{(1 \quad \nu_i^2)}{E_i} \tag{I.3.16}$$

où E et ν sont le module d'élasticité et le coefficient de Poisson du matériau testé tandis que E_i et ν_i représentent le module d'élasticité et le coefficient de Poisson du poinçon. Dans le cas d'un poinçon en diamant, E_i et ν_i valent respectivement $1\,147$ GPa et $0{,}07$. E_R est alors calculé grâce à la formule de Sneddon :

$$E_R = \frac{\overline{\pi}}{2} \frac{1}{\beta} \frac{S}{\overline{A_c}} \tag{I.3.17}$$

où β est un coefficient correcteur de l'asymétrie de la pointe et S la raideur de contact entre le poinçon et la matière. Le coefficient β a été introduit par Bulychev et al. afin d'étendre la solution proposée par Sneddon au problème du contact entre un milieu quasi-infini et un poinçon pointu axisymétrique à des poinçons pointus ne présentant pas de symétrie de révolution[Bulychev 75, Sneddon 65]. Ce facteur vaut $1{,}034$ pour un poinçon Berkovich. Cependant, plusieurs auteurs ont montré que ce coefficient peut varier en fonction du

matériau constitutif de l'éprouvette et que ces variations peuvent avoir une influence non-négligeable sur les propriétés mécaniques mesurées [Vlassak 94, Oliver 04, Jha 11].

I.3.6.3 Propriétés élasto-plastiques

Dans le cas de l'indentation d'un matériau parfaitement plastique ($n = 0$) par un poinçon autosimilaire, Tabor établit la relation suivante[Tabor 48] :

$$H = 3\sigma_y \tag{I.3.18}$$

où σ_y représente la limite d'élasticité.

Cependant, lorsque le matériau n'est pas parfaitement plastique, la pénétration du poinçon induit un écrouissage non homogène sous le poinçon, qui modifie localement le seuil d'écoulement plastique. Dans ce cas, Tabor propose d'associer une déformation ε_T qui serait représentative de l'essai d'indentation. Le niveau de contrainte σ_T associé à cette déformation vaut alors :

$$H = 3\sigma_T \tag{I.3.19}$$

Dans le cas d'un poinçon Berkovich, cette déformation représentative est comprise entre 8 et $10\,\%$ [Tabor 48]. Ainsi pour un couple poinçon autosimilaire-éprouvette donné, le résultat macroscopique de l'essai d'indentation sera un couple $(\varepsilon_T, \sigma_T)$ caractéristique quelque soit la profondeur de pénétration. De ce fait, connaissant le module d'élasticité du matériau à caractériser, le résultat brut d'un essai de nanoindentation (courbe chargement-profondeur d'indentation) ne sera pas suffisant pour décrire complètement la loi contrainte-déformation du matériau, comme illustré par la figure I.3 - 12.

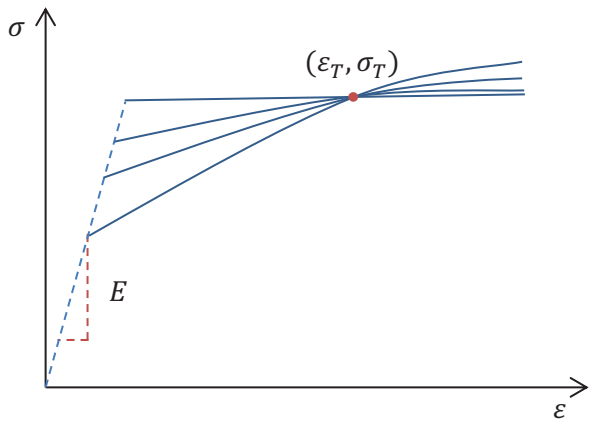


FIGURE I.3 - 12 – Illustration de la relation de Tabor pour un matériau élasto-plastique. Le module d'élasticité du matériau est calculé à partir de la relation I.3.16. Le seul autre point connu sur la courbe contrainte-déformation est le couple $(\sigma_T, \varepsilon_T)$, ce qui est insuffisant pour reconstruire l'ensemble de la courbe.

Les poinçons sphériques n'étant pas autosimilaires, ils permettent théoriquement d'obtenir une infinité de couples $(\varepsilon_T, \sigma_T)$ et donc de décrire l'ensemble de la courbe contrainte-déformation du matériau étudié. Cependant, il est difficile d'obtenir des poinçons sphériques exempts de défauts à l'échelle microscopique. De plus, leur plus grande surface de contact fait que, à faible profondeur, ce type de poinçon est plus sensible aux défauts de rugosité que les poinçons pointus. Enfin, la zone sollicitée est plus grande dans le cas des poinçons sphériques que pour les poinçons coniques ou pyramidaux, ce qui limite leur utilisation à des éprouvettes de dimension suffisamment grande.

I.3.7 Récapitulatif des techniques de caractérisation des couches minces

Les différentes techniques que nous avons présentées ont chacune leurs avantages et leurs inconvénients et la gamme de propriétés mécaniques qu'elles permettent de caractériser est variable. Le tableau I.3 - a est une synthèse des différentes techniques décrites précédemment.

La technique de microtraction uniaxiale est celle qui permet de caractériser le plus grand nombre de paramètres mécaniques des matériaux étudiés. De plus, elle est relativement peu sensible aux erreurs de caractérisation géométrique et à l'homogénéité de l'épaisseur de la couche. C'est aussi une des seules techniques où la connaissance du coefficient de Poisson n'est pas nécessaire. Cependant, elle est inadaptée à la caractérisation du comportement plastique de couches minces déposées.

La nanoindentation est l'autre technique de caractérisation qui se démarque. En effet, elle permet d'étudier les propriétés mécaniques des couches minces déposées tout en étant la technique la moins sensible aux erreurs de caractérisation géométrique et à l'homogénéité de l'épaisseur de la couche mince. En effet, cette technique ne nécessite pas de déterminer la géométrie de la couche mince. De plus, il n'est pas nécessaire de fabriquer des structures de tests spécifiques pour la caractérisation. Qui plus est, la caractérisation du comportement élasto-plastique des matériaux au travers de l'indentation instrumentée et par extension de la nanoindentation représente un axe de recherche fort. Ceci est représenté par des traits en pointillés dans le tableau I.3 - a. Cependant, le champs de déformations sous le poinçon étant complexe, il est nécessaire de s'appuyer sur des méthodes de résolutions telles que l'identification paramétrique.

I.4 Problème inverse d'identification paramétrique

Les problèmes inverses d'identification paramétrique permettent de déterminer un modèle mathématique d'un système à partir de la mesure de la réponse de ce système

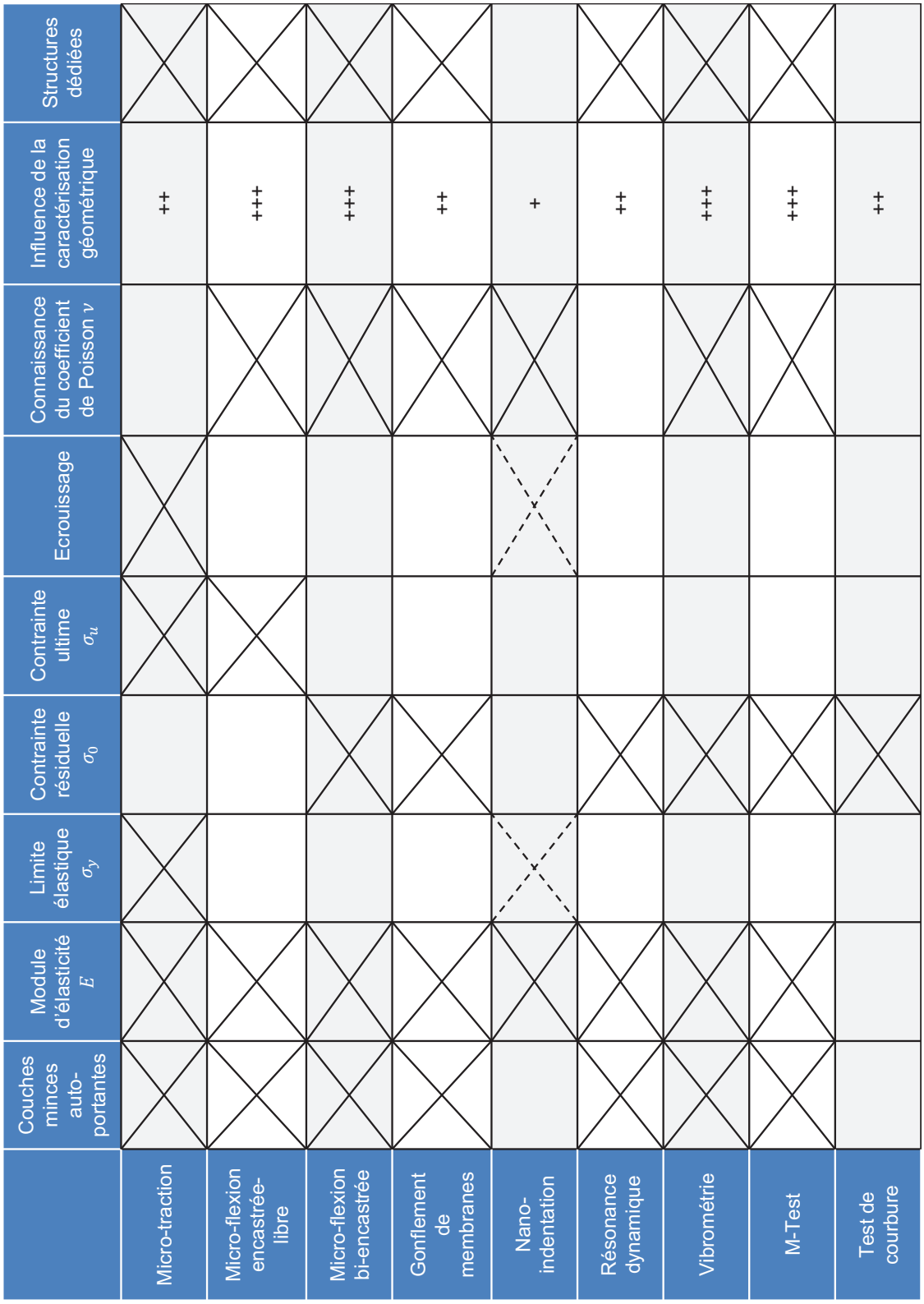


TABLE I.3 - a – Tableau récapitulatif des différentes techniques de caractérisation mises en œuvre à l'échelle des couches minces. Le nombre de + dans la colonne « Influence de la caractérisation géométrique » représente la sensibilité de la technique aux erreurs de mesures géométriques. Plus ce nombre est élevé, plus la technique sera sensible. Les traits en pointillé représentent les axes de développements en cours.

à des perturbations. Les premiers développements théoriques portant sur les méthodes d'identifications ont principalement été le fait des géophysiciens. En effet, leur but était de comprendre les phénomènes ayant lieu sous la croûte terrestre avec pour seules informations des données mesurées en surface. De nos jours ces techniques sont utilisées dans un nombre important de domaines tels que la thermique ou la caractérisation des lois de comportement de matériaux soumis à des champs de contraintes complexes.

Nous allons dans un premier temps définir ce qu'est un problème inverse d'identification et les conditions générales qui permettent de statuer sur l'existence d'une solution. Par la suite, nous présenterons les étapes générales ainsi que les méthodes permettant de mener à la résolution d'un tel problème.

I.4.1 Positionnement du problème

Généralement, les problèmes rencontrés sont classés en deux grandes familles : les problèmes directs et les problèmes inverses.

Un problème direct consiste à simuler une expérience ou un procédé afin de connaître l'état des variables du problème simulé en un ou plusieurs instants. Les entrées nécessaires et les sorties que l'on peut attendre d'un problème direct d'identification sont résumées en figure I.4 - 13. Ce type de problème est couramment résolu en utilisant la méthode des éléments finis. La comparaison du modèle par rapport à l'expérience est généralement suffisante pour statuer sur la validité du modèle utilisé.

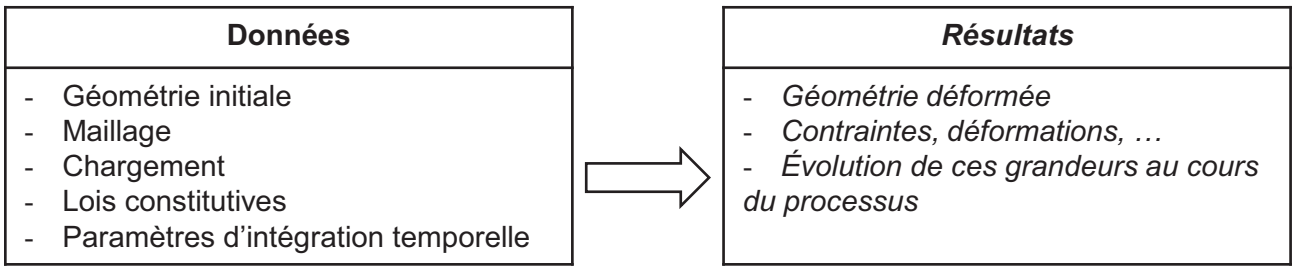


FIGURE I.4 - 13 – Formulation générale du problème direct d'identification appliquée aux éléments finis [Kleinermann 00].

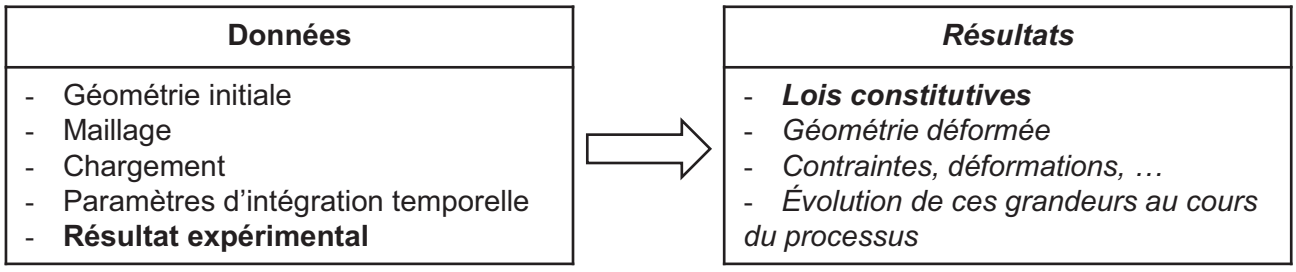


FIGURE I.4 - 14 – Formulation générale du problème inverse d'identification paramétrique [Kleinermann 00].

L'objectif d'un problème inverse est de déduire certaines données du problème de base (données du problème direct) en fixant comme données d'entrées supplémentaires un ou plusieurs résultats expérimentaux (résultats du problème direct). La figure I.4 - 14 présente l'exemple d'un problème inverse où l'un des résultats à déduire est la loi constitutive du matériau en intégrant en tant que données les résultats expérimentaux obtenus. Il s'agit effectivement d'un problème d'identification inverse car on cherche à déterminer les paramètres du matériau (données du problème direct) permettant d'obtenir les mêmes résultats que ceux obtenus expérimentalement (résultat du problème direct) [Bui 93].

Les problèmes d'identification appartiennent, par définition, à la famille des problèmes inverses.

I.4.2 Problème mal posé et quasi-solutions

Un problème est dit bien posé lorsqu'il respecte les conditions d'existence, d'unicité et de continuité de la solution (paramètre à identifier) pour tous les jeux de données d^{exp} (résultat expérimental) appartenant à un domaine D. Généralement, dans les problèmes inverses considérés, les différentes hypothèses introduites dans le calcul par éléments finis, les erreurs numériques inévitables, les bruits de mesure sur les données…, mènent inévitablement à l'inexistence d'une solution conduisant parfaitement au résultat souhaité. On peut donc dire que, d'une manière générale, les problèmes inverses sont des problèmes mal posés pour lesquels il n'existe pas de solution.

Afin d'éviter cet écueil, des méthodes de régularisation sont utilisées. Elles permettent dans le cas où il n'existe pas de jeux de paramètres menant à une solution exacte du problème d^{exp}, de chercher l'élément compatible $\tilde{d}$ le plus proche de d^{exp}. Le jeu de paramètres correspondant $\tilde{d}$ est appelé « quasi-solution » du problème inverse considéré. Dans le cas des problèmes non-linéaires, cette dernière est obtenue par une minimisation de l'écart entre le résultat obtenu par la simulation $\tilde{d}$ et celui obtenu par l'expérience d^{exp} en jouant sur les grandeurs choisies comme variable d'optimisation (paramètres matériau, géométrique, …). De cette façon le remplacement du concept de solution par celui de quasi-solution permet de s'assurer de la résolution du problème inverse. Cependant, ce changement n'assure ni l'unicité ni la continuité de la solution.

I.4.3 Méthodes d'identification

Les méthodes d'identification se classent en deux catégories : les méthodes itératives et les méthodes non-itératives. Le choix du type de méthode est conditionné par le problème étudié.

Une des méthodes d'identification les plus répandues est la minimisation d'une fonction objectif, aussi appelée méthode de correction paramétrique. Cette méthode consiste

à trouver le jeu de paramètres permettant de réduire l'écart entre les mesures expérimentales et la solution du problème direct utilisant ce jeu de paramètres. Les enjeux de la correction paramétrique reposent principalement dans la définition du problème à résoudre, la méthode de résolution du problème direct, le choix de la fonctionnelle coût et le choix de la méthode de minimisation.

Une des méthodes de résolution du problème direct usuellement utilisée est l'utilisation d'un modèle par éléments finis. C'est en 1992 que Schnur et Zabaras [Schnur 92] couplèrent pour la première fois un code de calcul par éléments finis et une méthode d'optimisation dans l'optique de l'identification du comportement d'un matériau.

C'est cette méthode que nous avons décidé de mettre en œuvre en raison de sa simplicité et sa robustesse.

I.4.4 Étapes principales d'un problème d'identification

La figure I.4 - 15 montre le principe de la procédure d'identification paramétrique d'un modèle de comportement et de sa validation. Les principales étapes de la procédure d'identification sont au nombre de quatre [Kleinermann 00] :

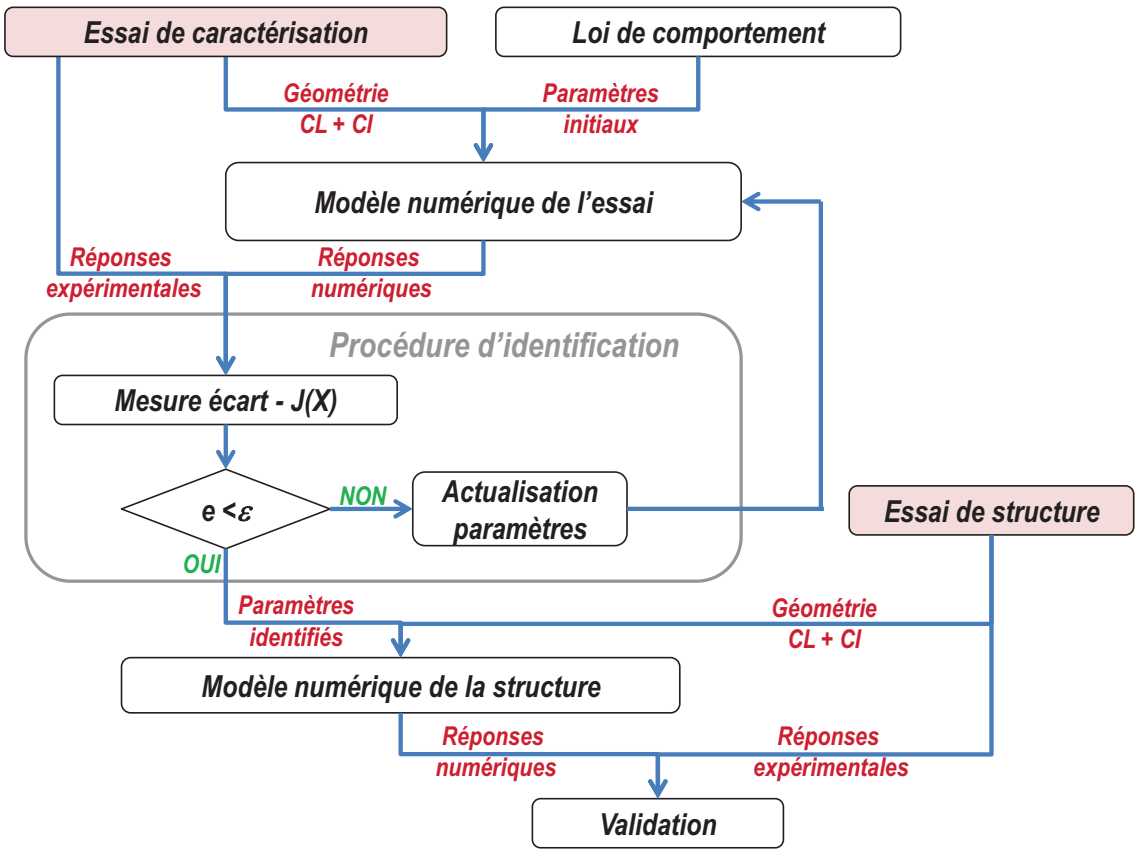


FIGURE I.4 - 15 – Principe et mise en œuvre e la méthode d'identification paramétrique [Dalverny 12].

1. Mise au point d'une expérience permettant de mettre en évidence le comportement du matériau qui sera observé lors du procédé que l'on souhaite simuler. Le choix de l'expérience et des grandeurs à mesurer conditionnera fortement les résultats obtenus. L'expérience choisie doit activer les phénomènes que l'on souhaite simuler.

2. Choix d'un modèle mathématique permettant de rendre compte des phénomènes étudiés. Ce choix, fait à priori, est basé sur des résultats expérimentaux et sur la connaissance des phénomènes physiques mis en jeu. Trois approches existent :
   — L'approche microscopique est basée sur les mécanismes physiques existant au niveau des atomes, des molécules ou des joints de grain,
   — l'approche macroscopique repose sur l'étude de la relation entre la contrainte et la déformation d'un petit élément de volume représentatif du matériau,
   — l'approche mésoscopique combine certains aspects des deux approches précédentes.

3. Détermination de la valeur numérique à attribuer à chacun des différents paramètres matériau présents dans le modèle mathématique choisi. L'objectif est d'obtenir une concordance optimale entre les résultats expérimentaux et ceux obtenus par simulation. Cette étape est entièrement constituée de la résolution du problème inverse.

4. Test et validation du modèle précédemment obtenu afin de cerner le domaine de validité du modèle.

I.4.5 Définition de la fonction objectif

La formulation d'un problème d'identification est un problème d'optimisation d'une fonction objectif. L'écart entre l'expérience et la simulation est calculé par une norme d'ordre q (q quelconque). Dans le cas où les erreurs expérimentales associées aux différents points de mesures ne sont pas quantifiables, on suppose que celles-ci sont proportionnelles à la valeur de la grandeur mesurée. La formulation générale de la fonction objectif formée à partir de la mesure de l'écart entre simulation et expérience est la suivante [Kleinermann 00] :

$$J(\underline{x}) = \sqrt[q]{\sum_{i=1}^{n} \frac{\omega_i}{\Omega} \left\langle \frac{u_i^{EF}(\underline{x}) \quad u_i^{exp}}{u_i^{exp}} \right\rangle^q} \tag{I.4.1}$$

$$\text{avec } \left\langle \frac{u_i^{EF}(\underline{x}) \quad u_i^{exp}}{u_i^{exp}} \right\rangle = \begin{cases} \dfrac{u_i^{EF}(\underline{x}) \quad u_i^{exp}}{u_i^{exp}} & \text{si } u_i^{exp} > \text{ tolérance } (10 \quad 10^{12}) \\ u_i^{EF}(\underline{x}) \quad u_i^{exp} & \text{si } u_i^{exp} \quad \text{tolérance } (10 \quad 10^{12}) \end{cases}$$

où $\underline{x}$ est le vecteur des paramètres à identifier,
n le nombre de points expérimentaux,
u_i^{exp} le vecteur des résultats expérimentaux,
u_i^{EF} le vecteur des valeurs correspondantes obtenues par simulation,
ω_i le vecteur poids,
Ω la somme des termes du vecteur poids $\left(\Omega = \sum_{j=1}^{n} \omega_j\right)$.

Cette formulation étant adimensionnelle, elle permet de considérer la mesure expérimentale de plusieurs grandeurs différentes. La valeur de $J(\underline{x})$, représente l'écart relatif moyen entre les ordonnées des points de la courbe expérimentale et celles de la courbe de simulation possédant la même abscisse. Elle caractérise donc la qualité du jeu de paramètres considéré. Le choix d'une norme euclidienne ($q = 2$) est généralement fait car il permet de faciliter l'exploitation des données statistiques de dispersion des résultats expérimentaux.

I.4.6 Méthodes de résolution

Le problème d'identification étant exprimé comme un problème d'optimisation, deux grandes familles d'algorithmes peuvent être utilisées pour le résoudre :

— les algorithmes exploratoires qui ne prennent en compte que la valeur de la fonctionnelle coût,
— les algorithmes de descente qui utilisent en plus le gradient de la fonctionnelle coût par rapport aux paramètres à identifier.

I.4.6.1 Algorithmes exploratoires

Les algorithmes exploratoires (Monte-Carlo, algorithmes génétiques, simplex, ...) ne se basent que sur la valeur de la fonctionnelle coût et nécessitent donc un nombre important d'évaluations de cette dernière pour converger, contrairement aux algorithmes de descente qui prennent en compte le gradient. De ce fait, leur utilisation est limitée à des problèmes dont la résolution est peu coûteuse en temps CPU. L'intérêt des algorithmes exploratoires est de pouvoir s'appliquer à des problèmes qui ne pourraient pas être résolus avec les algorithmes de descente (fonctionnelles non différentiables, non convexes, non continues et définies sur des parties connexes). De plus, dans le cas d'un problème direct fortement non-linéaire et une fonctionnelle coût $J(\underline{x})$ présentant des extrema locaux, les algorithmes exploratoires peuvent fournir l'ensemble des minima locaux et le minimum global alors que les algorithmes de descente présentent un risque non-négligeable de converger vers un minimum local. Une des méthodes les plus couramment employée est celle de Monte-Carlo.

Méthodes de Monte-Carlo

Ces méthodes regroupent l'ensemble des méthodes basées sur l'utilisation d'un générateur aléatoire de nombres. Son développement remonte au projet Manhattan (1942-1946), pour lequel le calcul du résultat de la collision d'un neutron avec un atome a été remplacé par un tirage aléatoire.

Cette méthode est principalement utilisée pour la résolution de problèmes fortement non-linéaires. Elle est basée sur le calcul de la fonction objectif $J(\underline{x})$ à partir d'un modèle $(\underline{x})$ déterminé aléatoirement. Des tirages sont effectués jusqu'à ce que le nombre de modèles $(\underline{x})$ soit suffisant pour être représentatif.

Hormis le nombre important de tirages, la difficulté de cette méthode réside dans la réalisation d'un générateur de hasard de bonne qualité.

I.4.6.2 Algorithmes de descente

Le principe des méthodes de descente est de générer de manière itérative une suite $\left(x^k\right)_{k\ \ N}$ définie par $x^{k+1} = x^k + \alpha^k g^k$ telle que pour $f(\alpha) = J\left(x^k + \alpha g^k\right)$, $x \quad ^+$:

— $f(\alpha)$ est décroissante au voisinage de 0

— $f(\alpha^k) = \underset{x>0}{min} f(\alpha)$

g^k est la direction de descente au pas k. C'est la méthode de détermination de g^k qui conditionne la nature et donc l'efficacité de l'algorithme utilisé.

Algorithme de pente maximale

La direction de la descente est l'opposée de celle du gradient :

$$g^k = \quad {}_x J^k = \quad \frac{\partial J\left(\underline{x}^k\right)}{\partial \underline{x}} \tag{I.4.2}$$

La convergence de cet algorithme est généralement très lente car l'information donnée est très locale et ne permet donc qu'une petite variation des paramètres à optimiser pour chaque itération. De plus, dans le cas où la surface de la fonctionnelle coût est une vallée très plate et très allongée, cet algorithme peut devenir inefficace et ne pas atteindre le minimum de J.

Algorithme de Gauss-Newton

Cet algorithme est très bien adapté à l'optimisation des fonctionnelles coût de type moindres-carrés :

$$J\left(\underline{x}\right) = \sum_{k=1}^{N} j_k^2\left(\underline{x}\right) \tag{I.4.3}$$

où par exemple $j_k\left(\underline{x}\right) = \left(u_k^{EF}\left(\underline{x}\right) \quad u_k^{exp}\right)$.

La particularité de ces fonctions objectifs réside dans le fait que l'on connaît la forme de leurs dérivées premières et secondes :

$$(\quad {}_x J)_i = \frac{\partial J}{\partial x_i} = 2\sum_{k=1}^{N} j_k \frac{\partial j_k}{\partial x_i} \tag{I.4.4}$$

$$H_{ij} = \frac{\partial^2 J}{\partial x_i \partial x_j} = 2\sum_{k=1}^{N}\left(\frac{\partial j_k}{\partial x_i}\frac{\partial j_k}{\partial x_j} + j_k \frac{\partial^2 j_k}{\partial x_i \partial x_j}\right) \tag{I.4.5}$$

Lorsque l'on s'approche de l'optimum, le deuxième terme de (I.4.5) qui est quadratique devient négligeable devant le premier et on peut écrire :

$$\frac{\partial^2 J}{\partial x_i \partial x_j} = 2\sum_{k=1}^{N} \frac{\partial j_k}{\partial x_i}\frac{\partial j_k}{\partial x_j} \tag{I.4.6}$$

La matrice de sensibilité (ou matrice jacobienne) est définie par :

$$\underline{\underline{A}} = \begin{bmatrix} \frac{\partial j_1}{\partial x_1} & \frac{\partial j_1}{\partial x_2} & & \frac{\partial j_1}{\partial x_N} \\ \frac{\partial j_2}{\partial x_1} & \frac{\partial j_2}{\partial x_2} & & \frac{\partial j_2}{\partial x_N} \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ \frac{\partial j_N}{\partial x_1} & \frac{\partial j_N}{\partial x_2} & & \frac{\partial j_N}{\partial x_N} \end{bmatrix} \tag{I.4.7}$$

On peut ainsi exprimer le gradient et le hessien par :

$${}_c J = 2\underline{\underline{A}} j \tag{I.4.8}$$

$$\underline{\underline{H}} = 2\underline{\underline{A}}^T \underline{\underline{A}} \tag{I.4.9}$$

avec $j = [j_1, j_2, \ldots, j_N]^T$.

En considérant $\Delta x = x_{k+1} \quad x_k$ au pas k de l'identification, on peut écrire la formule de Newton :

$$\left(\underline{\underline{A}}^T \underline{\underline{A}}\right) \Delta_x = \quad \underline{\underline{A}}^T f \tag{I.4.10}$$

Cet algorithme est très efficace mais présente quelques inconvénients :

— si $\underline{\underline{A}}^T \underline{\underline{A}}$ n'est pas positif, la suite de paramètres peut être maximisante au lieu de minimisante,

— si $\underline{\underline{A}}^T \underline{\underline{A}}$ est quasiment singulière, il n'existe pas de solution pour (I.4.10),

— si Δx est trop grand, les paramètres peuvent sortir de l'espace admissible.

L'algorithme de Levenberg-Marquardt

L'algorithme de Levenberg-Marquardt permet de palier les inconvénients de l'algorithme de Gauss-Newton par l'ajout d'une régularisation à l'équation (I.4.10) :

$$\left(\underline{\underline{A}}^T \underline{\underline{A}} + \lambda \underline{\underline{I}}\right) \Delta_x = \quad \underline{\underline{A}}^T f \tag{I.4.11}$$

où λ est un scalaire et $\underline{\underline{I}}$ la matrice identité.

On remarque que :

— si $\lambda = 0$, on retrouve la formulation de l'algorithme de Gauss-Newton,

— si λ , on retrouve la formulation d'un algorithme de plus grande pente.

En partant d'une valeur de λ assez élevée, l'algorithme de Levenberg-Marquardt consiste donc à réduire cette valeur à chaque décroissance de J. On passe ainsi d'un algorithme de plus grande pente à un algorithme de Gauss-Newton.

I.5 Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre les différents paramètres qui régissent le comportement mécanique des couches minces ainsi que les principales techniques qui permettent de les caractériser. Parmi celles-ci, deux techniques qui permettent de mesurer les propriétés élasto-plastiques des couches minces déposées et autoportantes se sont distinguées. Il s'agit respectivement de la nanoindentation et de la microtraction.

La microtraction permet de caractériser les propriétés élasto-plastiques de couches minces autoportantes. L'intérêt de cette méthode est d'être peu sensible aux incertitudes et erreurs de mesure sur la géométrie des couches à caractériser. De plus, c'est la seule méthode ne nécessitant pas de connaître le coefficient de Poisson pour calculer les autres paramètres et le traitement des données en vue de déterminer le modèle de comportement est assez simple pour le réaliser de manière analytique. Cependant, l'étude bibliographique montre que la mise en œuvre expérimentale de cette technique demande un développement conséquent dans le but d'obtenir une méthode de mesure fiable et de limiter les incertitudes et les erreurs de mesure introduites par le moyen.

La nanoindentation est quant-à-elle une méthode de caractérisation bien connue pour la caractérisation des propriétés élastiques des couches minces déposées. Il est néanmoins théoriquement possible de caractériser le comportement plastique de telles couches. La difficulté de cette démarche vient de la complexité du champ de déformations introduit sous le poinçon qui empêche une résolution simple du problème. Afin de surmonter cet écueil, il est nécessaire de mettre en œuvre des techniques d'identification paramétrique.

Les grandes lignes des méthodes d'identification paramétrique ont été exposées dans la dernière partie de ce chapitre. Ces techniques seront mises en œuvre, couplées à nos

expériences, pour aider à la caractérisation du comportement élasto-plastique des matériaux en couches minces.

Chapitre 2

Caractérisation mécanique des couches minces autoportantes

Nous avons vu dans le chapitre 1 que les couches minces autoportantes sont fortement présentes dans l'élaboration des MEMS. La problématique principalement associée à ce type de mécanisme est l'utilisation de couches minces autoportantes en tant que pièces de structure soumises à des contraintes et des déformations importantes. De ce fait, dans un processus de conception et de fiabilisation des micro-systèmes, il est impératif de connaitre précisément les propriétés mécaniques des matériaux qui y sont mis en œuvre. Un point crucial concerne le fait que les propriétés mécaniques des matériaux en couches minces ne sont pas identiques à celles des matériaux massiques et sont fortement dépendantes des procédés d'élaboration. La figure II.0 - 1 compare des courbes de traction rationnelles d'aluminium résultantes d'essais sur des éprouvettes macroscopiques d'aluminium 1050 ($70\,\text{mm}^2$ de section) et des éprouvettes en couches minces autoportantes réalisées soit par évaporation ($3{,}3 \quad 10^{-4}\,\text{mm}^2$ de section), soit par pulvérisation ($0{,}00027\,\text{mm}^2$ de section) avec des paramètres d'élaboration différents. Les comportements sont radicalement différents.

Nous observons que pour une déformation donnée, le niveau de contrainte atteint pour les éprouvettes en couche minces est beaucoup plus important que pour l'éprouvette macroscopique. De plus, les trois éprouvettes en couches minces ne présentent pas le même type de comportement. Alors que le comportement de l'éprouvette d'aluminium évaporé s'approche de celui d'un matériaux fragile, les éprouvettes d'aluminium pulvérisé présentent une déformation ductile importante mais un comportement différent en fonction des paramètres d'élaboration. La rupture apparait pour une déformation qui peut atteindre $25\,\%$ pour ce type d'éprouvette.

A la lumière de cet exemple, nous observons que les propriétés mécaniques des matériaux en couches minces autoportantes ne peuvent pas être déduites de celles du matériau

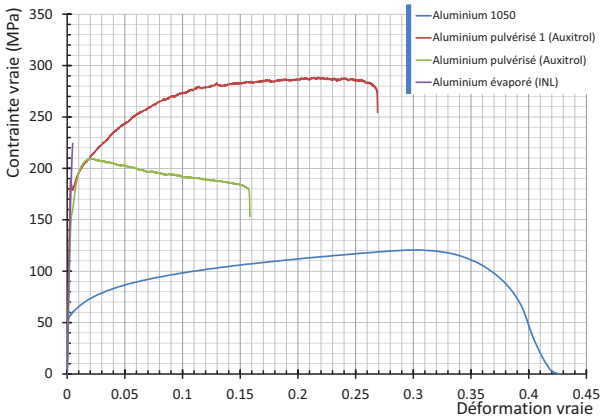


FIGURE II.0 - 1 – Courbes de traction rationnelles d'une éprouvette « macroscopique » en aluminium 1050 et de trois éprouvettes de micro-traction en aluminium pur réalisées soit par évaporation soit par pulvérisation.

massif ou de celles du même matériau en couche mince élaboré suivant un procédé différent. Au travers de l'étude bibliographique [Sharpe Jr 08, Gaspar 09, Greek 98], il apparait que l'essai de traction uni-axiale est bien adapté à la caractérisation élasto-plastique des couches minces autoportantes. Suite aux travaux de thèse de Cedric Seguineau, le laboratoire DCT/AQ/LE du CNES s'est doté d'un prototype de machine de micro-traction uniaxiale[Seguineau 09].

Après un rappel sur l'essai de traction uniaxiale, nous présenterons la platine de microtraction et les éprouvettes associées. Nous exposerons les améliorations techniques et méthodologiques apportées à ce prototype dans le but de disposer d'un système de caractérisation des couches minces autoportantes fiable. Enfin nous aborderons la problématique de la caractérisation de l'endommagement mécanique des couches minces au travers de l'essai de traction uni-axiale sur couches minces autoportantes.

Le but de ce chapitre n'est pas de discuter du comportement des matériaux caractérisés mais de présenter le processus de réflexion mené pour perfectionnner le banc de mesure. La discussion des propriétés mécaniques en relation avec les procédés de fabrication et la micro-structure a été réalisée en parallèle par Julien Martegoutte au cours de ses travaux de thèse [Martegoutte 12].

II.1 Description du dispositif et des éprouvettes de traction uni-axiale

Nous exposerons dans un premier temps les principes généraux de l'essai de microtraction. Par la suite, nous présenterons la platine de microtraction telle qu'elle existait au commencement de ces travaux de recherche, puis nous décrirons les éprouvettes utilisées

ainsi que les différentes techniques d'élaboration. Enfin, nous développerons les principales étapes de la méthodologie de l'essai de microtraction.

II.1.1 Principe de l'essai de traction

II.1.1.1 Champs de déformations et de contraintes dans un essai de traction

L'objectif de l'essai de traction uni-axiale est de créer un champ de contraintes uniforme et uni-axial sur l'ensemble de la partie utile de l'éprouvette. Outre la possibilité de passer de l'étude d'un cas en trois dimensions à celle d'un problème unidirectionnel, cette configuration permet de faciliter l'extensométrie de l'essai. Dans notre cas d'étude, les données directement mesurées lors de l'essai sont le déplacement des mors et la force appliquée sur l'éprouvette. La courbe caractéristique obtenue est la représentation de la force en fonction du déplacement des mors $F(d)$ comme montré dans la figure II.1 - 2. Compte tenu de la configuration, les relations liant les mesures de force et de déplacement à la contrainte et à la déformation dans l'éprouvette sont calculées comme suit :

— pour une éprouvette de largeur w et d'épaisseur t, la contrainte σ uni-axiale uniforme est obtenue en divisant la force F par la section $S = w \quad t$:

$$\sigma = \frac{F}{S} = \frac{F}{w \quad t} \tag{II.1.1}$$

— la déformation suivant l'axe de traction est également uniforme sur toute la longueur utile de l'éprouvette. Elle est calculée en fonction de la longueur initiale de la

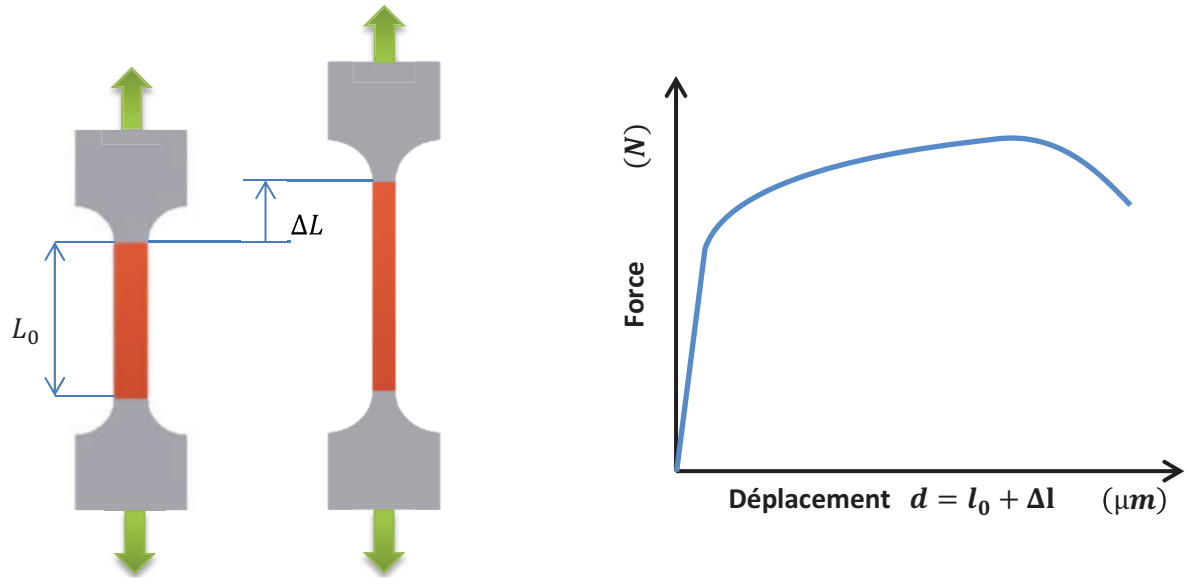


FIGURE II.1 - 2 – Principe de l'essai de traction et présentation de la courbe caractéristique de cet essai.

partie utile L_0 et de son allongement au cours de l'essai $\Delta L = L \quad L_0$:

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \tag{II.1.2}$$

L'état uni-axial se définit par une contrainte unidirectionnelle et un état de déformation bidimensionnel. Cela se traduit dans le cas d'une traction suivant l'axe 1 par :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \begin{bmatrix} \sigma & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \text{ et } \underline{\underline{\varepsilon}} = \begin{bmatrix} \varepsilon & 0 & 0 \\ 0 & \nu\ \varepsilon & 0 \\ 0 & 0 & \nu\ \varepsilon \end{bmatrix} \tag{II.1.3}$$

avec ν le coefficient de contraction transverse qui est égal au coefficient de Poisson ν en élasticité [Lemaitre 04]. Dans le domaine élasto-plastique et élasto-visco-plastique, deux hypothèses fortes sont posées :

— il existe un découplage entre les déformations élastiques et plastiques : $\varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_p$,
— les déformations plastiques se font à volume constant : $\mathrm{Tr}\left(\underline{\underline{\varepsilon_p}}\right) = 0$.

Ces deux hypothèses permettent d'exprimer simplement le coefficient de contraction ν :

$$\nu \quad = \frac{1}{2} \quad \frac{\sigma}{E\varepsilon}\left(\frac{1}{2} \quad \nu\right) \tag{II.1.4}$$

II.1.1.2 Contrainte et déformation rationnelles

Le calcul de la déformation ε donné dans l'équation (II.1.2) ne prend en compte que l'allongement relatif à la configuration initiale de l'essai mais ne prend pas en compte l'allongement total. Il est alors préférable d'utiliser la déformation rationnelle ε_v (aussi appelée déformation vraie). Cette déformation est calculée en prenant en compte l'ensemble des allongements infinitésimaux dL depuis le début de l'essai au travers d'une intégration. Cette déformation possède en plus l'avantage d'être additive, ce qui permet de faciliter les calculs en plasticité, et s'exprime sous cette forme [Lemaitre 04] :

$$\varepsilon_v = \ln\left(1 + \varepsilon\right) \tag{II.1.5}$$

En outre le calcul de la contrainte σ donné par l'équation (II.1.1) ne prend pas en compte la réduction de section de l'éprouvette induite par sa contraction et découlant de l'hypothèse de déformation plastique à volume constant. La contrainte rationnelle σ_v (également appelée contrainte vraie) est calculée pour prendre en compte cette réduction de section. Elle est donnée par l'équation [Lemaitre 04] :

$$\sigma_v = \sigma\left(1 + \varepsilon\right) \tag{II.1.6}$$

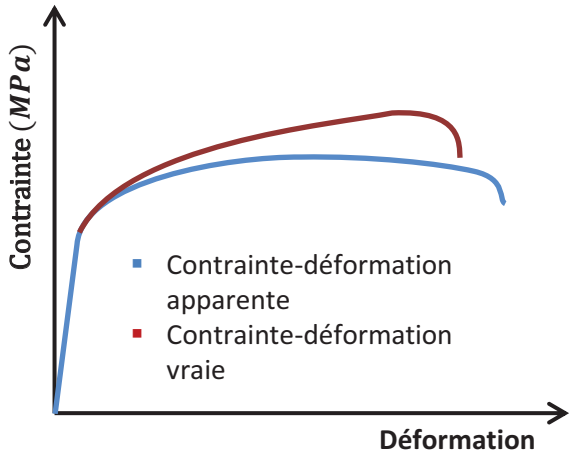


FIGURE II.1 - 3 – Comparaison entre une courbe de contrainte-déformation apparente et une courbe de contrainte vraie-déformation vraie.

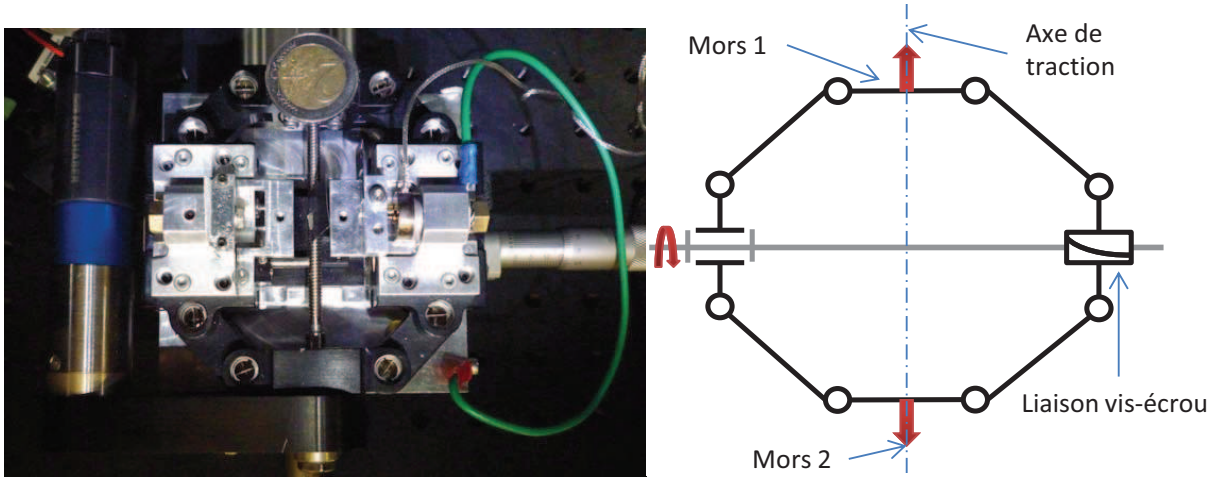
La transformation de la courbe contrainte-déformation apparentes en contrainte-déformation rationnelles est montrée sur la figure II.1 - 3. La différence entre les deux types de mesures n'est significative qu'à partir d'un niveau de déformation relativement important. Dans la suite de ce chapitre, nous n'utiliserons plus que les contrainte et déformations rationnelle en raison des déformations importantes atteintes.

II.1.2 Description du dispositif de microtraction

La platine de microtraction utilisée dans cette étude a été conçue et réalisée par Michel Ignat au sein du Laboratoire Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés (SIMaP) de Grenoble en collaboration avec Laurent Debove et Charles Josserond [Ignat 95, Malhaire 09]. Une image de la platine en comparaison avec une pièce de deux euros est montrée sur la figure II.1 - 4a. L'originalité de cette platine est d'avoir été développée avec pour objectif de réaliser des essais *in-situ* dans différents environnements (microscope électronique à balayage, microscope à force atomique, chambre environnementale...), sur de très petites éprouvettes. Cet objectif a induit deux contraintes fortes lors de la conception de la platine :

1. le centre de la partie utile de l'éprouvette doit rester immobile afin de permettre l'observation de la même zone tout au long de l'essai,
2. la platine doit être de dimensions réduites et « nomade » afin de permettre une utilisation *in-situ* dans différents types d'appareil d'observation.

Le premier point a mené à la conception d'une platine qui diffère de la plupart des machines de traction macroscopiques pour lesquelles un des deux mors est fixe. En effet, la platine de microtraction présente une symétrie de déplacement des mors qui repose sur l'utilisation d'une cinématique à quatre barres de type losange déformable (figure II.1 -



(a) Photographie de la platine de microtraction. La pièce de deux euros permet de situer la taille de la platine.

(b) Schéma cinématique de la platine de microtraction.

FIGURE II.1 - 4 – Photo de la platine de microtraction et schéma de principe de la cinématique de la platine.

4b). Le système de mise en mouvement se fait par une ensemble vis-écrou orthogonal à l'axe de traction.

La mesure de force

La mesure de chargement mécanique est réalisée grâce à une cellule de force montée en série avec l'éprouvette de microtraction comme le montre la figure II.1 - 5. Au cours de cette étude, deux capteurs de capacité maximale respectivement égale à 1,5 N et 20 N ont été utilisés. Il s'agit de cellules de force piézorésistives miniatures. Nous avons observé que ces capteurs sont très sensibles à la température et aux champs électriques environnants. Des méthodes correctives de ces effets ont été mises en place et seront présentées dans le pargaraphe II.2.1.

La mesure de déplacement

Dans un premier temps, la mesure de déplacement était réalisée par un capteur à taux de réflectance laser embarqué sur la platine de microtraction. Cependant, cette technique de mesure est entachée des inconvénients suivants :

— le capteur est excentré par rapport à l'axe de l'éprouvette en raison de son encombrement comme cela est visible sur la figure II.1 - 5. De ce fait la chaine de mesure est longue et prend en compte, outre la déformation de l'éprouvette, la déformation des mors, du capteur de force et celle du bâti,

— le capteur est très sensible à un endommagement de la cible : une rayure ou une poussière peuvent perturber la mesure,

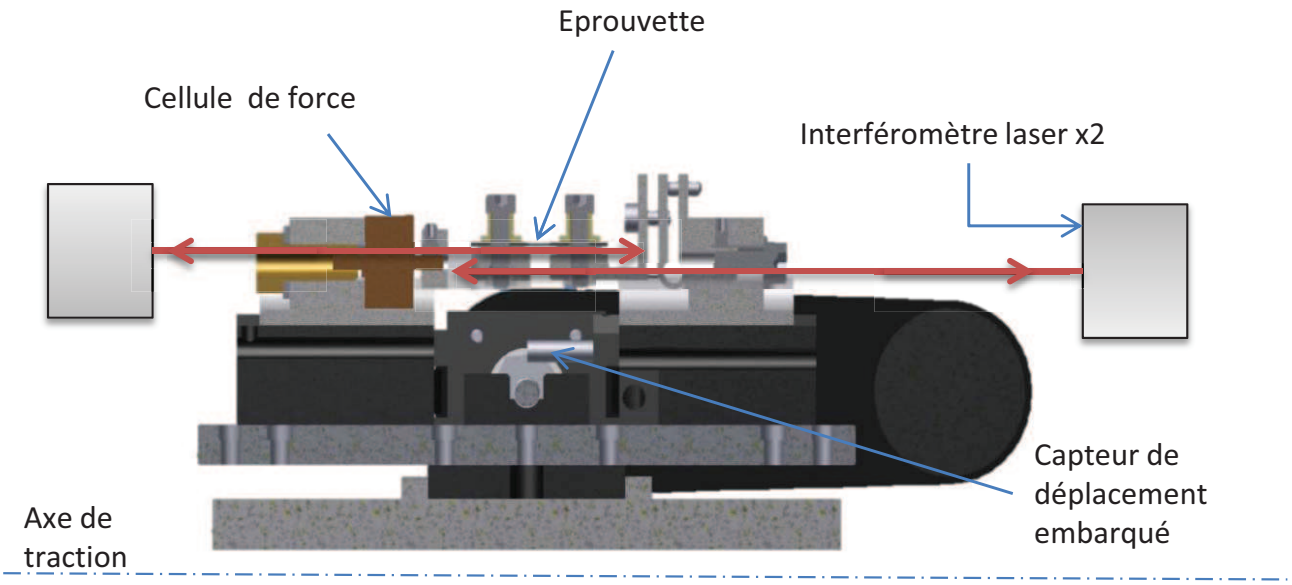


FIGURE II.1 - 5 – Illustration de la position des différents capteurs dans la chaine de mesure.

— le capteur laser se trouve à l'extrémité d'un câble blindé d'un diamètre de 8 mm dont le déplacement pouvait entrainer des efforts sur le capteur de force du même ordre de grandeur que la force maximale mesurée lors des essais de microtraction,
— l'échange de données vers l'ordinateur lors de l'essai n'étant pas optimisé (information de déplacement noyée dans un grand nombre de données inexploitables), la vitesse de transfert ne permettait pas une fréquence d'acquisition supérieure à 4 Hz. Cette fréquence n'est pas suffisante pour la caractérisation de matériaux fragiles présentant des déformations à rupture inférieures à 1 %. Elle ne permet pas non plus de réaliser des régulations en boucle fermée.

Ces inconvénients étant rédhibitoires, le choix s'est porté sur une mesure de déplacement par interférométrie laser à partir de deux capteurs non-embarqués. La mesure de déplacement est alors faite par deux faisceaux laser mesurant chacun le déplacement de l'un des deux mors comme illustré sur la figure II.1 - 5. Cette technique a permis de réduire considérablement la chaine de mesure car la cible visée par les faisceaux se trouvent au plus près de l'éprouvette directement sur le mors.

II.1.3 Géométrie des éprouvettes

Les éprouvettes utilisées pour les essais de microtraction sont de type « encadré » suivant la classification donnée par Hemker et Sharpe et explicitée dans la partie I.3.4.1 [Hemker 07]. Ce type d'éprouvette est mieux adapté que les éprouvettes « semi-détachées » car elles permettent une symétrie de déplacement similaire à celle de la platine de microtraction. Les dimensions des éprouvettes testées sur cette platine sont les suivantes :

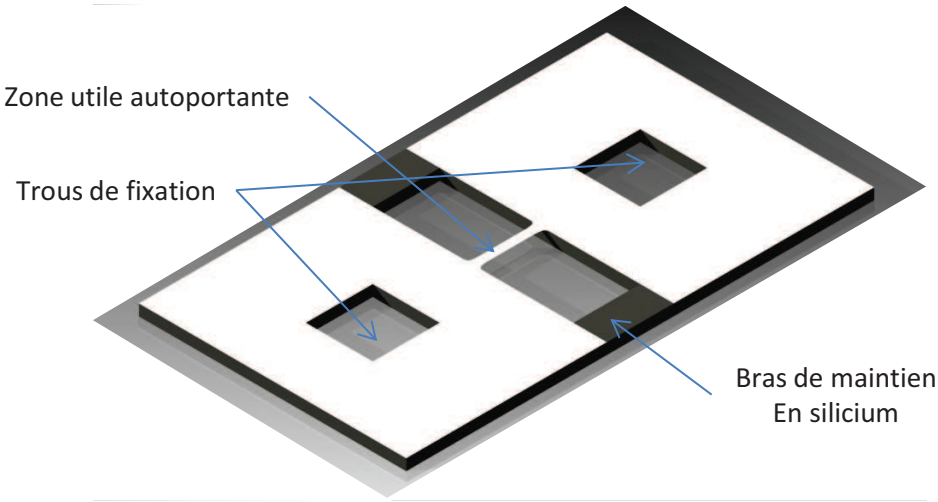


FIGURE II.1 - 6 – Éprouvette de microtraction.

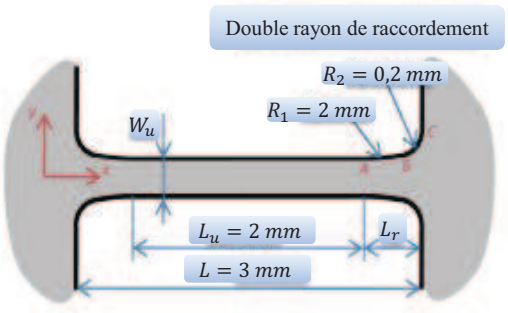


FIGURE II.1 - 7 – Géométrie des éprouvettes de microtraction [Seguineau 09].

— longueur, 3 000 µm,
— largeur, 50 à 500 µm,
— épaisseur, 0,8 à 25 µm.

Une vue en perspective de l'éprouvette de microtraction est montré à la figure II.1 - 6. Afin de permettre leur manipulation, les éprouvettes de microtraction sont entourées d'un cadre en silicium épais. Ce cadre est sectionné une fois l'éprouvette montée dans les mors.

Afin de limiter les concentrations de contrainte qui sont une des causes principales de la rupture prématurée des éprouvettes au cours de l'essai, une étude a été menée pour optimiser les zones de raccordement entre la partie utile et les zones d'ancrage [1]. Une optimisation basée sur une modélisation par éléments finis a abouti à l'utilisation de doubles congés de raccordement dont la géométrie est présentée en figure II.1 - 7 [Malhaire 07]. Les réductions de contrainte au voisinage des ancrages par rapport à un simple congé de raccordement et un encastrement droit valent respectivement 10 % et 27 % [Malhaire 09].

1. Ce travail a été mené au sein de l'Institut des Nanotechnologies de Lyon (INL) dans le cadre du projet ANR blanc « Microtraction » 2005-2008 initié entre le SIMaP et l'INL.

a	$5{,}971 \quad 10^{-10}$	c	$4{,}767 \quad 10^{-4}$
b	$8{,}701 \quad 10^{-7}$	d	$0{,}872$

TABLE II.1 - a – Valeurs numériques des coefficients du polynôme $G(w_u)$ utilisées pour calculer la longueur équivalente L_{eq} ($150 < w_u < 550$ µm).

Du fait de la méthode de mesure de déformation utilisée (déplacement des mors), la déformation mesurée est composée :

— des déformations de la partie droite de l'éprouvette,
— des déformations des doubles congés de raccordement,
— des déformation des ancrages,
— des déformations du système d'accroche des mors.

Il est donc nécessaire de corriger la longueur de l'éprouvette pour prendre en compte ce phénomène. Une étude analytique a été menée par Cédric Seguineau [Seguineau 09] dans laquelle il a montré que dans le cadre des petits déplacements, il était nécessaire d'utiliser dans le calcul de la déformation une longueur équivalente L_{eq} à la place de la longueur L de l'éprouvette. Cette longueur équivalente s'exprime en fonction de la largeur de la partie utile w_u et d'un polynôme dont les coefficients sont donnés dans le tableau II.1 - a :

$$L_{eq} = L \quad G(w_u) \tag{II.1.7}$$

avec $G(w_u) = a\, w_u^2 + b\, w_u^2 + c\, w_u + d$.

II.1.4 Techniques de fabrication

Les éprouvettes de microtraction sont fabriquées en deux étapes distinctes : le dépôt et la gravure. Il n'est pas envisagé ici d'étudier finement les évolutions des propriétés mécaniques des couches en fonction de leur microstructure en lien avec les techniques de fabrication utilisées. Par contre, une population d'éprouvettes importante et diversifiée est nécessaire afin de valider le fonctionnement de la platine et les modèles choisis pour décrire les lois de comportements. Nous allons présenter dans un premier temps les différentes techniques de dépôts qui ont été utilisées dans la fabrication des éprouvettes puis nous détaillerons les étapes technologiques permettant la réalisation des éprouvettes autoportantes.

II.1.4.1 Les techniques de dépôts

Les techniques de dépôts se divisent en deux grandes catégories : les dépôts par voie sèche et les dépôts par voie humide. Il existe au moins deux familles de techniques de dépôts par voie sèche : les dépôts PVD (*Physical Vapor Deposition*) et les dépôts CVD (*Che-*

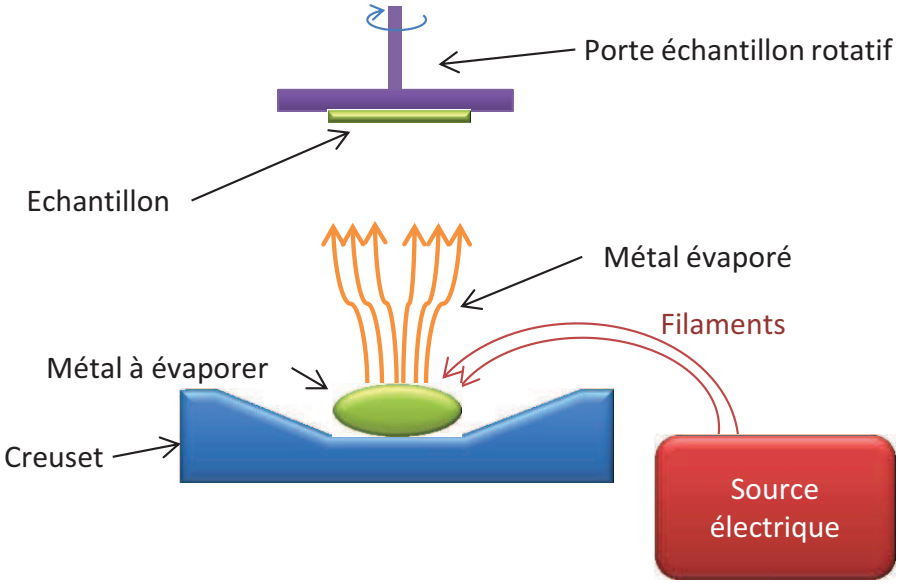


FIGURE II.1 - 8 – Schéma de principe du dépôt par évaporation par arc électrique.

mical Vapor Deposition). Pour l'élaboration de nos éprouvettes, les techniques mises en œuvre sont les dépôts PVD et les dépôts par voie humide.

Évaporation par arc électrique (PVD)

Cette technique repose sur la vaporisation d'un métal solide qui est ensuite déposé sur un substrat comme le montre le schéma de la figure II.1 - 8. Les atomes du métal à déposer sont évaporés en surface au moyen d'arcs électriques et les atomes en phase vapeur peuvent aller se déposer sur un porte échantillon situé à une distance fixe. L'arc électrique étant fortement énergétique, la température en surface de la cible peut atteindre 15 000 C ce qui permet de vaporiser la plupart des matériaux, y compris ceux possédant une température d'évaporation élevée. Afin d'éviter les problèmes de pollution (notamment celle due à l'oxygène), ces essais sont réalisés sous vide. Il faut cependant s'assurer que la tension de vapeur du métal à vaporiser soit inférieure à la pression de la chambre. Afin de favoriser une bonne homogénéité du dépôt, le porte échantillon peut être animé d'un mouvement rotatif.

Tous les dépôts par évaporation par arc électrique utilisés dans notre étude ont été réalisés à l'Institut des Nanotechnologies de Lyon (INL) par Joëlle Grégoire et Khaled Ayadi sur un bâti Alcatel.

Pulvérisation cathodique (PVD)

Le principe de la pulvérisation cathodique repose sur l'accélération d'un plasma de gaz lourd sur le matériau cible qui doit être déposé sur le substrat. C'est l'énergie cinétique des atomes de gaz ionisés qui va permettre l'arrachement des atomes de substrat de la

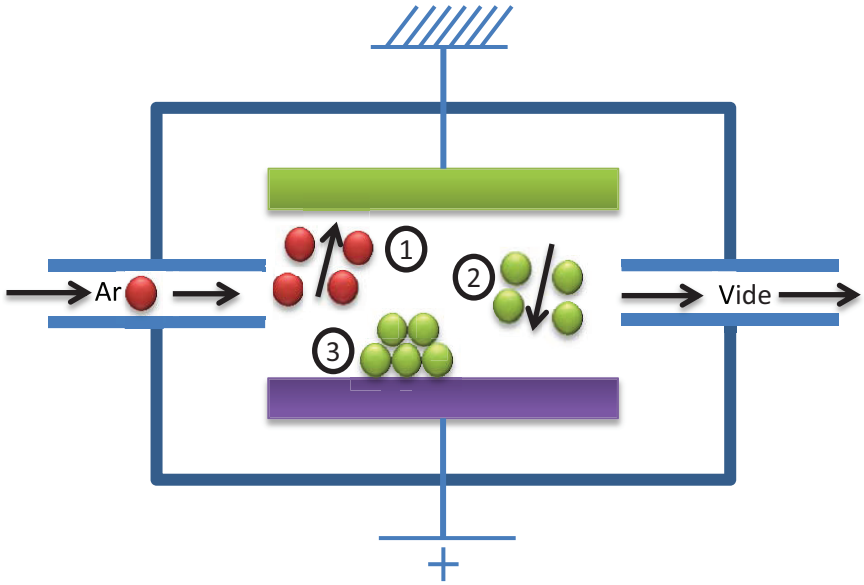


FIGURE II.1 - 9 – Schéma de principe du dépôt par pulvérisation cathodique.

cible. Le plasma est créé par l'application d'une tension électrique (supérieure à une tension critique) entre une cathode, la cible qui fournit les atomes à déposer, et une anode, le substrat sur lequel les atomes vont venir se déposer. Le gaz qui est principalement utilisé pour générer le plasma est l'argon qui présente les avantages d'être à la fois neutre et de posséder une masse atomique élevée. De la même manière que pour l'évaporation par arc électrique, ce processus doit être réalisé sous vide pour éviter la pollution du dépôt. Le processus de dépôt peut se diviser en trois étapes principales qui sont résumées sur la figure II.1 - 9 :

1. Les atomes d'argon sont introduits dans la chambre à vide et une tension électrique élevée est appliquée entre l'anode et la cathode afin d'ioniser le gaz. Les atomes d'argon ionisés sont alors accélérés vers la cathode où leur énergie cinétique va permettre l'arrachement physique des atomes à déposer.
2. Grâce à l'énergie cinétique acquise lors du bombardement, les atomes arrachés quittent la cible avec une vitesse suffisante pour s'en éloigner.
3. Les atomes arrachés se déposent sur le substrat et se lient entre eux.

Il est possible avec cette méthode de déposer la plupart des métaux mais aussi des matériaux isolants.

Dépôt par voie électrolytique (Voie humide)

Le dépôt par voie électrolytique consiste en la réduction d'un métal oxydé en phase aqueuse dans une cellule électrolytique sous l'action d'un potentiel électrochimique. La figure II.1 - 10 montre le schéma de principe de cette méthode. La réaction d'oxydo-

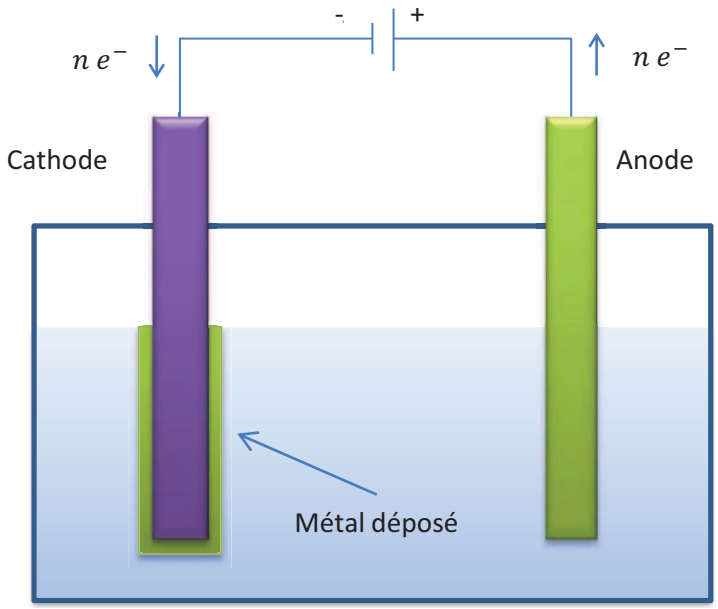


FIGURE II.1 - 10 – Schéma de principe de la technique de dépôt par voie électrolytique.

réduction lors de la réduction d'un métal est traduite par l'équation suivante :

$$\mathrm{M}^{n+} + n\,e^- \qquad \mathrm{M}_{\mathrm{solide}} \tag{II.1.8}$$

M^{n+} correspond à l'ion métallique en solution et n le nombre d'électrons apporté par le courant électrique fournit par le générateur. À l'anode, la réaction d'oxydo-réduction se fait avec les ions hydroxyde :

$$n\,\mathrm{OH}^- \qquad n\,\mathrm{OH} + n\,e^- \tag{II.1.9}$$

La réduction se produit à la cathode, ce qui permet au métal de se déposer. Il faut cependant que l'adhérence entre le matériau déposé et celui composant la cathode soit suffisante pour éviter que le métal ne se réduise pas sous forme de précipités en suspension dans la solution. Dans cette optique, la surface doit être parfaitement nettoyée de composés et contaminants organiques. Afin de faciliter l'amorçage et l'accroche du dépôt sur le substrat, une couche intermédiaire est parfois utilisée. Il n'est pas nécessaire que cette couche soit déposée par voie électrochimique. Cette technique a été utilisée dans notre étude pour le dépôt de couches d'or. Cette opération a été réalisée au sein du Laboratoire d'Analyse des Architectures et des Systèmes (LAAS) par un réacteur électrochimique RENA Fontaine c à partir d'un sel AuCN. Une bi-couche d'accroche titane-cuivre a été déposée au préalable sur le substrat Si par pulvérisation cathodique.

II.1.4.2 Étapes technologiques de la fabrication des éprouvettes de microtraction

Procédé AUXITROL

Le procédé AUXITROL a été utilisé pour fabriquer les éprouvettes de traction d'aluminium pulvérisé dont le dépôt a été réalisé au LAAS, référencées comme Alu-AUXITROL. Il a été aussi utilisé pour la fabrication des éprouvettes d'aluminium pulvérisé dont le dépôt a été réalisé au Centre de Recherche Publique - Gabriel Lippmann (CRP-GL), référencées Alu-CRPGL.

Ce procédé repose sur une mise en forme du dépôt en face avant par gravure chimique et sur une gravure humide du silicium en face arrière à l'aide d'une solution KOH. Les différentes étapes de ce procédé sont schématisées sur la figure II.1 - 11. Le wafer de silicium est tout d'abord préparé par la croissance et le dépôt d'un bi-couche Si_3N_4/SiO_2 qui sert de couche d'arrêt à la gravure KOH (étapes 1 et 2). Le métal est ensuite déposé sur l'ensemble de la surface de la plaque avant d'être gravé pour dessiner la forme des éprouvettes (étapes 3 à 5). La face arrière est ensuite gravée par gravure KOH (étapes 6 à 9) et l'éprouvette est finalement libérée des couches d'accroche Si_3N_4/SiO_2 par le procédé de gravure physique appelé *reactive ion etching* (RIE). La vitesse de gravure du silicium par le KOH est comprise entre $0{,}5$ µm.min ^{1} et 2 µm.min ^{1} pour une température comprise entre 70 C et 90 C. Cependant, le rapport d'anisotropie de la gravure des plans (111) par rapport aux plans (100) est de $100 : 1$; c'est-à-dire que les plans (111) sont gravés cent fois plus vite que les plans (100). Ce phénomène provoque un angle de gravure du silicium de $54{,}7$ [Shon-Roy 98]. Cette anisotropie doit être prise en compte dans la conception des masques pour obtenir la géométrie souhaitée.

Procédé INL

Le procédé INL a été utilisé pour fabriquer les éprouvettes d'aluminium et d'or respectivement référencées Alu-INL et Au-INL. Les différentes étapes de ce procédé sont schématisées sur la figure II.1 - 12. Ce procédé se distingue de celui précédemment présenté par l'utilisation de la technique du « *lift-off* » pour définir la géométrie de la poutre et par l'utilisation d'une résine de masquage spéciale résistant à l'agent de gravure du silicium. Les dépôts de Si_3N_4 LPCVD / SiO_2 (oxyde thermique) ont été sous-traités à l'École Supérieure d'Ingénieurs en Électrotechnique et Électronique (ESIEE).

Procédé MetalMUMPs

Le procédé MetalMUMPs est un procédé commercial développé par la société MEMSCAP qui est basé sur le dépôt par voie électrolytique d'une couche de nickel. Les détails des différentes étapes sont décrits par Cowen et *al.* [Cowen 02]. Les éprouvettes en Nickel-Cobalt présentées dans cette étude ont été réalisées à partir de ce procédé.

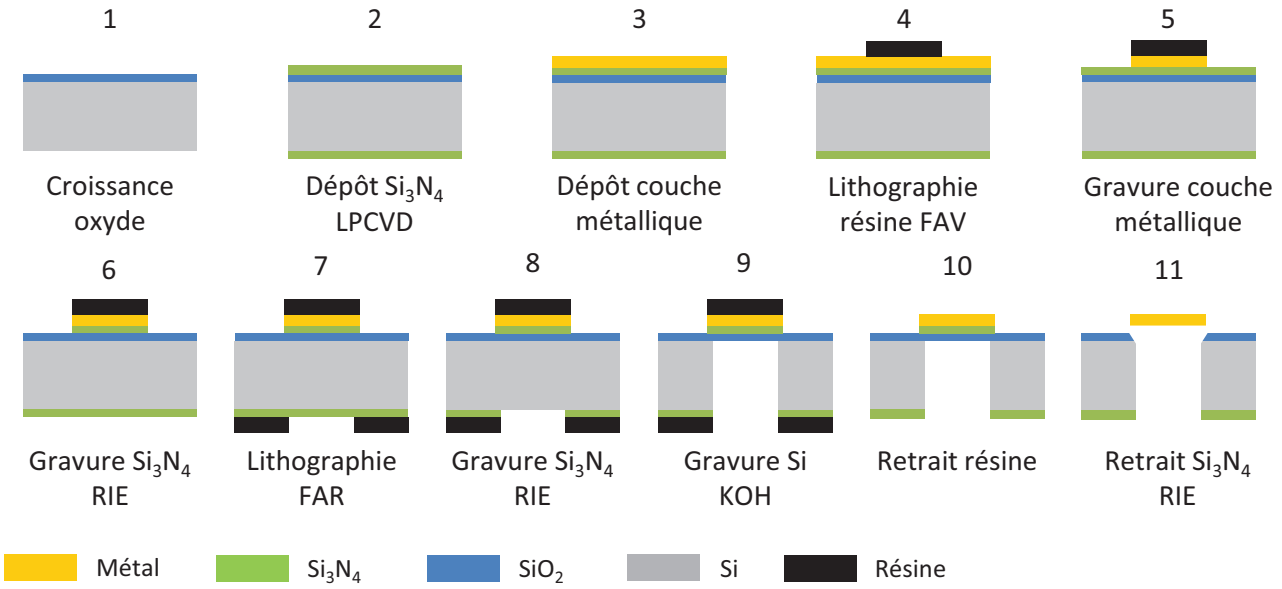


FIGURE II.1 - 11 – Étapes technologiques de fabrication des éprouvettes de microtraction AUXITROL.

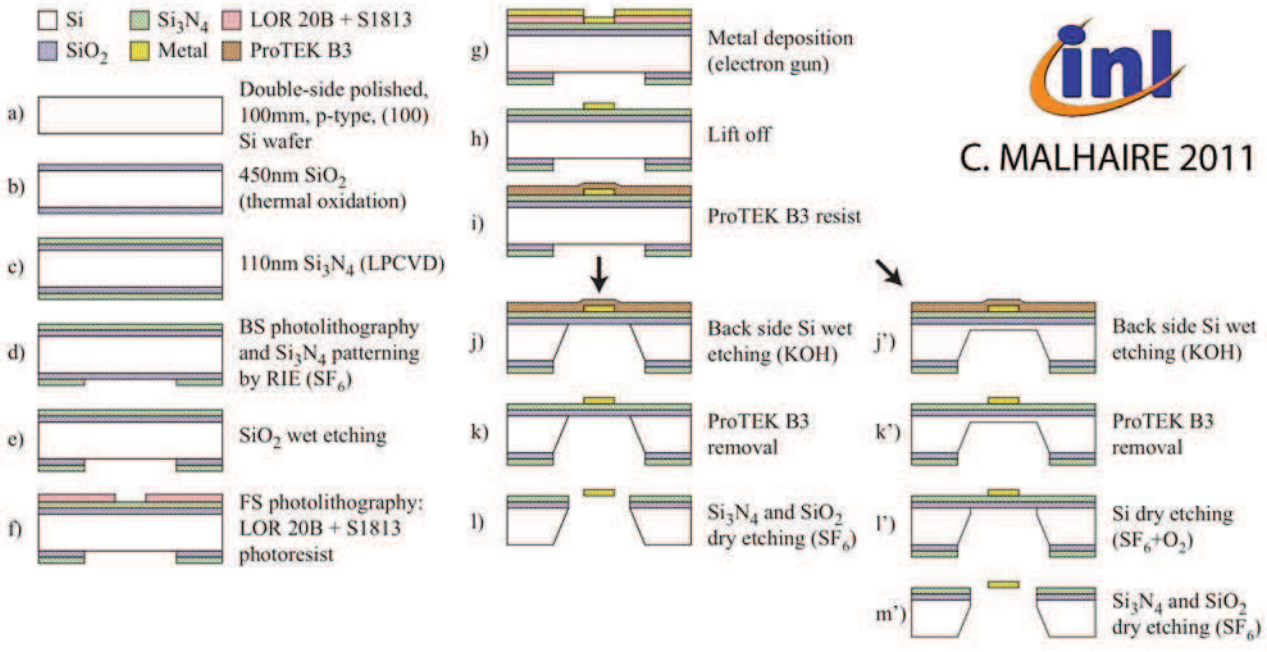


FIGURE II.1 - 12 – Étapes technologiques de fabrication des éprouvettes de microtraction INL.

II.1.5 Description de la méthodologie de l'essai

La méthodologie de l'essai a été mise au point au cours des travaux de recherche de Cédric Seguineau [Seguineau 09]. Elle est décrite sur la figure II.1 - 13. Après mesure de l'épaisseur de la partie autoportante, l'éprouvette est positionnée sur les mors et alignée avec l'axe de traction. L'éprouvette est serrée sur les mors grâce à des vis et la largeur et la longueur de la partie utile sont mesurées. Le cadre rigide est ensuite sectionné afin de pouvoir effectuer l'essai de traction.

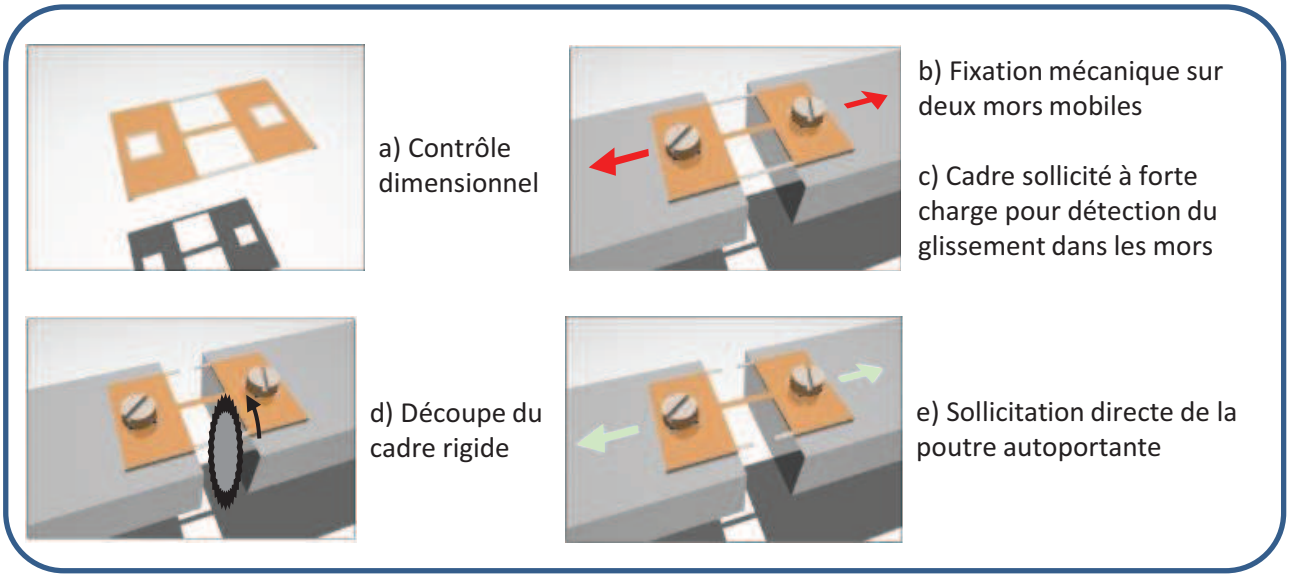


FIGURE II.1 - 13 – Les différentes étapes d'un essai de microtraction [Malhaire 09].

Ce qui a été décrit jusqu'à ce point est antérieur au commencement de la thèse. Nous allons maintenant présenter les améliorations techniques et méthodologiques qui ont été apportées au cours de mes travaux. Le but de ce travail est de réduire les incertitudes de mesure.

II.2 Réduction des incertitudes de mesure pour l'essai de microtraction monotone

La maitrise des incertitudes de mesure est un enjeu crucial dans la mise au point d'un essai. Ceci est d'autant plus vrai en ce qui concerne l'essai de microtraction qui n'est pas un essai normalisé. Le croisement des résultats issus de la bibliographie ne permet pas de valider la procédure d'essai en raison de l'important nombre de procédés de dépôts et de la grande variété des dispositifs existants [Hemker 07].

Un autre point particulier concerne les grandeurs physiques à mesurer qui sont très faibles. En effet, la force à rupture typique d'une éprouvette d'aluminium de longueur

$L_0 = 3\,000$ µm, de largeur $w = 200$ µm et d'épaisseur $t = 1$ µm est de l'ordre de 40 mN. Nous sommes alors proche des limites de détection technologique des capteurs de forces présent sur le marché. De même, si l'on considère une limite élastique $\sigma_y = 150$ MPa, comme cela est visible sur la figure II.0 - 1, et un module d'élasticité $E = 67$ GPa, la déformation élastique maximale est atteinte pour un déplacement des mors ΔL inférieur à 10 µm :

$$\Delta L = \varepsilon_{\sigma_y} L_0 = \frac{\sigma_y}{E} L_0 = \frac{150 \quad 3}{67\,000} = 6{,}7 \quad 10^{\ 3}\ \text{mm} \tag{II.2.1}$$

Il est donc primordial de maitriser aux mieux les incertitudes de mesure afin de limiter les erreurs et incertitudes lors de la détermination des propriétés mécaniques des couches minces caractérisées.

Afin d'obtenir une liste exhaustive des sources d'incertitude pouvant influencer la mesure des propriétés mécaniques des couches minces, une approche 5M a été adoptée. Cette approche permet de structurer la recherche des causes d'un problème en les classant dans cinq familles différentes. La représentation graphique de cette méthode est le diagramme en « arêtes de poisson » (aussi appelé diagramme des causes et effets d'Ishikawa du nom de son inventeur). La figure II.2 - 14 montre les différentes sources d'incertitude concernant l'essai de microtraction classées suivant les différentes familles proposées par la méthode. Après avoir identifié les sources d'incertitudes, elles sont classées selon leur criticité. Une partie des incertitudes de mesure présentées dans le diagramme ont déjà été identifiées, analysées et limitées par Cédric Seguineau lors de ses travaux de recherche [Seguineau 09]. Nous mettrons en évidence les développements méthodologiques et techniques ayant permis de réduire les incertitudes restantes.

Par la suite, sauf mention contraire, les incertitudes sur les différents paramètres mécaniques introduites par les erreurs de mesures seront calculées en prenant la section d'éprouvette nominale la plus faible caractérisée lors de cette étude :

— longueur $L_0 = 3\,000$ µm,
— largeur $w = 200$ µm,
— épaisseur $t = 1$ µm.

II.2.1 Améliorations techniques

Les précédents travaux de recherche sur la platine de microtraction au sein du laboratoire DCT/AQ/LE du CNES ont été menés par Cédric Seguineau sur un dispositif de microtraction prêté par le SIMaP. L'état d'avancement de ces travaux (illustré par la figure II.2 - 15a) ont poussé le CNES à se doter d'un prototype du même dispositif à la fin de la collaboration contractuelle avec le SIMaP. Des améliorations techniques ont été apportées sur le prototype acheté par le laboratoire DCT/AQ/LE au cours de cette thèse.

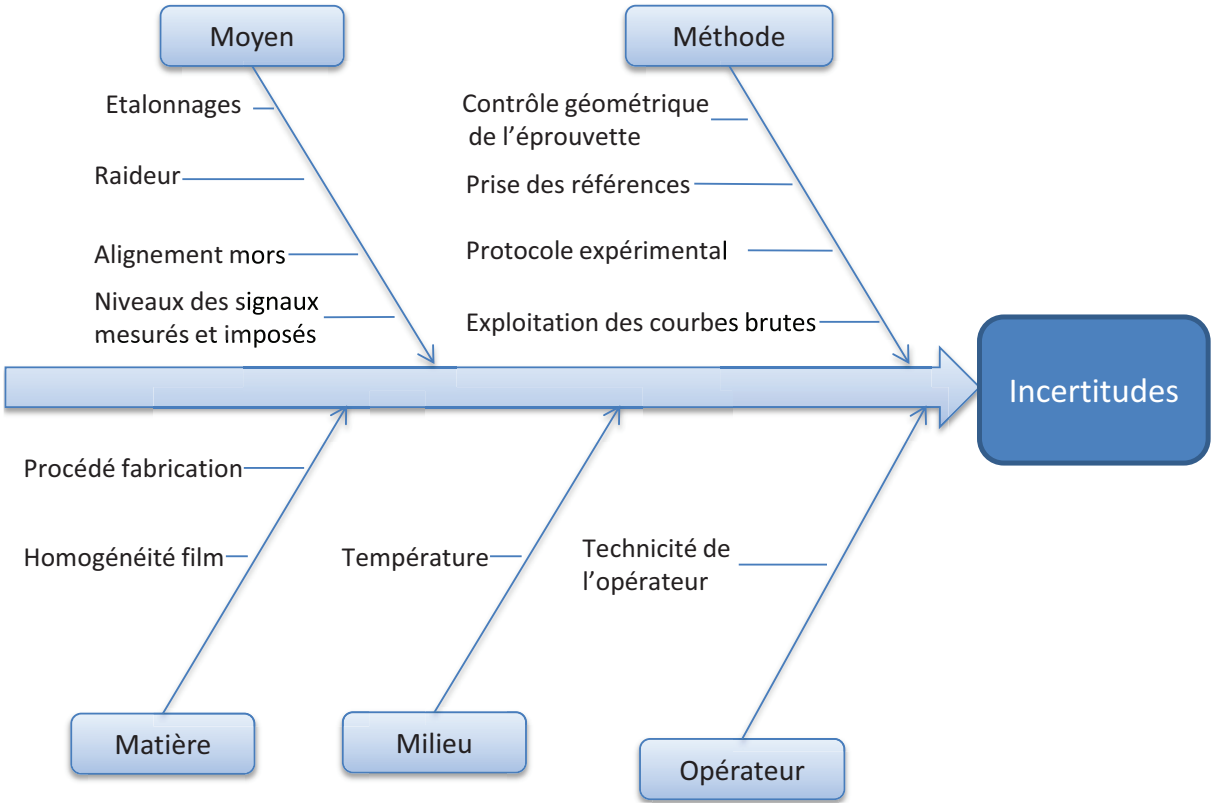
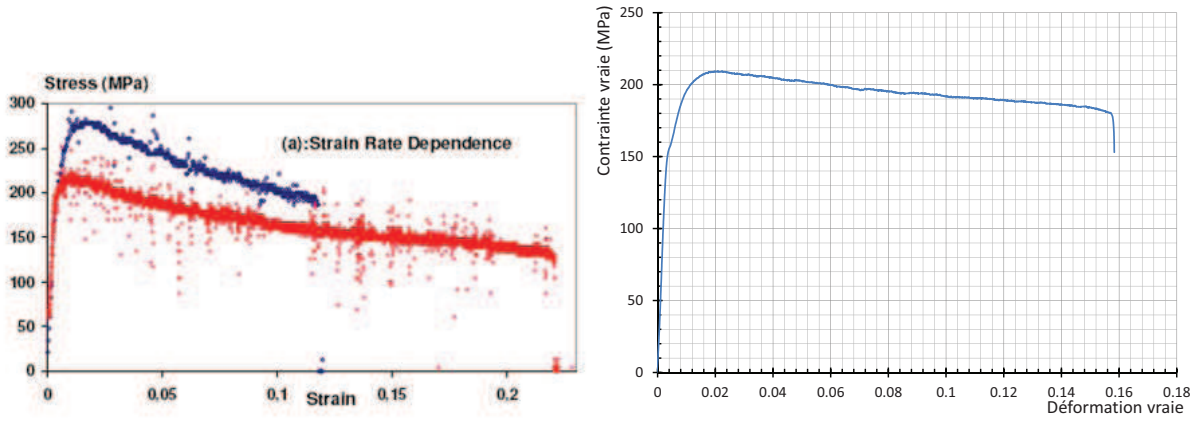


FIGURE II.2 - 14 – Diagramme d'Ishikawa représentant l'ensemble des incertitudes pouvant perturber la mesure des propriétés mécaniques lors d'un essai de microtraction.



(a) Essai réalisée sur la platine du SIMaP [Ignat 08]

(b) Essai réalisée sur la platine du CNES

FIGURE II.2 - 15 – Courbes caractéristiques d'essais de microtraction sur une éprouvette d'aluminium d'1,5 µm d'épaisseur obtenue avec la platine du SIMaP (a) et celle acquise par le CNES après l'apport des modifications techniques (b).

II.2.1.1 Améliorations de la mesure de force

La force à rupture caractéristique d'une éprouvette de microtraction en aluminium de géométrie identique à celle présentée précédemment est de 40 mN ce qui est légèrement inférieur au poids d'une feuille de papier A4 classique. Les forces à mesurer sont donc très faibles et une attention particulière a été portée à la réduction de l'incertitude de mesure sur le capteur de force. Du fait de sa miniaturisation et de sa conception, la cellule de force est très sensible aux champs électrostatiques environnant. Afin de limiter l'impact de ceux-ci, un blindage électromagnétique a été réalisé autour du câble reliant le conditionneur au capteur de force et une masse commune à tous les appareils a été installée. De plus, la connectique entre le conditionneur et le capteur de force a été modifiée. Ces améliorations ont permis d'augmenter la résolution du capteur de force de $0{,}5$ mN à $0{,}1$ mN.

La stabilité du capteur de force est fortement influencée par la température. Afin de limiter cette influence, la platine de microtraction a été placée dans un caisson calorifugé et l'essai est lancé après la stabilisation thermique du caisson. Au cours d'un essai qui peut durer entre 10 min et 45 min, la température dans le caisson, mesurée au plus près possible du capteur de force en utilisant la sonde des interféromètres laser, varie de $0{,}002$ C à $0{,}01$ C. De plus, l'échauffement local de l'éprouvette induit par l'éclairage nécessaire à son observation optique *in-situ* n'est pas mesurée par la sonde de température citée précédemment. Une étude de l'influence de cette lumière a montré que l'utilisation d'un éclairage coaxial focalisé sur le centre de la zone utile de l'éprouvette lors des mesures optiques à l'aide du microscope numérique HIROX c réduit la zone thermiquement affectée et limite ainsi l'échauffement du capteur de force. La méthode permettant de définir le zéro en force avant la mise en charge de l'éprouvette est très précise. Ainsi, la différence entre la force résiduelle mesurée après la rupture de l'éprouvette et celle mesurée avant la mise sous tension ne découle pas d'une mauvaise remise à zéro dans la mesure de force mais rend uniquement compte des variations de température au sein du caisson. Cette différence est typiquement de l'ordre de $0{,}5$ mN ce qui correspond à une erreur de $1{,}03$ % sur la mesure de la contrainte maximale pour des éprouvettes en aluminium dont la géométrie est identique à celle présentée à la figure II.1 - 7.

II.2.1.2 Autres améliorations techniques

Des modifications portant sur la partie logicielle et sur la technologie de commande du moteur ont aussi été apportées.

Commande du moteur

La vitesse résiduelle du moteur de la première version de la platine se réglait à l'aide d'un potentiomètre. De ce fait, même après avoir réalisé un réglage fin, le moteur possédait

une vitesse résiduelle non-nulle de $45\,\mathrm{nm.s}^{-1}$. Cette vitesse résiduelle était problématique pour la réalisation des essais, notamment lors des phases préliminaires (mesures géométriques, découpe des bras, stabilisation de la température). Afin de palier ce problème, un boitier de commande intermédiaire *on-off* a été ajouté. Cependant lors de la modification de l'état de l'interrupteur, un pic de tension était systématiquement envoyé au moteur entrainant un à-coup dans le déplacement des mors susceptible d'endommager l'éprouvette.

Dans la version actuelle de la platine, la technologie de commande du moteur a été modifiée et l'utilisation d'un codeur numérique de position (Modèle IE2-512 de Faulhaber) supprime la vitesse résiduelle du moteur lorsque une commande de vitesse égale à zéro est envoyée. Ainsi l'éprouvette n'est plus sollicitée en compression lors de la phase d'attente de la stabilisation thermique.

Améliorations logicielles

Une gestion des erreurs a été ajoutée à la partie logicielle. Elle permet le retour à une position de sécurité si la limite en force est dépassée et limite les risques d'endommager le capteur et/ou l'éprouvette. La boucle de commande de l'essai a été allégée des commandes superflues et les données en provenance des capteurs gérées par le logiciel ont été rationalisées afin de rendre l'application plus robuste et d'améliorer la vitesse d'acquisition. Cette dernière a ainsi été portée de $4\,\mathrm{Hz}$ à $15\,\mathrm{Hz}$ ce qui a permis de caractériser des matériaux au comportement fragile présentant des allongements à rupture très faible. Le détail des améliorations apportées au logiciel ne peut pas être présenté ici pour des raisons de confidentialité.

L'ensemble de ces améliorations techniques ont permis de réduire fortement les bruits de mesure comme le montre la figure II.2 - 15b et d'obtenir des courbes caractéristiques suffisamment « propres » pour ne pas nécessiter de post-traitement numérique.

II.2.2 Améliorations méthodologiques

Parallèlement aux améliorations techniques citées précédemment, des améliorations ont été apportées à la méthodologie de l'essai. Elles ont été principalement axées sur la réduction des erreurs et incertitudes de mesure lors de la caractérisation géométrique des éprouvettes.

Le contrôle dimensionnel des structures de tests est une étape incontournable qui impacte directement l'incertitude des mesures des propriétés mécaniques des matériaux à tester. Cette étape est particulièrement délicate dans le cadre de la caractérisation de matériaux en couches minces :

— L'épaisseur des couches minces testées au cours de ces travaux est comprise entre $0{,}8\,\mu m$ et $25\,\mu m$. La méthodologie de mesure est donc à adapter à de si petites dimensions.
— Dans le cas d'une éprouvette de microtraction de longueur l et d'épaisseur t respectivement égales à $3\,mm$ et $1\,\mu m$, le ratio l/t est égal à $3\,000$. Une telle différence implique obligatoirement des stratégies de mesures différentes.

II.2.2.1 Caractérisation de la longueur

La mesure de la longueur des éprouvettes est réalisée *in-situ* à l'aide d'un microscope numérique HIROX c après le montage de l'éprouvette dans les mors. L'erreur de mesure $\Delta_c(L0)$ est principalement due à l'erreur de positionnement des curseurs numérique lors de la mesure et est estimée égale à $10\,\mu m$. L'incertitude de mesure sur la longueur initiale $U(L_0)$ est une incertitude de type B et la norme AFNOR NF ENV 13005 prévoit dans ce cas de la calculer à partir de l'erreur de mesure $\Delta_c(L_0)$ comme suit :

$$U_{L_0} = \frac{\Delta_c(L_0)}{\overline{12}} = 2{,}89\,\mu m \tag{II.2.2}$$

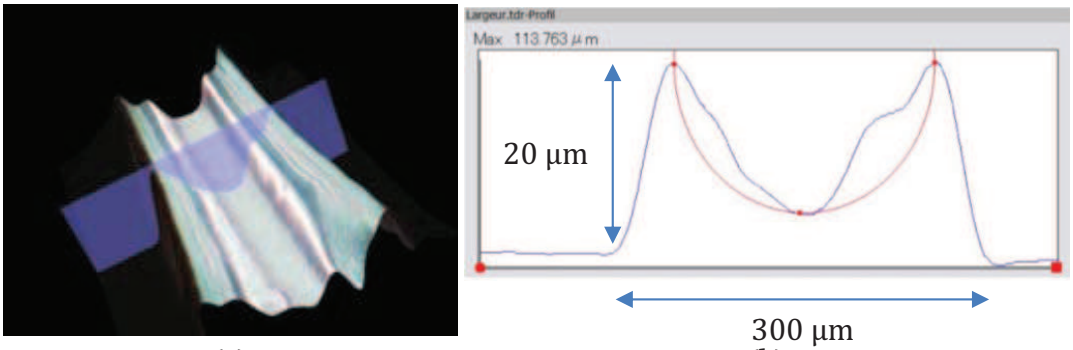
Soit, une incertitude relative $u(L_0)$ pour une éprouvette dont la longueur nominale L_0 est de $3\,000\,\mu m$:

$$u(L_0) = \frac{U(L_0)}{L_0} = 0{,}29\,\% \tag{II.2.3}$$

II.2.2.2 Caractérisation de la largeur

La mesure de largeur est réalisée *in-situ* à l'aide du microscope numérique HIROX c une fois l'éprouvette montée dans les mors. Comme le montre la figure II.2 - 16, les éprouvettes de microtraction présentent un profil en forme de « tuile » avec une flèche au centre qui peut être élevée. La mesure de la largeur ne prend pas en compte la courbure de la section. L'erreur ainsi faite sur la mesure de la largeur peut atteindre $12{,}9\,\%$.

L'observation *in-situ* de plusieurs essais sur les éprouvettes a permis de mettre en évidence un comportement récurrent correspondant à un déplissement pendant les premiers stades de la mise sous tension jusqu'à ce que l'éprouvette atteigne un très bon niveau de planéité. La mesure de la largeur de l'éprouvette au moment où l'éprouvette est la plus plane permet de limiter l'erreur causée par le plissement initial de l'éprouvette. La largeur est donc mesurée après l'essai sur les images enregistrées par le système optique *in-situ* au cours de l'essai en choisissant l'image où l'éprouvette est la plus plane. Cette planéité est atteinte aux alentours de la limite d'élasticité, la contraction latérale de l'éprouvette est donc très faible et peut être négligée. L'incertitude sur la mesure de largeur se calcule à partir de la résolution du positionnement des curseurs $\Delta_c(w)$ qui est estimée



(a) (b)

FIGURE II.2 - 16 – Topographie initiale d'une éprouvette de microtraction et (a) profil obtenue à partir d'une section d'éprouvette indiqué par le plan de coupe bleu sur (b).

égale à $5\,\mu m$:

$$U(w) = \frac{\Delta_c(w)}{\sqrt{12}} = 1{,}44\,\mu m \tag{II.2.4}$$

Soit, une incertitude relative $u(w)$ pour une éprouvette dont la largeur nominale w_0 est de $200\,\mu m$:

$$u(w) = \frac{U(w)}{w_0} = 0{,}72\,\% \tag{II.2.5}$$

II.2.2.3 Caractérisation de l'épaisseur

Contrairement aux mesures de longueur et de largeur, aucune technique de mesure ne permet une détermination directe de l'épaisseur des éprouvettes. Cette dernière est mesurée par rapport à une référence. Deux méthodes ont été utilisées ; elles diffèrent par la référence prise pour la mesure. Ces deux méthodes doivent aussi être évaluées et l'incertitude relative au moyen de mesure mis en œuvre doit aussi être calculée.

Mesure par rapport aux bras de maintien

Dans ce cas, les mesures d'épaisseur se font entre la face supérieure de la couche autoportante et la face supérieure des bras de maintien en silicium. Les mesures sont réalisées à l'aide d'un profilomètre optique à lumière blanche FOGALE c .

La gravure en face avant des couches minces pour enlever la couche de Si_3N_4 des éprouvettes AUXITROL est réalisée par une technique d'abrasion ionique appelée DRIE (*Deep Reactive Ion Etching*) comme indiqué sur la figure II.1 - 11. Nous avons remarqué sur certaines éprouvettes une gravure excessive des bras de maintien en silicium. La figure II.2 - 17a montre une topographie d'une telle sur-gravure sur une éprouvette d'aluminium observée au profilomètre optique.

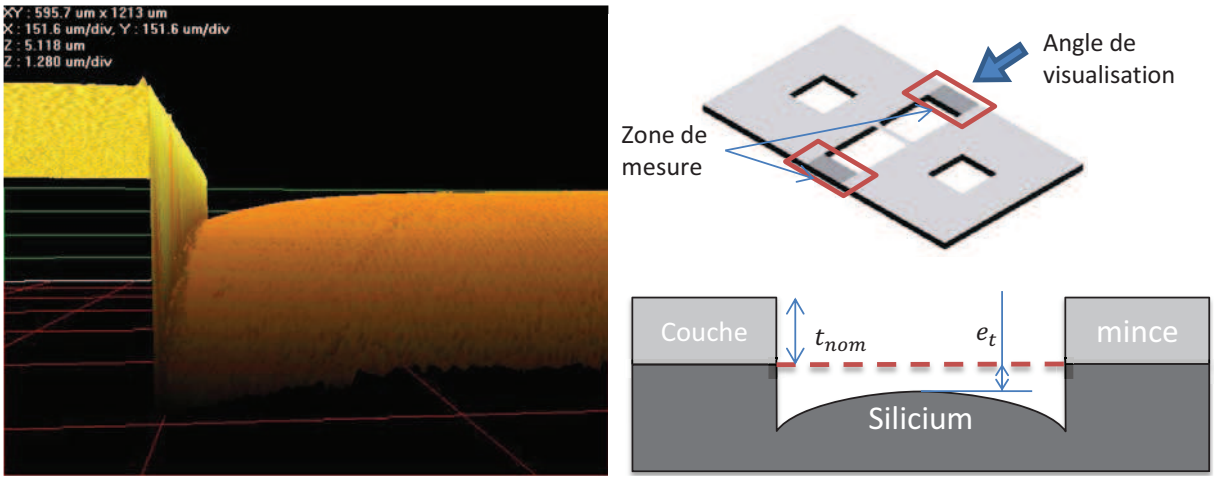
Dans le cas où la sur-gravure touche tout le bras de maintien, l'épaisseur de la couche mince est alors sur-estimée lors de la mesure comme illustré sur la figure II.2 - 17b. L'étape

de gravure du Si_3N_4 est un passage obligé dans le processus de fabrication de gravure AUXITROL et ne peut être supprimée. L'ajout d'une étape de mesure de l'épaisseur de la couche au niveau des éprouvettes entre l'étape de gravure du métal et celle de la gravure du Si_3N_4 permettrait de remédier à ce problème mais augmenterait le prix de fabrication des éprouvettes. Une méthode de mesure alternative a donc été développée.

Mesure après gravure chimique de la couche

Dans ce cas, la mesure de l'épaisseur de l'éprouvette est réalisée *post-mortem* après une gravure chimique sélective de la couche au niveau des ancrages. Les étapes de la méthode sont :

1. dépôt d'une couche de résine de telle manière qu'elle ne recouvre qu'une partie de l'ancrage,
2. polymérisation de la résine 90 s à 120 C,
3. dissolution de la partie métallique non protégée par immersion des ancrages dans une solution composée d'acide phosphorique, d'acide nitrique et d'eau. La couche de Si_3N_4 présente directement sous la couche métallique n'est pas attaquée par la solution. Lorsque la surface attaquée de l'ancrage change de couleur, la couche a été complètement gravée (il s'agit de la même technique de contrôle que celle utilisée lors de la gravure en face arrière des éprouvettes),
4. rinçage de l'ancrage à l'eau dé-ionisée puis dégraissage dans l'acétone pour enlever la résine.



(a) Phénomène de sur-gravure des bras de maintien.

(b) Influence de la sur-gravure sur la mesure de l'épaisseur d'une éprouvette.

FIGURE II.2 - 17 – (a) Observation au profilomètre optique (FOGALE c) du profil du bras de maintien d'une éprouvette d'aluminium AUXITROL et du phénomène de sur-gravure lors de la gravure de la couche. (b) Illustration de l'influence de la sur-gravure sur la mesure de l'épaisseur de la couche mince.

	Moyenne µm	Incertitudes $U(t)_i$ µm
Aluminium CRPGL W5	1,01	0,05
Aluminium AUXITROL	0,92	0,03

TABLE II.2 - b – Récapitulatif des mesures d'épaisseurs de différents wafers réalisées après une gravure chimique de la couche sur les éprouvettes d'aluminium issues du procédé CRPGL et AUXITROL. Les incertitudes $U(t)_i$ de mesures sont calculées pour un intervalle de confiance à 95 %.

La couche de Si_3N_4 est semi-transparente et ne permet donc pas l'utilisation de la profilométrie optique pour les mesures d'épaisseur. Les mesures sont donc réalisées à l'aide d'un profilomètre mécanique. La précision de la mesure repose alors sur la résolution du profilomètre mécanique qui est de 1 nm et sur l'homogénéité de la couche mince.

L'épaisseur de la couche mince n'est pas parfaitement homogène sur le wafer. La mesure de l'épaisseur est donc dépendante de la position à laquelle la mesure a été prise. Afin d'estimer l'incertitude sur l'épaisseur de la partie autoportante de l'éprouvette, une étude statistique a été menée sur l'ensemble des mesures d'épaisseur réalisées sur les différents wafers. L'épaisseur moyenne et l'incertitude $U(t)_i$ de chaque wafer sont récapitulées dans le tableau II.2 - b.

L'incertitude $U(t)_i$ est maximale pour le wafer 5 d'aluminium déposé par le CRPGL et vaut $0{,}05$ µm, soit une incertitude relative $u(t)_i$ qui vaut pour une éprouvette d'épaisseur nominale $t = 1$ µm :

$$u(t)_i = \frac{U(t)_i}{t} = 5{,}31\,\% \tag{II.2.6}$$

Incertitude liée au moyen de mesure

Les moyens de mesure de l'épaisseur sont différents en fonction de la technique mise en œuvre. Dans le cas de mesure sur les bras de maintien, il s'agit d'un profilomètre optique FOGALE c et dans l'autre cas, d'un profilomètre mécanique. La résolution des deux appareils indiquée par le fabriquant est de 1 nm dans les deux cas et sera noté $\Delta_c(t)$. De la même manière que pour l'incertitude sur la mesure de la longueur initiale, l'incertitude $U(t)_p$ associée à l'appareil introduite sur la mesure de l'épaisseur est donnée par :

$$U(t)_p = \frac{\Delta_c(t)}{\overline{12}} = 2{,}9 \quad 10^{\ 4}\,\text{µm} \tag{II.2.7}$$

Soit, une incertitude relative $u(t)$ pour une éprouvette dont l'épaisseur nominale t est de 1 µm :

$$u(t)_p = \frac{U(t)_p}{t} = 0{,}29\,\% \tag{II.2.8}$$

Incertitude totale sur la mesure de l'épaisseur

L'incertitude totale $u(t)$ sur l'épaisseur se calcule comme :

$$u(t) = \sqrt{u(t)_h^2 + u(t)_p^2} \tag{II.2.9}$$

Dans le cas d'une éprouvette d'épaisseur d'épaisseur 1 µm, l'incertitude totale vaut donc :

$$u(t) = \sqrt{0{,}29^2 + 5{,}0^2} = 5{,}01\,\% \tag{II.2.10}$$

II.2.2.4 Incertitudes totales sur les mesures de contrainte et de déformations

Les incertitudes de mesure faites sur les grandeurs géométriques ont un impact direct sur les incertitudes des mesures de la déformation et de la contrainte.

Incertitudes sur la mesure de la déformation

L'équation II.1.2 permet d'écrire que l'incertitude sur la caractérisation de la longueur $u(L_0)$ intervient dans le calcul de l'incertitude de la déformation $u(\varepsilon)$ associée à la caractérisation géométrique.

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \qquad u(\varepsilon) = \quad u\left(L_0\right) \tag{II.2.11}$$

L'incertitude relative $u(\varepsilon)$ pour une éprouvette de $3\,000$ µm est donc de $0{,}29\,\%$

Incertitudes sur la mesure de la contrainte

L'incertitude sur la mesure de la contrainte est conditionnée par celle sur les mesures de largeur et d'épaisseur. En ce qui concerne la largeur, l'équation II.1.1 permet d'écrire :

$$\sigma = \frac{F}{wt} \qquad u(\sigma)_w = \quad u(w) \tag{II.2.12}$$

De la même manière, on peut écrire pour l'épaisseur :

$$\sigma = \frac{F}{wt} \qquad u(\sigma)_t = \quad u(t) \tag{II.2.13}$$

L'incertitude totale $u(\sigma)$ sur la contrainte se calcule comme :

$$u(\sigma) = \sqrt{u(\sigma)_w^2 + u(\sigma)_t^2} = \sqrt{\left(\quad u(w)\right)^2 + \left(\quad u(t)\right)^2} \tag{II.2.14}$$

Dans le cas d'une éprouvette de largeur égale à 200 µm et de 1 µm d'épaisseur, l'incertitude totale vaut donc :

$$u(\sigma) = \sqrt{5{,}01^2 + 0{,}72^2} = 5{,}36\,\% \tag{II.2.15}$$

II.2.3 Améliorations du traitement des données

Une attention particulière a été portée sur les méthodes de traitements des données brutes issues de l'essai de microtraction (force et déplacement). La prise en compte de la déformation des ancrages et les méthodes d'identifications des lois de comportement ont été optimisées. Une méthode de calcul des propriétés élastiques d'éprouvettes multicouches est aussi proposée.

II.2.3.1 Déformation des ancrages

L'utilisation dans les éprouvettes de doubles congés de raccordement pour limiter les concentrations de contraintes induisent des champs de déformation hétérogènes au niveau des ancrages. La méthode de mesure de la déformation des éprouvettes inclut la mesure de la déformation de ces ancrages. La mesure doit donc être corrigée pour ne pas fausser le calcul de la déformation dans la partie droite de l'éprouvette. Cédric Seguineau a proposé une méthode analytique de correction de ces déformations dans le domaine élasto-plastique pour des petites déformations, comme indiqué dans le paragraphe II.1.3. Cependant cette méthode n'est plus valide dans le domaine des grandes déformations lorsque la géométrie des congés de raccordement est modifiée.

Afin de quantifier l'incertitude sur le calcul de la déformation de la partie droite de l'éprouvette, une étude a été menée au travers de simulations par éléments finis en utilisant le logiciel Abaqus c . Les simulations ont été réalisées sur deux couches minces d'aluminium présentant des forts allongements à rupture. Il s'agit des dépôts d'aluminium AUXITROL et CRPGL. Le modèle de comportement utilisé comme paramètre d'entré est celui de Ramberg-Osgood dont les paramètres ont été identifiés à partir des résultats d'essais de microtraction sur ces mêmes éprouvettes. Un déplacement de $600\,\mu m$ a été appliqué sur l'ancrage. Ce déplacement correspond à une déformation nominale ε_{nom} de $20\,\%$ pour une éprouvette possédant une longueur utile égale à $3\,000\,\mu m$ si aucune correction n'est apportée. En appliquant la méthode de correction, la déformation corrigée avec le modèle analytique ε^{a}_{corr} vaut $21{,}3\,\%$.

La figure II.2 - 18 montre le champs de déformation dans la partie utile d'une éprouvette dont les ancrages sont soumis à un déplacement de $600\,\mu m$. On remarque que la déformation dans la partie utile de l'éprouvette est homogène et qu'elle vaut $26{,}5\,\%$. Cette valeur est supérieure de $32{,}5\,\%$ à la déformation nominale et de $24{,}4\,\%$ à la déformation corrigée analytiquement.

L'identification des paramètres de la loi de comportement de Ramberg-Osgood en couplant les essais mécaniques avec des simulations par éléments finis permettrait de prendre en compte la déformation des doubles congés de raccordement, mais dans ce cas, une identification paramétrique doit être réalisée pour chaque géométrie des différents types

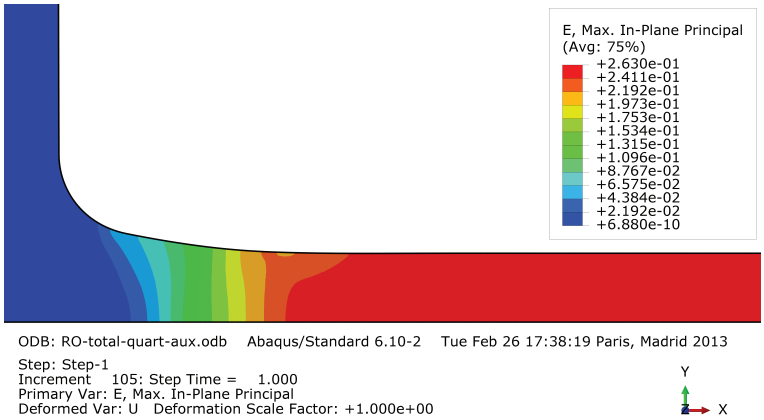


FIGURE II.2 - 18 – Champ de déformations dans la direction de sollicitation d'une éprouvette de microtraction AUXITROL simulé avec le logiciel Abaqus c . La sollicitation est alignée avec l'axe x.

		Déformation nominale	Déformation réelle	Erreur
Aluminium CRPGL W5	σ_R	154,8 MPa	148,2 MPa	4,2 %
	α	20,1	13,7	32,0 %
	n	13,5	14,6	8,2 %
Aluminium AUXITROL	σ_R	154,8 MPa	154,2 MPa	0,4 %
	α	1,7	1,6	5,6 %
	n	6,5	6,8	3,9 %

TABLE II.2 - c – Erreurs commises sur les paramètres du modèle de Ramberg-Osgood pour les éprouvettes d'aluminium AUXITROL et CRPGL en prenant en compte la correction analytique et la déformation simulée de la partie utile de l'éprouvette

de dépôts. Cette approche, coûteuse en temps, n'a pas été retenue en raison du choix de réaliser un grand nombre d'essais et de tester suffisamment de matériaux différents afin de valider l'essai de microtraction.

Une étude a été menée pour mesurer l'impact de l'erreur faite sur la mesure des déformations sur les valeurs des paramètres de la loi de Ramberg-Osgood identifiées à partir de l'essai de microtraction. Les résultats sont résumés dans le tableau II.2 - c. Les différences entre les paramètres calculés avec la correction analytique et ceux calculés à partir de la déformation simulée de la partie utile dépendent fortement du comportement du matériau. Les paramètres α et n sont les plus sensibles à une erreur sur la mesure de la déformation.

L'aluminium CRPGL est celui qui présente la plus grande erreur entre la déformation corrigée analytiquement et la déformation simulée. La figure II.2 - 19 montre la différence entre les courbes théoriques calculées à partir des paramètres du modèle de Ramberg-Osgood de l'aluminium CRPGL pour les deux types de déformation. On observe que, malgré des différences significatives sur les paramètres, la différence entre les deux courbes

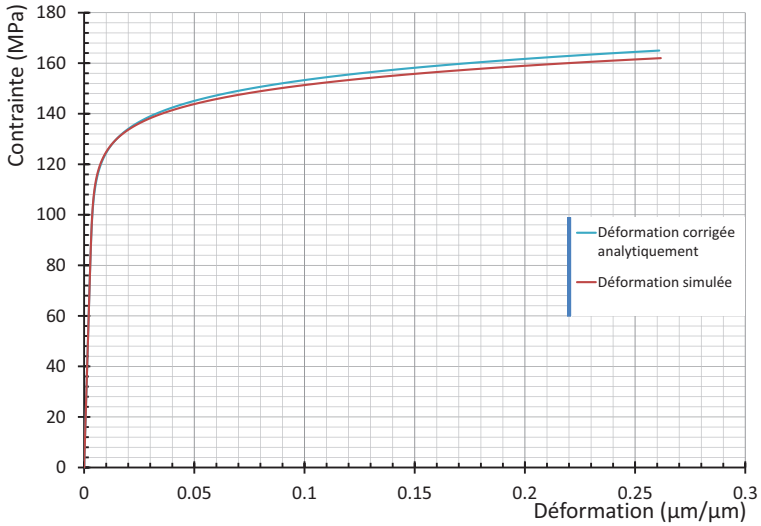


FIGURE II.2 - 19 – Comparaison des courbes d'écrouissage identifiées à partir des déformations « réelles » simulées par la méthode des éléments finis et à partir de la correction analytique pour une éprouvette de microtraction d'aluminium CRPGL.

est faible et que l'erreur faite sur la déformation peut donc être négligée pour le calcul de la loi de comportement.

On peut donc conclure que la correction numérique de la déformation des ancrages pour les éprouvettes présentant une ductilité importante n'impacte que légèrement l'identification des paramètres des modèles de comportement et que la correction analytique de la déformation des ancrages est suffisante.

II.2.3.2 Identification des modèles de comportement élasto-plastiques

Le modèle choisi pour décrire le comportement des couches minces est celui de Ramberg-Osgood qui exprime la déformation en fonction du niveau de contrainte en tenant compte de quatre paramètres [Ramberg 43] :

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} + \alpha \frac{\sigma_r}{E} \left(\frac{\sigma}{\sigma_r} \right)^n \tag{II.2.16}$$

Les détails concernant ce modèle ont été indiqués dans la partie I.2.4.1. Ce modèle a été choisi car il présente, entre autre, l'avantage d'être continu et dérivable sur l'ensemble du domaine de déformation. De plus, grâce au paramètre α, il permet de s'affranchir de la limite conventionnelle d'élasticité $\sigma_{0.2}$ prise à $0{,}2\,\%$ d'allongement qui n'est pas représentative des couches minces qui présentent souvent des déformations à rupture très faibles.

Le module d'élasticité est calculé de manière indépendante par une régression réalisée sur la partie linéaire de la courbe, en optimisant la valeur du résidus. Il est donc considéré comme connu. Cédric Seguineau a, dans ses travaux de thèse, proposé une méthode ma-

nuelle permettant d'identifier les trois paramètres restants [Seguineau 09]. Afin de rationaliser et de systématiser l'identification de ces trois paramètres, une méthode basée sur la minimisation d'une fonction objectif en utilisant un schéma itératif de type Levenberg-Marquardt a été développée. Cette technique permet de gagner en rapidité de traitement et, même, si la différence entre les deux méthodes est négligeable pour des déformations à rupture faible l'erreur est minimisée pour les allongements à rupture plus élevés. Lorsque la déformation est supérieure à 15 %, l'écart entre la courbe théorique et la courbe expérimentale a été diminué d'une valeur comprise entre 12,5 et 31,8 %.

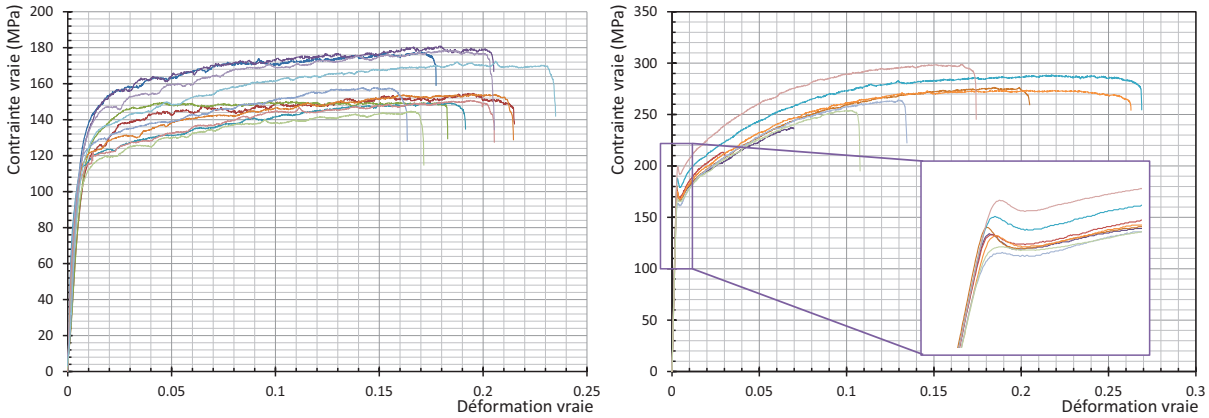
II.2.4 Conclusion

Les améliorations techniques apportées à la platine de microtraction ont permis d'améliorer la résolution et la répétabilité des courbes force-déplacement issues des essais. Les méthodes introduites pour la caractérisation de la géométrie des éprouvettes ont permis une réduction importante des incertitudes sur le calcul des propriétés mécaniques. Les méthodes de traitements des données qui ont été mises en place ont permis de réduire les écarts entre la courbe expérimentale et la courbe théorique construite à partir des valeurs des paramètres du modèle de comportement identifiées.

Afin de limiter l'influence de la déformation des ancrages sur la mesure de déformation, il a été envisagé d'utiliser la corrélation d'images comme moyen de mesure. Pour augmenter le contraste, trop faible sur les éprouvettes de microtraction, il aurait été nécessaire d'utiliser des poudres de céramique de taille nanométrique. Cependant, les normes de sécurité au sein du CNES ne nous ont pas permis de mettre en œuvre cette technique. Il a été démontré que l'erreur induite sur l'identification des paramètres du modèle de comportement élasto-plastique par la déformation des ancrages en grande déformation était suffisamment faible pour être négligée.

L'ensemble de ces développements font de la platine de microtraction un outil adapté à la caractérisation de couches minces autoportantes dont l'épaisseur peut être inférieure au micro-mètre. La figure II.2 - 20 met en évidence la bonne reproductibilité des mesures et permet ainsi de valider les développements techniques et méthodologiques apportés sur l'essai de microtraction ainsi que l'aboutissement des procédés d'élaboration qui permettent une bonne homogénéité du dépôt sur l'ensemble du wafer. Il est à noter que la résolution de la mesure permet de mettre en évidence des phénomènes localisés d'instabilité que nous avons interprétés comme étant des bandes de Piobert-Lüders [Bouabdallah 06]. Cette instabilité est visible sur la figure II.2 - 20b où elle se traduit par un pic de contrainte au niveau de la transition élasto-plastiques.

Suite à ces travaux, une campagne d'essais a été réalisée sur des fils d'or de 5 et 7 µm de diamètre dont la force à rupture est inférieure à 10 mN. Les résultats ont permis de mettre



(a) Éprouvettes d'épaisseur nominale $1{,}01\,\mu m$ en aluminium élaborées selon le procédé CRPGL.

(b) Éprouvettes d'épaisseur nominale $0{,}92\,\mu m$ en aluminium élaborées selon le procédé AUXITROL.

FIGURE II.2 - 20 – Courbes contrainte vraie-déformation vraie issues des essais réalisés sur l'ensemble des éprouvettes de chaque wafer.

en évidence des différences dans le comportement élasto-plastique entre les différents lots de fils mais ne peuvent être présentés ici pour des raisons de confidentialité. Un brevet est en cours de dépôt sur la méthodologie de l'essai.

Lors d'un essai de traction sur des matériaux métalliques, un phénomène autre que l'élasto-plasticité peut intervenir : il s'agit de l'endommagement mécanique. La réduction des incertitudes de mesure ayant permis d'obtenir un moyen de caractérisation fiable des phénomènes élasto-plastiques des couches minces, il a été envisagé de développer une méthodologie permettant de caractériser l'endommagement mécanique des matériaux métalliques en couches minces.

II.3 Apport de la microtraction dans la caractérisation de l'endommagement mécanique

L'endommagement mécanique met en jeu des mécanismes différents des mécanismes de déformations plastiques et élastiques. En effet, ces derniers se situent respectivement au niveau des atomes et des plans cristallins et respectent la cohésion de la matière tandis que l'endommagement mécanique représente la création de discontinuités surfaciques (fissures) ou volumiques (cavités) à l'échelle des grains. Même si, comme les déformations plastiques, les mécanismes d'endommagement mettent en jeu des mouvements et des accumulations de dislocations, l'irréversibilité de l'endommagement est beaucoup plus prononcée. Un traitement thermo-mécanique classique, par exemple, ne permet pas un retour à l'état initial.

Il existe d'autres phénomènes d'endommagement (irradiations, fragilisation par hydrogène...) qui agissent directement sur les liaisons inter-atomiques de la matière et qui ont pour effet de modifier les propriétés mécaniques des matériaux [Brinkman 54, Daw 83]. L'étude de leurs effets sur les couches minces n'étant pas le sujet de l'étude actuelle, nous ne considérerons ici que la caractérisation de l'endommagement mécanique.

II.3.1 La théorie de l'endommagement

La définition de l'endommagement nécessite la définition d'un état vierge pour lequel le matériau ne présente ni cavités ni fissures à l'état microscopique. De manière usuelle, on dit d'un matériau qu'il est vierge si son comportement est celui du même matériau élaboré dans les meilleures conditions. La théorie de l'endommagement est valide de l'état vierge de ce matériau jusqu'à la rupture du volume élémentaire représentatif.
On distingue couramment quatre types d'endommagement [Lemaitre 04] :

- l'**endommagement visco-plastique ou de fluage** qui est fonction du temps et qui est observable de moyennes à hautes températures,
- l'**endommagement de fatigue** qui est dû à la variation cyclique d'une contrainte,
- l'**endommagement macro-fragile** qui est provoqué par des sollicitations monotones sans déformation irréversible,
- l'**endommagement plastique ductile** qui est caractéristique des grandes déformations plastiques aux températures ambiantes.

Dans le cas de notre étude c'est ce dernier type d'endommagement qui a été rencontré et que nous nous sommes employés à caractériser.

II.3.1.1 La variable d'endommagement

La variable d'endommagement D est introduite afin de caractériser l'endommagement d'un volume. Elle est définie en fonction de l'aire S d'une section d'élément et de celle de l'aire résistante effective $\tilde{S}$ (avec $\tilde{S}$ S comme le montre la figure II.3 - 21). Pour le cas isotrope, la variable d'endommagement scalaire D est alors définie comme suit [Lemaitre 04] :

$$D = \frac{S_D}{S} \tag{II.3.1}$$

S correspond à la section du matériau vierge et S_D à l'aire totale de l'ensemble des défauts.

La valeur de la variable D permet donc de donner des informations sur l'état d'endommagement du matériau :

$$\begin{cases} D = 0 & \text{correspond à un matériau vierge d'endommagement} \\ 0 < D < 1 & \text{correspond à un matériau partiellement endommagé} \\ D = 1 & \text{correspond à un matériau totalement endommagé ou rompu} \end{cases}$$

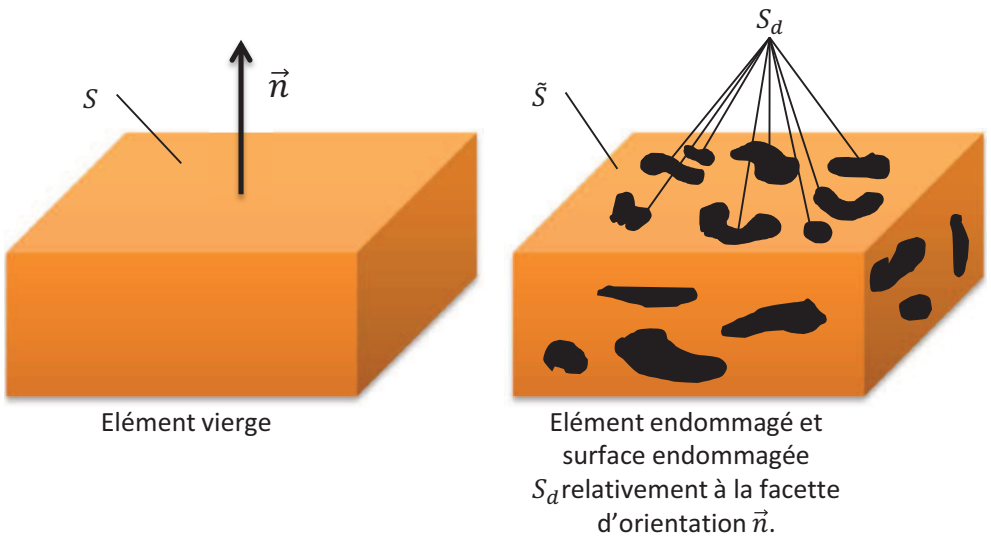


FIGURE II.3 - 21 – Aire apparente S et aire résistante effective $\tilde{S}$ d'un élément de volume.

II.3.1.2 Contrainte effective et principe d'équivalence des déformations

Contrainte effective

Dans le cas unidimensionnel d'un essai de traction, la contrainte σ est reliée à la force appliquée F et à la section S de l'éprouvette par la relation $\sigma = F/S$. Il a été montré précédemment que pour un matériau endommagé, la section effective résistante $\tilde{S}$ est inférieure à la section nominale. Il est alors possible de calculer une contrainte effective, c'est-à-dire la contrainte rapportée à la section qui résiste effectivement aux efforts [Lemaitre 04]. Cette contrainte est par définition :

$$\tilde{\sigma} = \frac{F}{\tilde{S}} = \sigma \frac{S}{\tilde{S}} \tag{II.3.2}$$

Elle peut donc être exprimée en fonction de la contrainte σ et de la variable d'endommagement D grâce à la relation :

$$\tilde{\sigma} = \frac{\sigma}{1-D} \tag{II.3.3}$$

Principe d'équivalence des déformations

L'hypothèse est prise par Lemaitre et Chaboche que l'endommagement n'induit pas de changements dans le comportement à la déformation d'un matériau [Lemaitre 04, Chaboche 77]. Les lois de comportement du matériau vierge restent donc valables dans le cas de ce même matériau endommagé à condition de remplacer la contrainte usuelle σ par la contrainte effective $\tilde{\sigma}$ comme illustré dans la figure II.3 - 22.

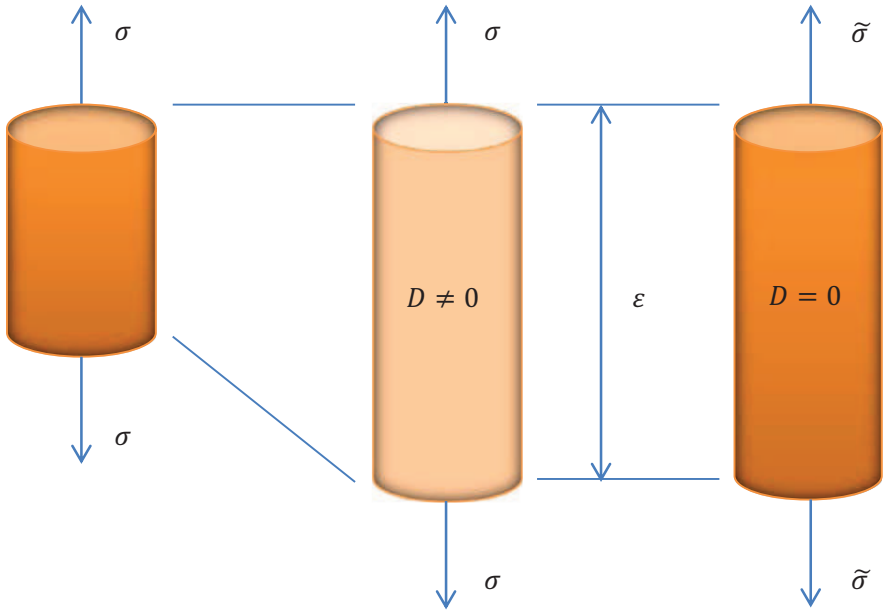


FIGURE II.3 - 22 – Illustration du principe de l'équivalence en déformation.

II.3.2 La caractérisation mécanique de l'endommagement

II.3.2.1 Principe de la méthode

En prenant en compte les deux hypothèses proposées au paragraphe II.3.1.2, nous pouvons écrire la loi de Hooke pour un matériau endommagé :

$$\tilde{\sigma} = E\varepsilon \tag{II.3.4}$$

En substituant la contrainte effective $\tilde{\sigma}$ par la contrainte σ et la variable d'endommagement D comme donnée à l'équation (II.3.3), on peut écrire :

$$\sigma = E\,(1 - D)\,\varepsilon \tag{II.3.5}$$

Si E est le module d'élasticité du matériau vierge, $\tilde{E} = E\,(1 - D)$ peut être interprété comme étant le module d'élasticité du matériau endommagé. Connaissant le module d'élasticité initial E, des décharges élastiques sont réalisées lors de l'essai de traction et le module d'élasticité est mesuré pour chaque décharge comme montré sur la figure II.3 - 23 pour évaluer la valeur de la variable d'endommagement D qui est alors égale à :

$$D = 1 - \frac{\tilde{E}}{E} \tag{II.3.6}$$

Bien que simple à mettre en œuvre, cette méthode présente quelques inconvénients :

— nécessité de réaliser des essais multi-cycles spécifiques,

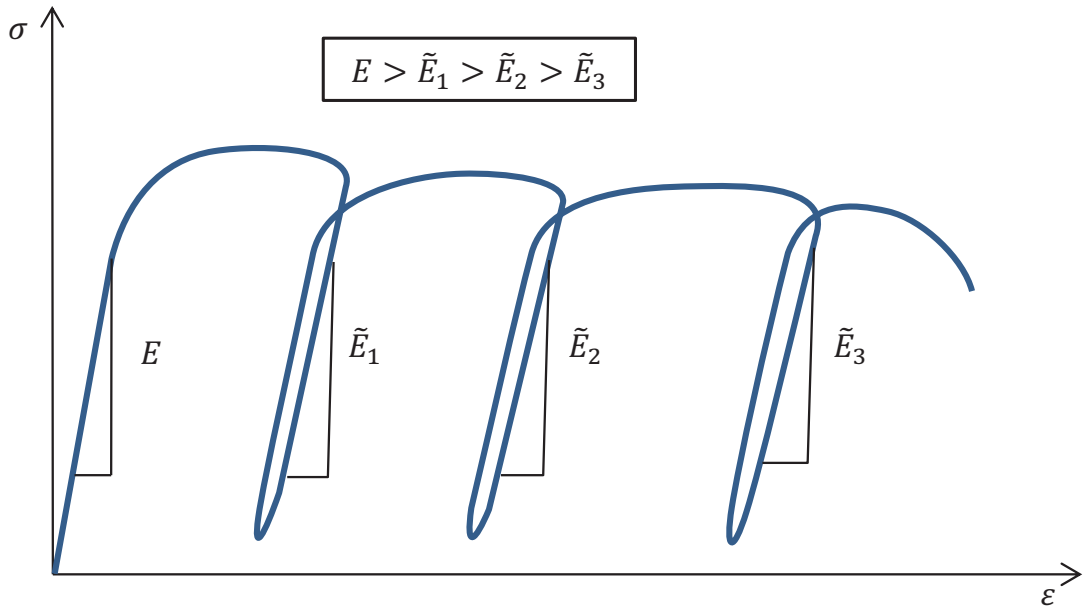


FIGURE II.3 - 23 – Schéma de principe de la caractérisation mécanique de l'endommagement.

— difficulté de mesurer précisément le module endommagé $\tilde{E}$,
— mesure discrète de l'endommagement nécessitant de réaliser suffisamment de décharges élastiques pour obtenir une loi d'évolution,
— traitement des résultats long et fastidieux.

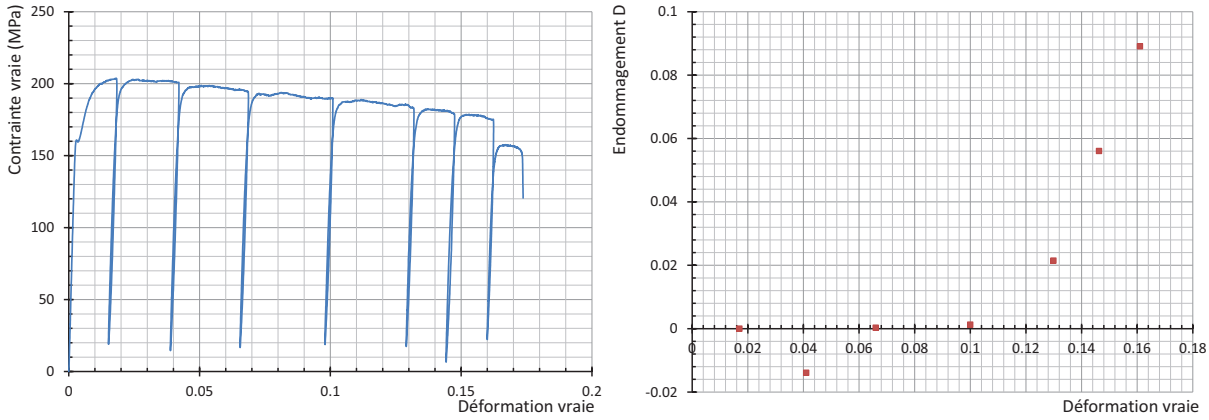
II.3.2.2 Résultats

La caractérisation de l'endommagement par la méthode des essais multi-cycles a été appliquée à l'analyse de deux systèmes. Une couche mince d'aluminium fabriquée selon le procédé AUXITROL et un bi-couche composé d'une couche épaisse de nickel-cobalt recouverte d'une couche d'or fabriquée selon le procédé MetalMUMPs [2]

Évolution de l'endommagement d'éprouvette d'aluminium AUXITROL

La figure II.3 - 24 montre la réalisation d'un essai multi-cycles et l'évolution de l'endommagement correspondant sur une éprouvette d'aluminium d'épaisseur égale à $1\,\mu m$. La mesure de l'évolution de la variable d'endommagement(II.3 - 24b) montre que l'endommagement reste négligeable jusqu'à une déformation comprise entre $11\,\%$ et $12{,}3\,\%$. Le nombre de points mesurés après apparition de l'endommagement n'est pas suffisant pour tirer des conclusions sur la forme de son évolution jusqu'à la rupture. La valeur maximale mesurée D_u de la variable d'endommagement est de $0{,}089$.

2. Cette étude a été réalisée au cours du projet Polynoé s'inscrivant dans un programme European Defence Agency (EDA).



(a) **(b)**

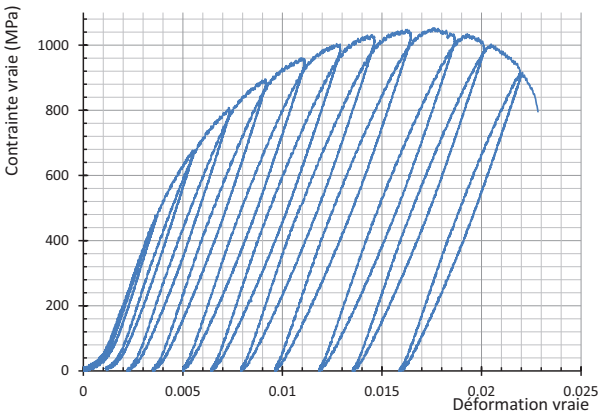
FIGURE II.3 - 24 – Courbe contrainte vraie et déformation vraie d'un essai multi-cycles (a) et l'évolution correspondante de la variable d'endommagement D (b) d'une éprouvette d'aluminium d'épaisseur égale à 1 µm.

Évolution de l'endommagement d'une bi-couches Nickel-Cobalt/Or

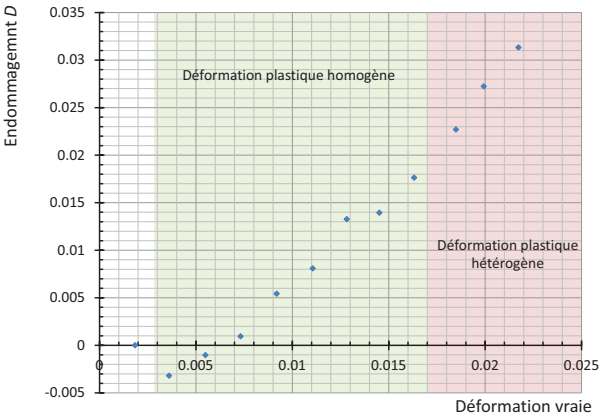
La figure II.3 - 25 montre la réalisation d'un essai multi-cycles et l'évolution de l'endommagement correspondant sur une bi-couche NiCo-Au. L'épaisseur de la couche de NiCo est de 20 µm pour une épaisseur totale du bi-couche de 22 µm. Il est intéressant de remarquer que l'endommagement commence dans la zone de déformation plastique homogène et se poursuit de manière presque linéaire jusqu'à la rupture, même après le passage dans la zone de déformation plastique hétérogène. Cette linéarité correspond à la loi proposée par Lemaitre et Chaboche dans le cadre de l'endommagement de matériaux métalliques soumis à un chargement unidimensionnel monotone [Lemaitre 04]. La valeur maximale mesurée de la variable d'endommagement D_u est de $0{,}031$. L'observation des faciès de rupture montre une striction de l'éprouvette assez prononcée et une bonne adhérence entre la couche d'or et la couche de Nickel-Cobalt (figure II.3 - 25c). Le phénomène observé ne correspond donc pas à la décohésion de la couche d'or. Au vu des différences d'épaisseurs entre les couches d'or et de Nickel-Cobalt, il semblerait que l'endommagement mesuré soit principalement celui de la couche de Nickel-Cobalt.

II.3.2.3 Discussion

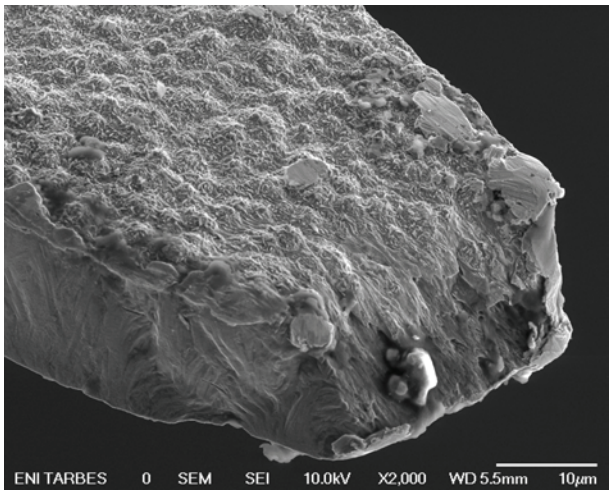
La mesure mécanique de l'endommagement montre dans les deux cas une évolution de l'endommagement cohérente avec la littérature. Cependant, il est à noter que l'endommagement ultime mesuré D_u est inférieur à $0{,}1$ alors que la gamme de valeurs généralement admise pour les métaux est comprise entre $0{,}5$ et $0{,}9$ [Lemaitre 04]. Cette valeur plus faible que la normale peut s'expliquer par le faible volume des éprouvettes qui augmente



(a) Courbe contrainte vraie-déformation vraie d'un essai multi-cycles réalisé sur un bi-couche NiCo-Au. La striction débute à partir de 1,70 % de déformation.



(b) Évolution de l'endommagement lors de l'essai multi-cycles. La zone verte correspond à la déformation plastique homogène (avant striction) et la zone rouge à la déformation plastique hétérogène (pendant striction).



(c) Faciès de rupture représentatif d'une éprouvette NiCo-Au. On observe une striction assez prononcée de l'éprouvette et la cohésion des deux couches est conservée jusqu'à la rupture.

FIGURE II.3 - 25 – Courbe contrainte vraie -déformation vraie d'un essai multi-cycles, évolution correspondante de la variable d'endommagement D et faciès de rupture d'une éprouvette composée d'un bi-couche nickel-cobalt et or.

la probabilité de l'apparition d'un défaut de taille critique entrainant la ruine de la structure.

Comme on peut le constater sur la figure II.3 - 24a, en ne prenant en compte que la courbe contrainte vraie-déformation vraie, il semble que la zone de déformation homogène se limite à la plage [0 % ;1,6 %] et qu'elle est suivie par une longue période d'endommagement correspondant à une déformation plastique hétérogène. Cette allure de courbe n'est pas un effet de l'application d'une charge cyclique car elle se retrouve sur toutes les autres éprouvettes du même lot soumises à un chargement monotone. Cependant, l'apparition de l'endommagement n'est effective que lorsque une déformation critique ε_c comprise entre 11 % et 12,3 % est atteinte. La décroissance de la résistance mécanique de l'éprouvette jusqu'à ce que la déformation atteigne cette valeur critique peut donc être assimilée à un adoucissement mécanique du matériau. Ce phénomène a déjà été observé pour de l'aluminium présentant des grains ultra-fins d'environ 50 nm de diamètre, ce qui est comparable avec la taille des grains de l'aluminium AUXITROL qui est d'environ 30 nm [Sun 07]. Selon Lopes et al., ce phénomène est lié à une modification de la texture du matériau au cours de l'essai [Lopes 99].

II.3.3 Couplage avec la méthode électrique

Comme nous l'avons vu précédemment, la caractérisation mécanique de l'endommagement est une méthode fastidieuse nécessitant la réalisation d'essais spécifiques et qui ne permet d'obtenir que des informations discrètes sur l'évolution de l'endommagement. Lemaitre et Chaboche proposent une méthode de caractérisation continue de l'endommagement basée sur l'évolution de la résistance électrique de l'éprouvette au cours de l'essai [Lemaitre 04]. Cette méthode nécessite que le matériau évalué soit conducteur et elle est donc adaptée à la caractérisation des couches minces métalliques.

II.3.3.1 Principe de la méthode

Par analogie avec la contrainte effective $\tilde{\sigma}$, on introduit ici la notion de courant effectif $\tilde{i}$, soit la quantité de courant traversant la section effective résistante de l'éprouvette. Le courant effectif dans l'éprouvette peut s'exprimer en fonction du courant nominal et de la variable d'endommagement de la manière suivante[Lemaitre 04] :

$$\tilde{i} = \frac{i}{1 \quad D} \tag{II.3.7}$$

Lemaitre et Chaboche ont proposé de mesurer l'évolution de la différence de potentiel dv du matériau au cours de l'essai de traction. Étant donné le faible volume de matière de nos éprouvettes il nous a semblé préférable, pour limiter l'échauffement dû à l'effet Joule,

de travailler à différence de potentiel constante et de suivre l'évolution de la résistance électrique de l'éprouvette caractérisée par la quantité de courant traversant la partie utile. La résistance électrique du matériau vierge dR s'exprime en fonction de la longueur l, de la section S de l'éprouvette et de la résistivité électrique ρ du matériau :

$$dR = \frac{dv}{di} = \rho \frac{dl}{dS} \tag{II.3.8}$$

La résistance électrique du matériau endommagé dR s'exprime par :

$$dR = \frac{dv}{d\tilde{i}} = (1 \quad D) \frac{dv}{di} = \rho \frac{dl}{dS} \frac{1}{(1 \quad D)} \tag{II.3.9}$$

L'hypothèse est faite que l'évolution de la résistivité ne dépend que des changements de géométrie induits par les déformations plastiques et élastiques. En utilisant les résultats présentés dans la partie II.1.1.1, on peut écrire dans le cadre d'un matériau isotrope et homogène :

$$dl = dl\,(1 + \varepsilon_e + \varepsilon_p) \quad dS = dS\,(1 \quad 2\nu\varepsilon_e \quad \varepsilon_p) \tag{II.3.10}$$

La loi de Bridgman permet d'écrire que la déformation n'influe sur la résistivité que par l'effet géométrique de la variation de volume pondérée par une constante C_1 rendant compte de la piézorésistivité du matériau :

$$\rho = \rho\,(1 + C_1\varepsilon_e\,(1 \quad 2\nu)) \tag{II.3.11}$$

On peut alors écrire :

$$\begin{aligned} \frac{\Delta dR}{dR} &= \frac{\rho\,(1 + C_1\,(1 \quad 2\nu))\,\dfrac{(1 + \varepsilon_e + \varepsilon_p)\,dL}{(1 \quad 2\nu\varepsilon_e \quad \varepsilon_p)\,(1 \quad D)\,dS} \quad \rho\dfrac{dL}{dS}}{\rho\dfrac{dL}{dS}} \\ \frac{\Delta dR}{dR} &= \frac{K_e\varepsilon_e + K_p\varepsilon_p + D\,(1 \quad 2\nu\varepsilon_e \quad \varepsilon_p)}{(1 \quad 2\nu\varepsilon_e \quad \varepsilon_p)\,(1 \quad D)} \end{aligned} \tag{II.3.12}$$

Avec :

$$K_e = 1 + 2\nu + C_1\,(1 \quad 2\nu)\,(1 + \varepsilon_e) \quad K_p = 2 + C_1\varepsilon_p\,(1 \quad 2\nu) \tag{II.3.13}$$

La variable d'endommagement D s'exprime donc comme une fonction de la résistance électrique mesurée :

$$D = \frac{\frac{\Delta dR}{dR}\,(1 \quad 2\nu\varepsilon_e \quad \varepsilon_p) \quad K_e\varepsilon_e \quad K_p\varepsilon_p}{(1 \quad 2\nu\varepsilon_e \quad \varepsilon_p)\left(1 + \frac{\Delta dR}{dR}\right)} \tag{II.3.14}$$

II.3.3.2 Dispositif expérimental de la mesure de résistance

Afin de ne pas mesurer les résistances de contact entre les sondes et la surface du matériau ainsi que la résistance des fils, les mesures de résistance électrique ont été réalisées par la méthode quatre pointes. Cette méthode est décrite par Holm et son principe est résumé sur la figure II.3 - 26 [Holm 67]. Les essais sont réalisés en imposant une différence de tension entre les ancrages de l'éprouvette et en mesurant l'intensité traversant la partie utile. Cette différence de potentiel imposée est de 100 mV.

Le passage du courant dans la section utile de l'éprouvette provoque inévitablement un échauffement de celle-ci par effet Joule. Les figures II.3 - 27a et II.3 - 27b montrent que l'augmentation de la température n'influence pas les propriétés mécaniques que ce soit pour des couches minces d'aluminium ou des couches d'or.

II.3.3.3 Validation des méthodes de calcul de volumes avec les essais multi-cycles expérimentaux

Contrairement au calcul de l'endommagement à partir de l'évolution du module, la mesure électrique de l'endommagement demande d'appliquer une correction de l'évolution de la section de l'éprouvette en fonction de la déformation pour obtenir une valeur de la variable d'endommagement. Afin de valider le modèle théorique développé en II.3.3.1, un essai multi-cycles a été réalisé conjointement à une mesure de résistance électrique sur une éprouvette d'aluminium d'1 µm d'épaisseur fabriquée suivant le procédé Auxitrol. Les résultats de la caractérisation mécanique de l'endommagement sont présentés en II.3.2.2. La résistance électrique brute mesurée au cours de l'essai est présentée en figure II.3 - 28.

Évaluation de l'endommagement à partir du modèle théorique

La figure II.3 - 29 montre l'évolution de l'endommagement calculée à partir de la résistance électrique corrigée à l'aide du modèle théorique à partir de l'équation (II.3.14) en comparaison avec l'endommagement calculé à partir de la résistance électrique corrigée grâce à l'essai multi-cycles. Il apparait que la correction théorique surestime l'influence de la déformation de la géométrie au cours de l'essai car la variable d'endommagement calculée par cette méthode évolue constamment vers des valeurs négatives ce qui est physiquement impossible.

Le modèle théorique d'évaluation de l'endommagement à partir des mesures de résistance électrique présente donc des résultats aberrants. Il est cependant possible d'utiliser les résultats présenter sur la figure II.3 - 24 pour découpler les effets de la déformation de ceux de l'endommagement sur la résistance électrique afin de recaler le modèle.

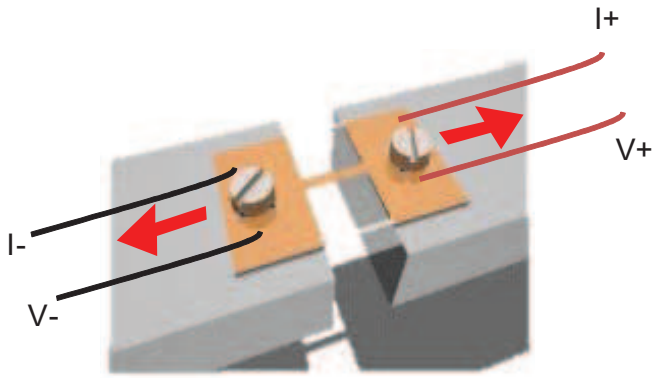
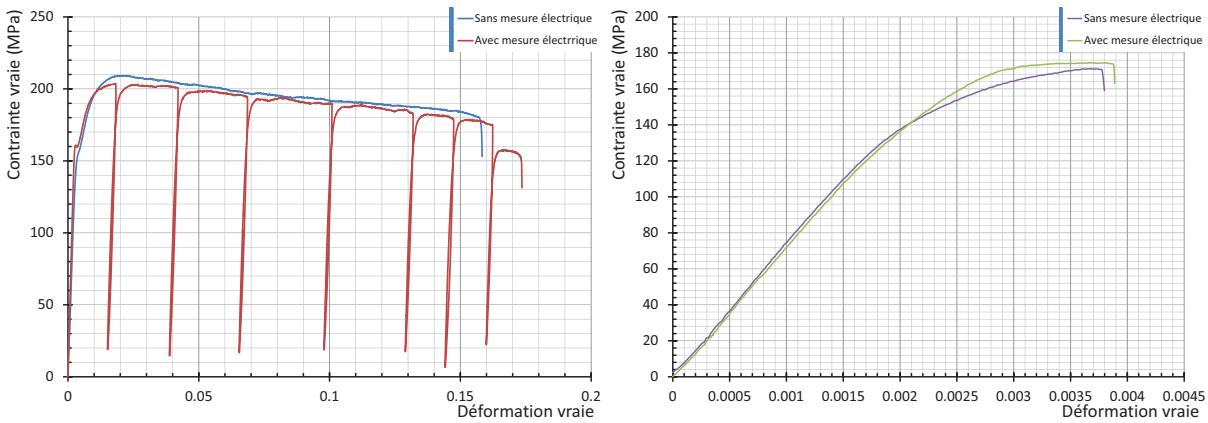


FIGURE II.3 - 26 – Principe de la mesure de résistance quatre pointes appliquée à une éprouvette de microtraction.



(a) **(b)**

FIGURE II.3 - 27 – Courbes contrainte vraie-déformation vraie d'éprouvettes d'aluminium (1 µm d'épaisseur) (a) et d'or (1,2 µm d'épaisseur) (b) provenant respectivement des mêmes lots avec et sans mesure électrique de l'endommagement.

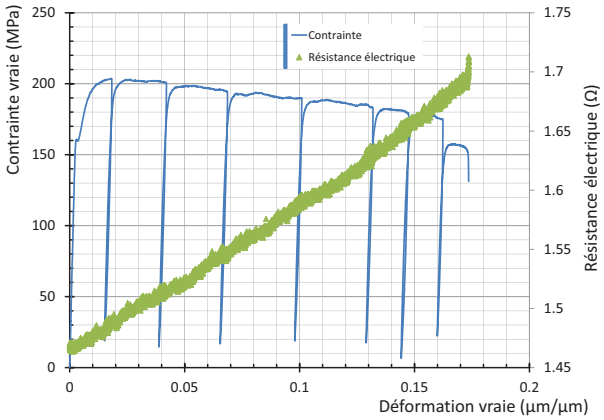


FIGURE II.3 - 28 – Évolution de la résistance électrique et de la contrainte en fonction de la déformation au cours d'un essai multi-cycles sur une éprouvette d'aluminium d'épaisseur 1 µm.

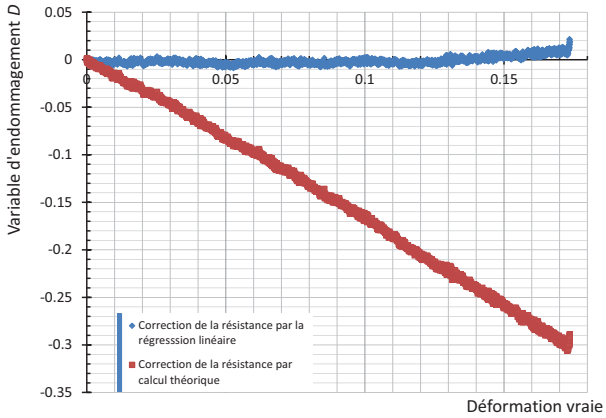


FIGURE II.3 - 29 – Évolution de la résistance électrique corrigée grâce à l'essai multi-cycles et par le calcul théorique de l'influence géométrique en fonction de la déformation.

Recalage du modèle à partir de l'essai multi-cycles

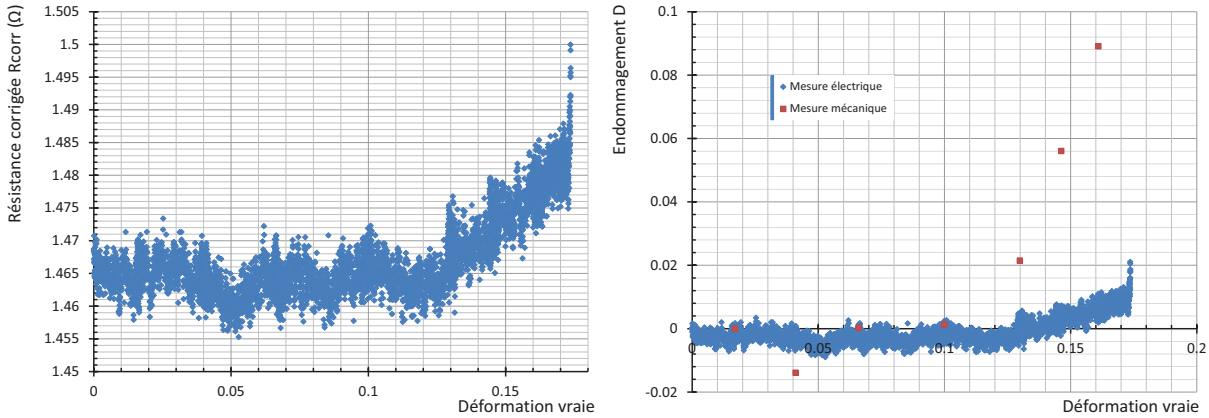
La variation de résistance électrique de l'éprouvette est due à la fois à l'endommagement du matériau et à la réduction de section au cours de l'essai. Or la caractérisation mécanique de l'endommagement met en évidence que la variable d'endommagement D reste stable et nulle jusqu'à ce que la déformation atteigne $11\,\%$. Les variations de résistance électrique avant que la déformation n'atteigne cette valeur critique sont uniquement induites par la modification de sections et l'allongement de l'éprouvette et peuvent donc être corrigées. Comme le montre la figure II.3 - 28, l'évolution de la résistance électrique semble linéaire en fonction de la déformation dans la plage $[0\,\%\,;\,11\,\%]$. Une régression linéaire permet d'obtenir le coefficient directeur de cette droite qui vaut $1{,}227$. Le coefficient de corrélation de cette régression vaut $0{,}997$, ce qui confirme la linéarité de l'évolution de la résistance dans cette plage. La résistance électrique corrigée des effets géométriques de la structure R_{corr} est alors calculée par :

$$R_{corr} = R - 1.227\varepsilon \tag{II.3.15}$$

La figure II.3 - 30a montre l'évolution de la résistance électrique corrigée en fonction de la déformation. La variable d'endommagement D_{elec} est alors calculée à partir de la résistance du matériaux endommagée corrigée $\tilde{R}_{corr}$ et de la résistance électrique initiale du matériau R_0 :

$$D_{elec} = \frac{\tilde{R}_{corr} - R_0}{\tilde{R}_{corr}} \tag{II.3.16}$$

La figure II.3 - 30b montre l'évolution de l'endommagement évaluée par la méthode électrique et la méthode mécanique. La courbe $D_{elec} - \varepsilon$ montre une inflexion à $11{,}8\,\%$ correspondant au début de l'endommagement. Conformément au modèle théorique, l'évo-



(a) R_{corr} en fonction de la déformation.

(b) Évolution de l'endommagement mesuré par la méthode électrique et mécanique.

FIGURE II.3 - 30 – Évolution de la résistance électrique corrigée et de la variable d'endommagement calculée par la méthode mécanique et la méthode électrique.

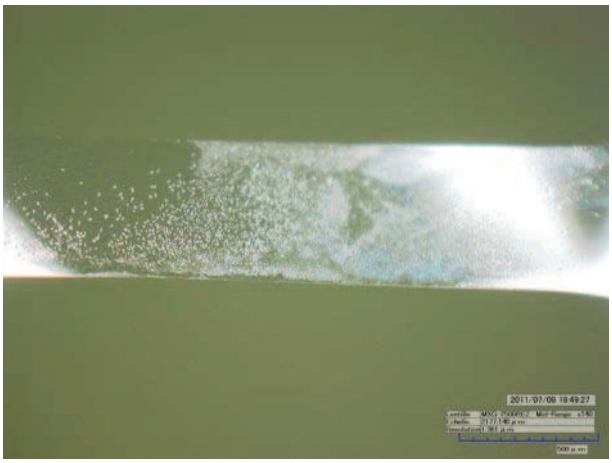
lution de l'endommagement par la suite se fait de manière linéaire. La valeur maximale de la variable d'endommagement est de $0{,}017$.

II.3.3.4 Discussion sur la correction théorique de la résistance électrique

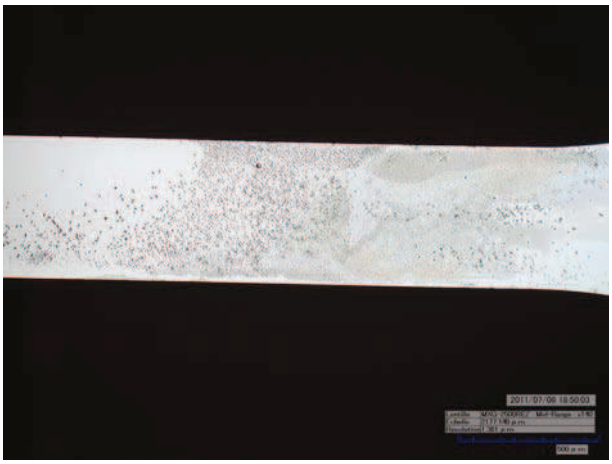
La comparaison entre les deux méthodes de correction de l'influence de la déformation de la structure sur la résistance électrique permet de mettre en évidence le dysfonctionnement de la correction théorique des effets géométriques dans le cadre de la caractérisation de l'endommagement des couches minces autoportantes. Plusieurs hypothèses sont avancées pour expliquer ce phénomène :

Le phénomène de plissement-déplissement des éprouvettes

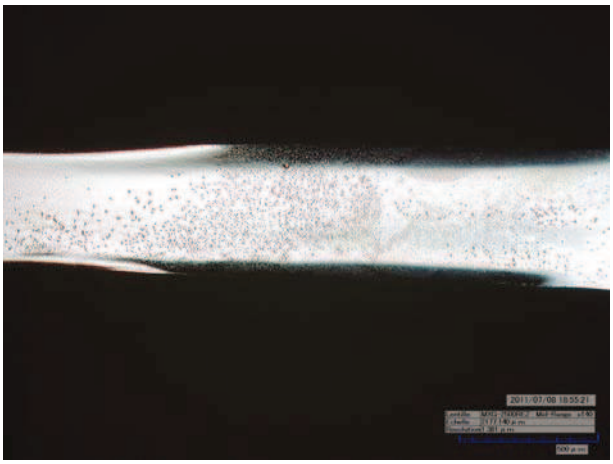
La première hypothèse est basée sur le phénomène de plissements et déplissements successifs de la structure. Du fait des contraintes internes introduites dans les structures par les procédés de fabrication, les éprouvettes de microtraction sont initialement « plissées » transversalement comme illustré par la figure II.3 - 31a. Durant les premiers stades de la mise sous tension, les éprouvettes se déplient pour atteindre une relative planéité (II.3 - 31b). Par la suite, l'effet de « warping » fait que les éprouvettes se gondolent et restent dans cet état jusqu'à la rupture, *cf.* figure II.3 - 31c [Choi 97]. Une des hypothèses permettant d'expliquer la sur-correction apportée à l'influence géométrique tient du fait qu'une partie de l'énergie usuellement dissipée dans la déformation transversale de l'éprouvette lors d'un essai sur un barreau est ici utilisée à, successivement, déplisser et replisser l'éprouvette. Afin de valider cette hypothèse, il faudrait mesurer ou calculer cette énergie et la comparer au travail thermodynamique nécessaire pour déformer élastiquement et plastiquement un barreau.



(a) $\varepsilon = 0\,\%$: éprouvette plissée à cause des contraintes internes.



(b) $\varepsilon = 0{,}8\,\%$: éprouvette aplanie lors de la mise sous tension.



(c) $\varepsilon = 8\,\%$: l'éprouvette se gondole sous l'effet d'une contrainte importante.

FIGURE II.3 - 31 – Phénomènes de déplissements et de gondolements successifs d'une éprouvette de microtraction en aluminium au cours d'un essai.

	Surface S mm^2	Volume V mm^3	S/V mm ^{1}
Éprouvette macroscopique	5 000	10 000	0,5
Éprouvette de microtraction	2,406	0,0012	2 005

TABLE II.3 - d – Surface, volume et ratio surface-volume d'une éprouvette de traction macroscopique et d'une éprouvette de microtraction

Les effets des surfaces

Les influences relatives des effets de surfaces par rapport aux effets de volumes sont beaucoup plus importantes pour les éprouvettes en couches minces que pour les éprouvettes macroscopiques. Les surfaces, volumes et ratios sont synthétisés dans le tableau II.3 - d pour une éprouvette de traction macroscopique de dimensions classiques soit $(100 \quad 20 \quad 5)$ mm^3 et pour une éprouvette de microtraction telle qu'utilisée dans l'essai multi-cycles soit $(3 \quad 0{,}4 \quad 10^{\ 3})$ mm^3. Le ratio surface sur volume S/V est beaucoup plus élevé pour les structures de tests microscopiques que pour les éprouvettes macroscopiques et cette différence se traduit par une influence exacerbée des phénomènes de surfaces. L'effet de ces phénomènes sur les propriétés électriques des matériaux métalliques est mal connu à ce jour mais peut être important.

La micro-structure des couches minces autoportantes

Les calculs réalisés pour corriger théoriquement la réduction de section et l'allongement de la partie utile de l'éprouvette sont basés sur les hypothèses d'isotropie et d'homogénéité du matériau. La taille des grains du lot d'éprouvettes dont provient l'éprouvette testée est d'environ 200 nm [Seguineau 09]. Cette taille de grain fait qu'il n'y a que 4 à 5 grains dans l'épaisseur de l'éprouvette et peut remettre en question les hypothèses d'homogénéité et d'isotropie de la couche mince.

II.3.4 Discussion sur la caractérisation de l'endommagement des couches minces

La caractérisation de la courbe d'écrouissage n'est pas suffisante pour décrire complètement le comportement de la couche mince d'aluminium AUXITROL. En effet, l'étude de cette courbe laisse apparaitre un endommagement rapide du matériau induisant une baisse de la contrainte d'écoulement qui pourrait correspondre à une déformation plastique hétérogène. Les deux méthodes de caractérisation de l'endommagement ont permis de mettre en évidence que cette chute de la contrainte n'est pas due à un endommagement de la couche mais à un adoucissement mécanique de celle-ci.

La comparaison entre l'endommagement mesuré par la méthode électrique et la méthode mécanique permet de mettre en évidence une similarité dans la forme de leurs

évolutions pour la couche mince d'aluminium AUXITROL. En effet, tant que l'éprouvette n'atteint pas une déformation critique, l'endommagement reste nul, au-delà il augmente jusqu'à la ruine de l'éprouvette. Il apparait cependant que la variable d'endommagement calculée à partir de la mesure de résistance électrique est plus faible que celle calculée à partir des multi-cycles. Cette différence peut s'expliquer par les phénomènes provoquant l'endommagement de la couche mince. L'endommagement des matériaux métalliques ductiles se fait par l'amorçage, la croissance et la coalescence de cavités [Saadoui 05, Skrzypek 99]. Dans ce cas de figure, Lemaitre et Chaboche indiquent que la mesure électrique de l'endommagement sous-estime la valeur de la variable d'endommagement [Lemaitre 04].

Comme nous l'avons montré, la méthode électrique de mesure de l'endommagement demande une correction de la résistance électrique mesurée pour ne prendre en compte que l'influence de l'endommagement. La méthode théorique de correction des effets géométriques n'est pas adaptée aux couches minces et surestime les corrections à apporter. Il est donc nécessaire de réaliser un essai multi-cycles de référence sur chaque famille de géométrie de chaque lot d'éprouvette à analyser. En effet, chaque lot d'éprouvettes est constitué de structures de différentes largeurs (typiquement 200, 300, 400 et 500 µm) et la correction de géométrie à apporter est non-seulement fonction des propriétés rhéologiques de la couche mince mais aussi de la géométrie des éprouvettes. Malgré cet inconvénient, la caractérisation électrique de l'endommagement est intéressante car sa continuité permet de donner une valeur précise de la déformation critique à partir de laquelle l'endommagement de la structure apparait.

II.4 Conclusion

Nous avons dans ce chapitre décrit les améliorations techniques et méthodologiques apportées à l'essai de traction afin de limiter les incertitudes de mesure et d'étendre les propriétés mécaniques mesurables grâce à cet essai.

Les améliorations apportées permettent de disposer d'un outil performant pour caractériser le comportement élasto-plastique de couches minces autoportantes. La caractérisation de fils de diamètre proche du micromètre a été elle aussi validée (brevet en cours). Nous avons aussi montré que l'association d'un essai de microtraction avec un dispositif électrique permet, moyennant un essai multi-cycle préalable, de caractériser de manière continu l'endommagement mécanique de l'éprouvette au cours de l'essai. Cette technique permet ainsi de lever le doute sur la présence d'endommagement ou d'adoucissement pour certains types de matériaux.

Cependant, la microtraction n'est pas adaptée à la caractérisation de couches minces déposées. La technique de caractérisation la plus utilisée pour la caractérisation des

propriétés élastiques des couches minces déposées est la nanoindentation. Toutefois, il semble théoriquement possible, en associant l'essai de nanoindentation et des méthodes de résolution de problèmes inverses, d'identifier également les paramètres des modèles de comportement élasto-plastiques de matériaux métalliques.

Chapitre 3

Développement d'un outil de caractérisation des propriétés élasto-plastiques à partir d'essais d'indentation instrumentée

L'objectif de ces travaux de recherche est de développer des moyens d'essais permettant de déterminer les propriétés élasto-plastiques des couches minces autoportantes et déposées. La microtraction est une technique qui permet de caractériser les couches minces autoportantes, cependant elle n'est pas adaptée à l'étude des couches minces déposées. L'étude bibliographique a permis de mettre en évidence que la technique la mieux adaptée à la caractérisation des propriétés élastiques des couches minces déposées est la nanoindentation. À la vue des déformations plastiques engendrées, cette méthode semble potentiellement apte à la caractérisation du comportement plastique de telles couches. Plusieurs auteurs travaillent actuellement à la mise au point de méthodes permettant d'arriver à ce résultat [Bocciarelli 07, Nakamura 07, Bolzon 09, Dowhan 11, Rauchs 11, Donohue 12]. Cependant, de la même manière que pour la microtraction, travailler à ces échelles présente de nombreuses difficultés expérimentales et méthodologiques :

— La caractérisation des couches minces déposées implique qu'il faille s'assurer soit de ne solliciter que cette dernière, soit de pouvoir parfaitement différencier les propriétés mécaniques de la couche de celles du substrat. Dans le cas de la mesure de la dureté H et du module d'élasticité E d'un matériau ductile déposé sur un substrat fragile à l'aide d'un poinçon Berkovich, il est généralement admis que la profondeur d'indentation doit être inférieure à $10\,\%$ de l'épaisseur de la couche déposée pour ne pas être influencée par le substrat [Oliver 92]. Pour une couche mince de

1 µm d'épaisseur, comme celle caractérisée par microtraction dans le chapitre précédent, cela implique une profondeur d'indentation maximale de 100 nm.

— Même dans le cas de la caractérisation de matériaux massifs par nanoindentation, la profondeur maximale est de l'ordre du micromètre et donc d'une dimension proche de celle de la microstructure. En effet, le volume de l'empreinte est inférieur à 10 µm^3. Ce volume est à mettre en comparaison avec l'homogénéité du matériau. C'est ainsi que Lemaitre propose, pour un matériau métallique massif, de prendre une taille de Volume Élémentaire Représentatif (VER) de 0,1 mm^3 pour les matériaux métalliques [Lemaitre 05]. Ren et Zheng proposent quant à eux de choisir une dimension de VER comprise entre 10 et 20 fois la taille de grain du matériau [Ren 02]. Dans les deux cas, le volume de l'empreinte est très petit comparé au VER et la mesure sera alors extrêmement sensible à la position de l'empreinte (au milieu d'un grain, proche ou sur un joint de grain, proche ou sur un précipité, ...) et ne représentera pas le comportement mécanique global du matériau.
— En nanoindentation, les profondeurs de pénétration étant très faibles, les effets de surfaces tels que la rugosité, la présence d'oxyde natif ou l'écrouissage superficiel dû à la préparation de l'échantillon ont des influences importantes sur la mesure des propriétés mécaniques du matériau.
— Le comportement élasto-plastique des matériaux en couches minces déposées est encore mal connu à ce jour ce qui limite les comparaisons possibles avec les résultats de la littérature.
— Il n'existe pas de méthode de caractérisation permettant de déterminer le comportement élasto-plastique des couches minces déposées, ce qui limite la possibilité de croiser les résultats provenant de différentes techniques afin de valider la méthode.

Pour toutes ces raisons, nous avons décidé de scinder la démarche de développement de la méthode permettant de caractériser le comportement élasto-plastique des couches minces en trois étapes :

1. développement d'un outil de caractérisation des propriétés élasto-plastiques à partir d'essais d'indentation instrumentée de matériaux massifs à l'échelle macroscopique,
2. validation de cet outil à l'échelle de la couche mince par la caractérisation de matériaux massifs par nanoindentation,
3. caractérisation de matériaux en couche mince par nanoindentation.

Dans ce chapitre nous ne développerons que la première étape de cette démarche, c'est-à-dire le développement de l'outil de caractérisation du comportement élasto-plastique à partir d'essais d'indentation instrumentée à l'échelle macroscopique. Cet outil est basé sur l'association d'essais d'indentation avec les méthodes d'identification para-

métrique présentées dans le chapitre 1. Dans un premier temps, nous définirons les matériaux de l'étude et décrirons les conditions expérimentales des différents essais que nous avons réalisés au cours de cette étude, ainsi que le modèle utilisé pour la simulation de l'essai d'indentation. Dans un deuxième temps, nous présenterons les résultats de ces essais ainsi que ceux du modèle de simulation. Dans un troisième temps, nous présenterons les modèles de comportement choisis pour décrire les différents matériaux de l'étude ainsi que les validations associées. Nous poursuivrons par la présentation de la méthode d'identification, puis des résultats obtenus. Enfin, dans le dernier paragraphe, nous analyserons et discuterons des résultats.

III.1 Présentation de la méthodologie

L'outil de caractérisation des propriétés élasto-plastiques à partir d'essais d'indentation instrumentée que nous avons développé repose sur la réalisation d'essais d'indentation conjugués avec des méthodes de résolutions du problème inverse d'identification. Nous présentons tout d'abord les matériaux choisis pour mener cette étude ainsi que leur microstructure. Par la suite, nous décrivons les essais d'indentation et les simulations de ces essais sur lesquels est basé l'outil de caractérisation développé. Enfin, nous présentons les essais de traction uni-axiale réalisés qui serviront de base pour la validation de l'outil de caractérisation.

III.1.1 Choix des matériaux et caractérisation microstructurale

Afin de valider la robustesse de la méthode d'identification, nous avons choisi de tester plusieurs types de matériaux métalliques. Le choix a été fait de privilégier des matériaux purs afin de limiter la dispersion due à l'éventuelle présence de précipités et de secondes phases lors des essais de nanoindentation. Nous avons aussi opté pour des métaux couramment utilisés, tant à l'échelle macro qu'à l'échelle microscopique, qui présentent des comportements élasto-plastiques différents : module d'élasticité E, limite d'élasticité σ_y et coefficient d'écrouissage n.

Les trois matériaux que nous avons sélectionnés sont l'alliage d'aluminium $1\,050$ traité O, le cuivre pur de qualité industrielle à l'état $\frac{4}{4}$ dur et l'alliage de titane T40 recuit. Les nuances d'aluminium et de titane ont été choisies car elles ne possèdent que peu d'éléments d'alliage. Ainsi, leur comportement mécanique se rapproche de celui du matériau pur dans les deux cas pour un coût raisonnable, en comparaison avec celui du matériau pur. Outre un comportement mécanique différent, les trois matériaux se distinguent de par leur structure cristalline : alors que l'aluminium et le cuivre possèdent une structure cristalline Cubique Face-Centrée (CFC), celle du titane est Hexagonale Compacte (HC).

III.1.1.1 Caractérisation microstructurale

La technique utilisée pour caractériser la microstructure des matériaux évalués dans cette étude est la diffusion d'électrons rétro-diffusés, *Electron Back-Scattered Diffraction* ou EBSD. C'est une technique d'imagerie utilisant le faisceau d'électrons d'un Microscope Électronique à Balayage (MEB) qui permet d'obtenir une information locale de la cristallographie dans la zone observée. Elle est basée sur la diffraction des électrons par la matière. L'échantillon doit être incliné à $70\,^{\circ}$ par rapport au faisceau d'électrons afin de maximiser le nombre d'électrons rétro-diffusés. En interagissant avec le réseau cristallin, une partie des électrons va être diffractée en formant des cônes de diffraction. L'image de ces cônes, projetée sur un écran phosphorescent, va former des bandes dites de Kikuchi. Cette image, captée par une caméra numérique, est transmise à un ordinateur qui va indexer le cliché afin de pouvoir obtenir des informations sur l'orientation cristalline du cristal (III.1 - 1).

La préparation de la surface à observer en EBSD est délicate. En effet, il est impératif que la technique de préparation n'introduise pas d'écrouissage superficiel dans le matériau. Une des techniques couramment employée dans ce cas est le polissage électrolytique. Les préparations des surfaces pour les ananlyses EBSD ont toutes été réalisées par cette technique.

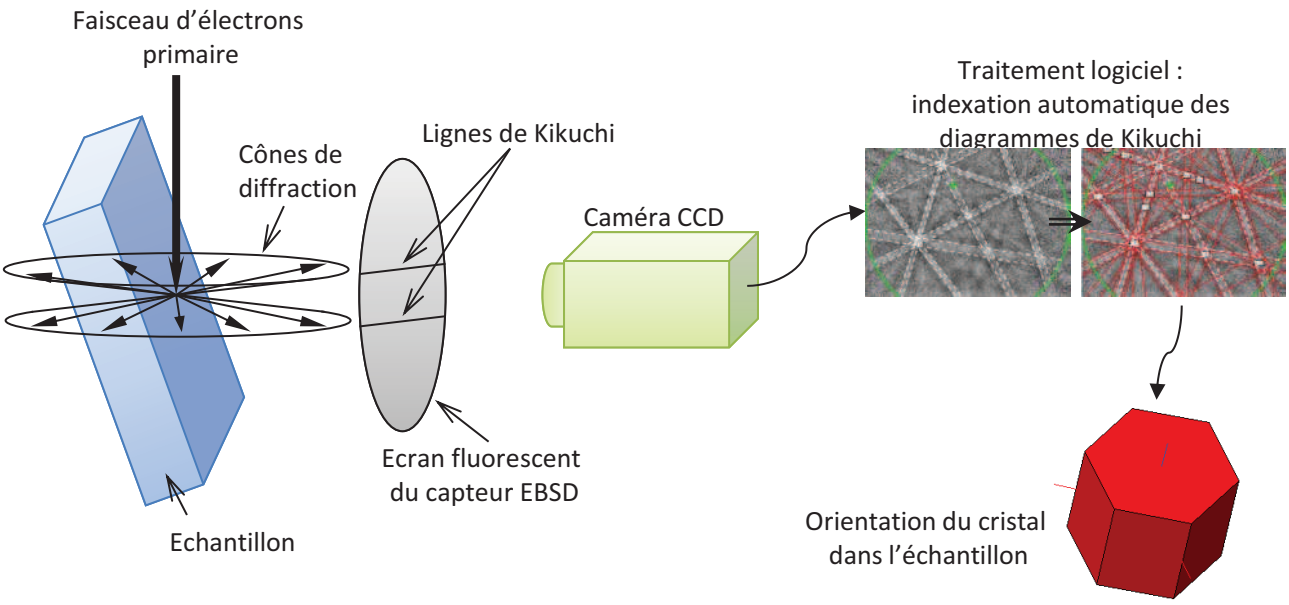


FIGURE III.1 - 1 – Principe de la diffraction d'électrons rétro-diffusés (EBSD) pour définir l'orientation cristalline.

III.1.1.2 Microstructures et modes de déformations de l'aluminium

La phase stable à température ambiante de l'aluminium pur est une maille cubique face centrée CFC dont le paramètre de maille **a** est égal à $0{,}404$ nm (figure III.1 - 2b). Le mé-

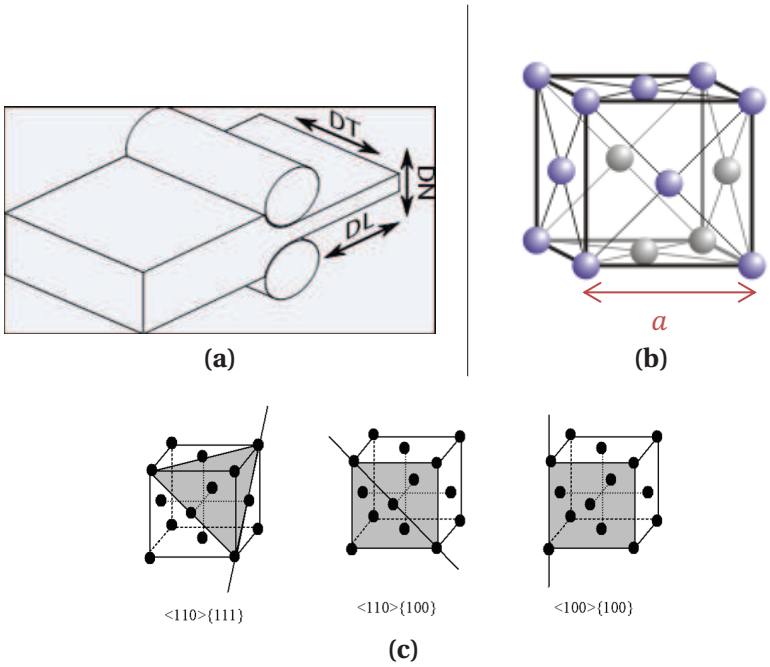
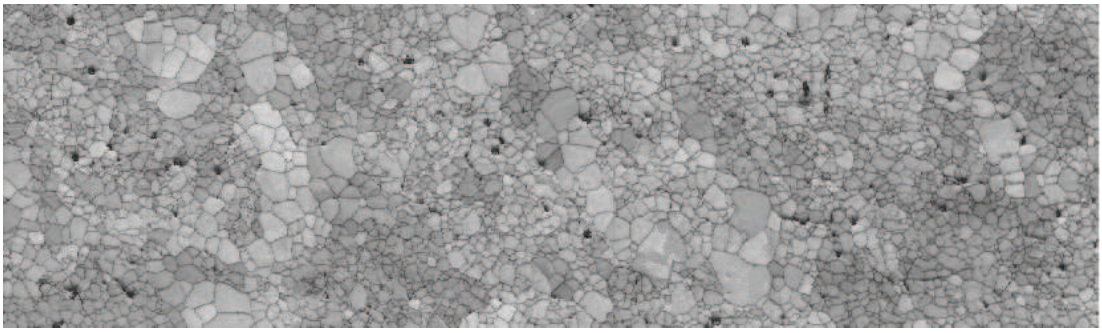


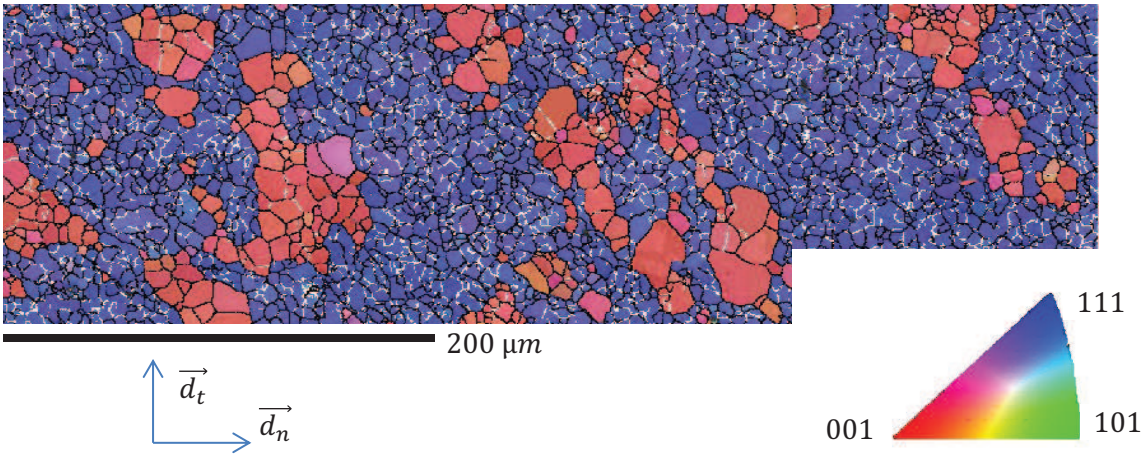
FIGURE III.1 - 2 – Définition de l'orientation de laminage (a) et description de la maille cubique face centrée CFC (b) et de ses systèmes principaux de glissement (c).

canisme principal de déformation plastique pour ce type de cristal est le glissement de dislocations suivant les principaux systèmes décrits sur la figure III.1 - 2c. En effet les systèmes de glissement du CFC, au nombre de 13, sont multiples et bien répartis ce qui permet d'accommoder les déformations dans la plupart des directions de sollicitation [Christian 95].

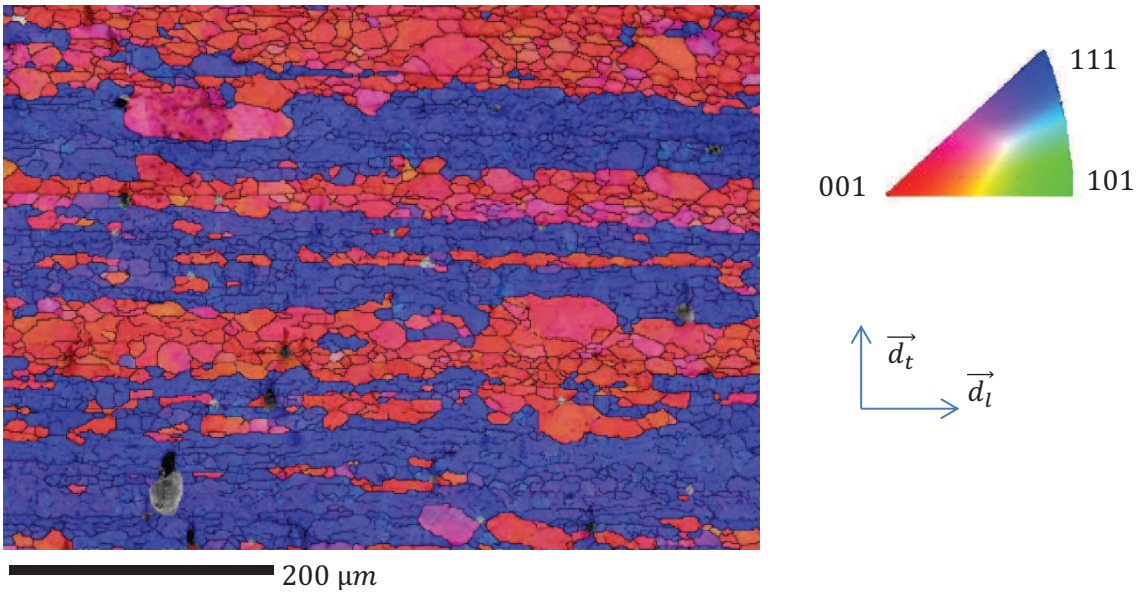
L'analyse de la microstructure par EBSD sur la tôle à l'état de réception a été réalisée sur une surface située dans le plan $\vec{d_t} - \vec{d_n}$ tel que défini sur la figure III.1 - 2a. Elle montre une taille de grains hétérogène avec une majorité de petits grains et des zones où la taille de grain est plus importante (figure III.1 - 3a). L'ordre de grandeur de la taille des grains est de $10\,\mu m$. Cette observation est complétée par la figure III.1 - 3b qui indique deux orientations cristallines préférentielles des cristaux qui est fonction de la taille des grains. Les petits grains sont majoritairement orientés dans la direction $[111]$ alors que les grains de tailles supérieures sont orientés suivant la direction $[001]$. On peut parler de macro-texture, c'est à dire de zones clairement identifiables présentant des textures particulières. Cette macro-texture est confirmée par la figure III.1 - 3c qui montre l'orientation cristalline d'une surface située dans le plan $\vec{d_l} - \vec{d_t}$ d'une éprouvette d'aluminium déformée à $30\,\%$. On remarque que les zones de petits grains et gros grains sont regroupées en bandes dont la direction est la même que la direction de laminage. On peut émettre l'hypothèse que ces macro-textures proviennent d'une recristallisation partielle pendant le laminage de la tôle [Vatne 96]. L'absence de macles, notable sur cette dernière figure, confirme que le glissement de dislocations est le principal mécanisme de déformation dans ce matériau.



(a)



(b)



(c)

FIGURE III.1 - 3 – Observations EBSD de la taille des grains (a) et de leurs orientations en IPFZ (b) réalisées sur l'aluminium dans l'état de réception. La surface observée se trouve dans le plan $\vec{d_n}$ $\vec{d_t}$. (c) Orientation IPFZ d'une éprouvette ayant subi une déformation de 30 % dans la direction de laminage, la surface observée appartient au plan $\vec{d_l}$ $\vec{d_t}$.

III.1.1.3 Microstructure et modes de déformations du cuivre

La phase stable à température ambiante du cuivre pur est, comme l'aluminium, de type CFC. Son paramètre de maille **a** vaut $0{,}361$ nm (figure III.1 - 2b). Le mécanisme principal de déformation est le glissement de dislocations dont les principaux systèmes sont décrits dans la figure III.1 - 2c. À la différence de l'aluminium, le cuivre a tendance à se macler au cours du recuit [Meyers 78].

L'analyse de la microstructure par EBSD sur la tôle à l'état de réception a été réalisée sur une surface située dans le plan $\vec{d_l}$ $\vec{d_t}$ et est montrée sur la figure III.1 - 4. On observe que la taille des grains est relativement homogène et vaut environ $150\,\mu$m, mais elle n'a pas pu être déterminée de manière précise en raison du fort maclage des grains. Les grains présentent un fort maclage originel introduit par le recuit avant laminage. Ces macles se caractérisent par une géométrie non perturbée, bien définie et régulière.

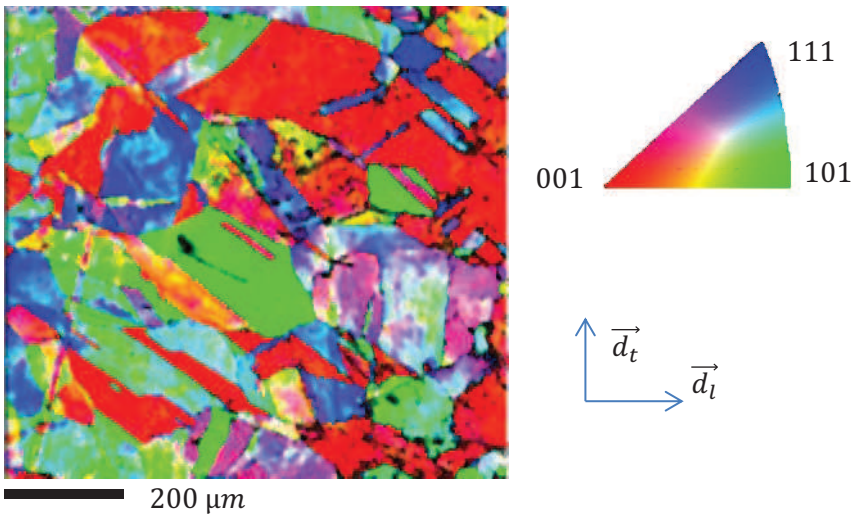


FIGURE III.1 - 4 – Observation EBSD de l'orientation en IPFZ des grains du cuivre à l'état de réception pour une surface située dans le plan $\vec{d_l}$ $\vec{d_t}$.

III.1.1.4 Microstructure et modes de déformations du titane

La phase stable du titane pur à température ambiante est la phase α. Il s'agit d'une phase Hexagonale pseudo-Compacte HC dont les paramètres de maille sont les suivants : $\mathbf{a} = 0{,}295$ nm, $\mathbf{c} = 0{,}468$ nm et $\mathbf{c}/\mathbf{a} = 1{,}587$ (figure III.1 - 5a). Les principaux mécanismes de déformations plastiques de la phase α à la température ambiante pour les vitesses de déformations qui nous intéressent ($10^{-4} < \dot{\varepsilon} < 10^{2}$) sont le glissement de dislocations et le maclage [Okazaki 77, Meyers 01]. Les systèmes de glissement possibles pour les dislocations de la maille HC, au nombre de 6, sont peu nombreux comparés à ceux de la maille CFC. Ils sont détaillés dans la figure III.1 - 5b. L'autre mode de déformation plastique privilégié est le maclage dont les principaux systèmes sont montrés dans la figure III.1 - 5c.

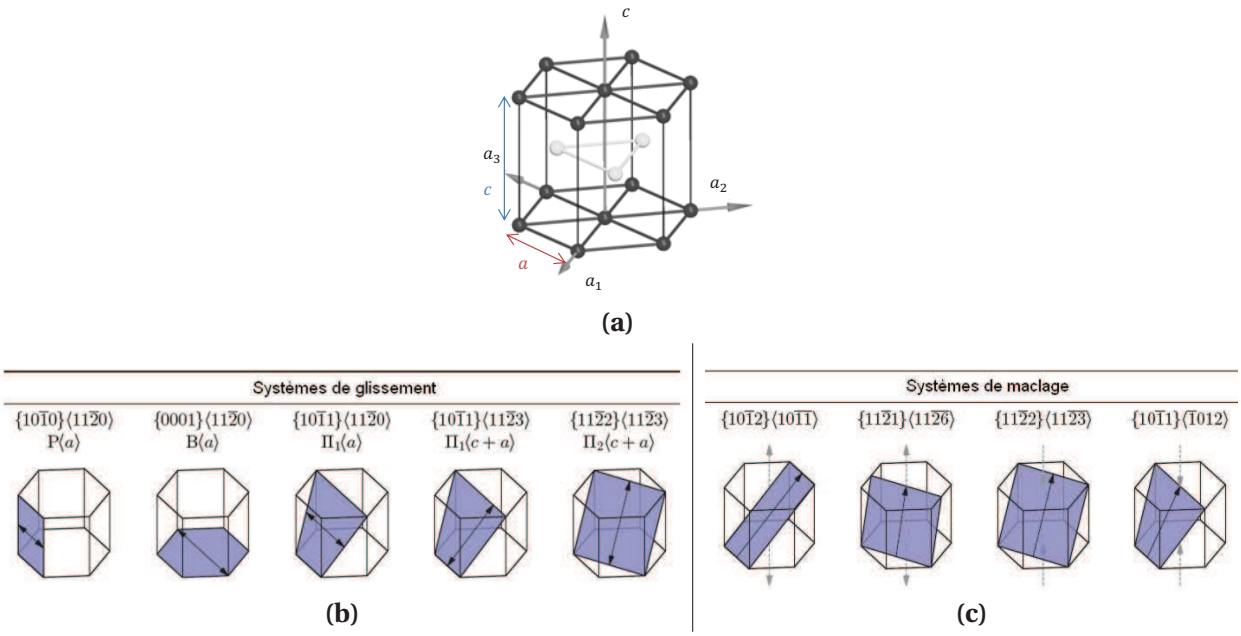


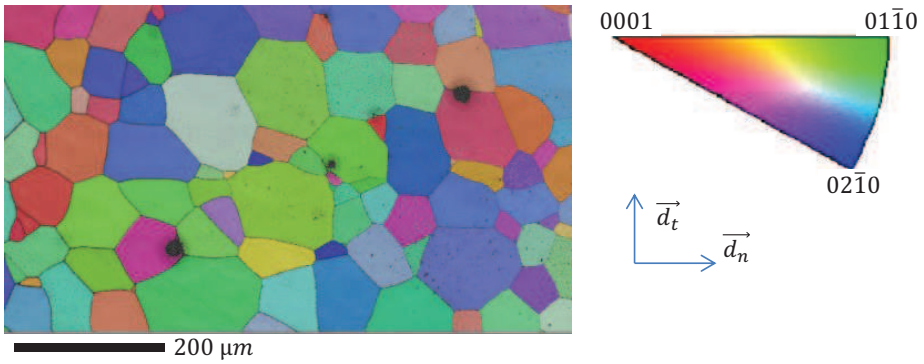
FIGURE III.1 - 5 – Description de la maille hexagonale compacte HC (a) et de ses systèmes principaux de glissement (b) et de maclage (c) [Battaini 08].

En effet, les systèmes de glissement sont peu nombreux et mal répartis et ne permettent pas, par exemple, d'accommoder facilement la déformation suivant la direction **c**. Ce phénomène est accentué dans le cas de l'alliage T40 par la faible quantité d'oxygène dans le matériau [Zaefferer 03]. Une taille de grains importante favorise, elle aussi, la déformation par maclage [Conrad 81].

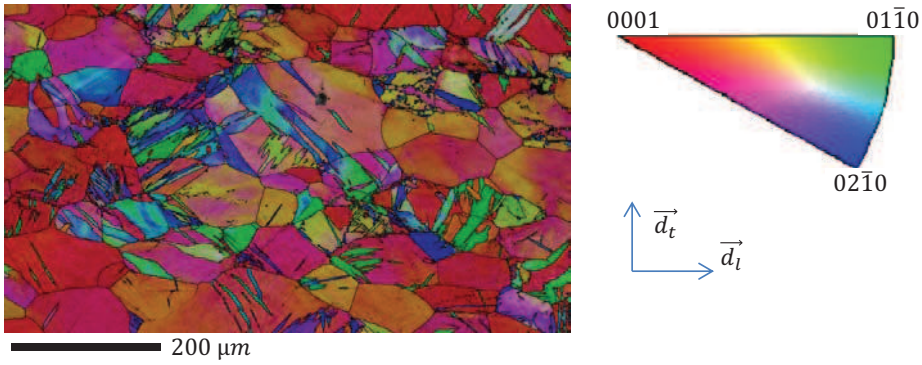
L'analyse microstructurale réalisée par EBSD montre une taille de grains d'environ 110 µm en moyenne (figure III.1 - 6a). Les figures de pôles extrapolées de l'analyse EBSD sont présentées en figure III.1 - 7. On remarque une forte densité de pôle $< 0001 >$ proche de la direction normale au plan de la tôle avec un étalement sensible vers la direction travers-long. Cependant le nombre de grains analysé n'est pas suffisant pour permettre de quantifier avec précision la texture. Il s'agit néanmoins de la texture « classique » des titanes laminés [Tenckhoff 88, Kocks 00]. La figure III.1 - 6b montre la microstructure après que le matériau ai subi une déformation de 30 %. On notera le nombre important de macles de déformations qui se distinguent par leur forme très perturbée (intersection, macles lenticulaires, déformation des grains voisins).

III.1.2 Description des essais d'indentation

Les essais d'indentation ont été réalisés sur une machine d'indentation instrumentée Zwick-Roell ZHU zwicki-line 0.5/Z2.5. Pour chaque essai, la charge appliquée P en fonction de la pénétration h du poinçon dans la matière est enregistrée en continu. L'ensemble des essais (indentation instrumentée et traction uni-axiale) ont été réalisés pour chaque



(a)



(b)

FIGURE III.1 - 6 – Observation EBSD de l'orientation des grains en IPFZ du titane dans l'état de réception (plan $\vec{d_t} - \vec{d_n}$) (a) et après avoir subi une déformation de 30 % dans la direction de laminage (plan $\vec{d_l} - \vec{d_t}$)(b).

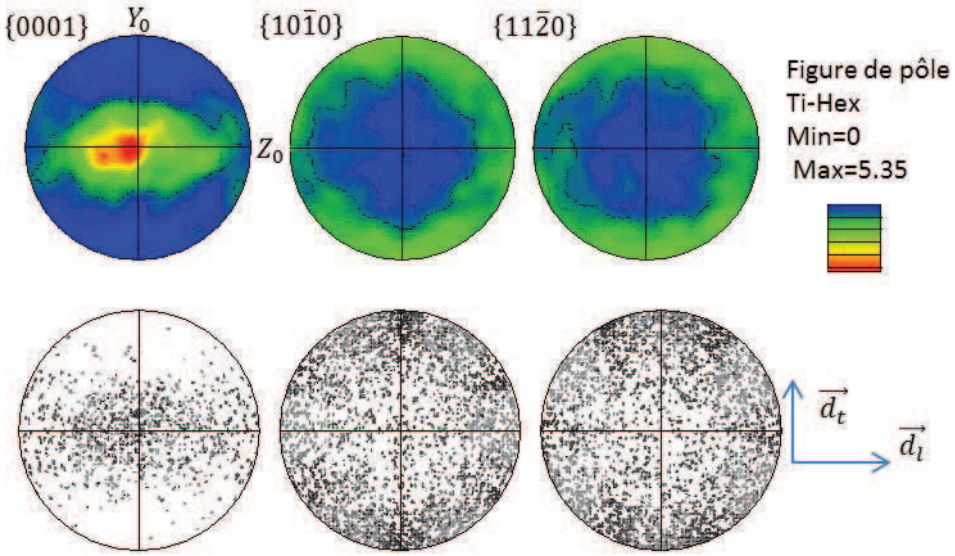


FIGURE III.1 - 7 – Analyse de la texture par EBSD, la figure du haut montre les figures de pôles des plans 0001 , $10\bar{1}0$ et $11\bar{2}0$. La figure du bas montre la densité de données issues des cartographies EBSD. L'angle de tilt est la direction de laminage de la tôle.

matériaux sur des éprouvettes provenant de la même tôle sans que celle-ci n'ait subi de traitement pouvant modifier son état métallurgique.

Deux géométries de poinçon ont été utilisées : un poinçon autosimilaire et un poinçon sphérique. Le poinçon autosimilaire est un poinçon Vickers dont la géométrie correspond à une pyramide droite à base carrée d'angle au sommet $136\,^{\circ}$. Ce poinçon présente la même fonction d'aire que le poinçon Berkovich et peut lui-aussi être représenté par un poinçon conique d'angle $70{,}3\,^{\circ}$. Le poinçon sphérique est un poinçon Brinell dont le diamètre vaut 1 mm.

Après essai, la topographie de la surface indentée est mesurée afin d'évaluer la hauteur de bourrelet dans le cas des essais avec le poinçon Vickers. Cette mesure est réalisée à l'aide d'un profilomètre optique Veeco NT1100. Les figures III.1 - 8a, III.1 - 8b et III.1 - 8c montrent que la hauteur de bourrelet maximale $h_{b_{max}}$ n'est pas constante au droit de chacune des faces : elle est faible au niveau des arêtes du poinçon et est maximale vers le centre de chacune des faces. Le modèle de simulation de l'essai d'indentation étant un modèle 2D axisymétrique, il ne permet pas de prendre en compte la forme 3D réelle du bourrelet et donc ces variations de hauteur. Il est ainsi nécessaire de calculer une hauteur maximale équivalente $\overline{h}_{b_{max}}$, hauteur que nous pourrons comparer avec celle du bourrelet donnée par la simulation éléments finis $h_{b_{max}}$. La forme de l'empreinte implique un déplacement de matière principalement perpendiculaire à la face du poinçon. La figure III.1 - 8e met en évidence la direction du plan de coupe perpendiculaire à la face de l'empreinte, direction initialement choisie pour mesurer l'évolution de la hauteur maximale de bourrelet. Cependant, il n'a pas été possible de mettre en œuvre une méthode d'exploitation informatisée en raison de contraintes liées au logiciel. La direction des plans de coupe que nous avons retenue est parallèle à la face de l'empreinte comme montré sur la figure III.1 - 8f.

La hauteur de bourrelet maximale équivalente $\overline{h}_{b_{max}}$ est la moyenne pour les quatre côtés de l'empreinte de la moyenne sur chacune des faces i de la hauteur maximale de bourrelet $h^i_{b_{max}}$. La valeur de $\overline{h}_{b_{max}}$ est donc calculée comme suit :

$$\overline{h}_{b_{max}} = \frac{1}{4}\sum_{i=1}^{4}\left(\frac{1}{a^i}\int_0^{a^i} h^i_{b_{max}}\,dx\right) \tag{III.1.1}$$

où a^i correspond à la longueur du côté de l'empreinte i (figure III.1 - 8c). La forme de la hauteur de bourrelet maximale équivalente $\overline{h}_{b_{max}}$ est montrée sur la figure III.1 - 8d.

La topographie de la surface autour de l'empreinte montre que l'erreur ainsi faite sur la détermination de la hauteur maximale de bourrelet équivalente est plus faible que ne le laisse penser le schéma, car la forme réelle de la hauteur maximale de bourrelet $h_{b_{max}}$ est presque alignée avec la face de l'empreinte. Afin de valider la pertinence de l'utilisation de la hauteur de bourrelet maximale équivalente pour passer d'un poinçon pyrami-

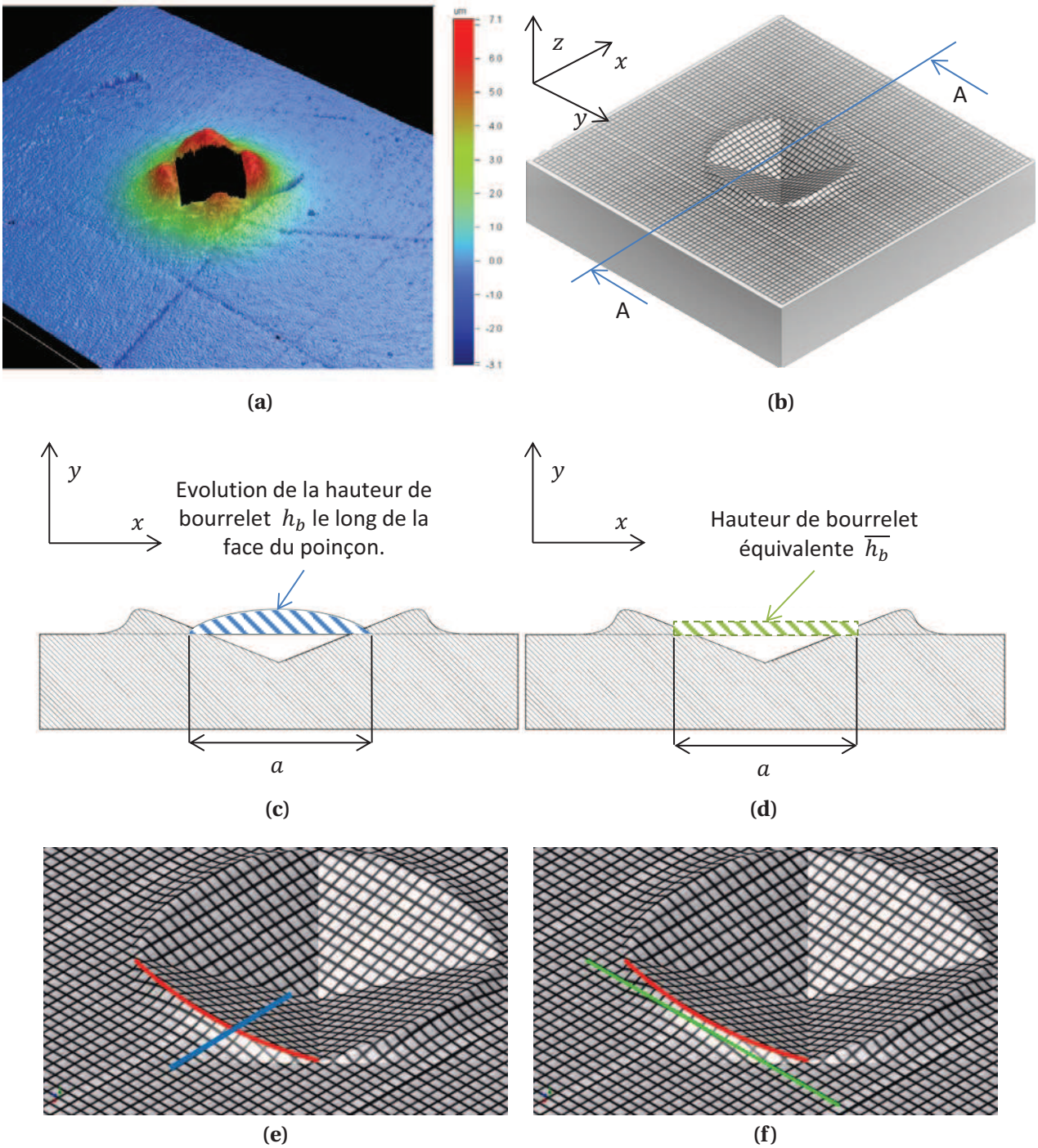


FIGURE III.1 - 8 – Principe de mesure de la hauteur équivalente de bourrelet : la figure (a) est la topographie de la surface après un essai d'indentation mesurée au profilomètre optique. On remarque que la hauteur de bourrelet $h_{b_{max}}$ le long de chacune des faces n'est pas constante. La figure (b) est un schéma d'une empreinte avec l'évolution de la hauteur de bourrelet $h_{b_{max}}$ et le plan de coupe des deux images suivantes. La figure (c) représente l'évolution du bourrelet h_b suivant une des faces. La figure (d) montre la hauteur de bourrelet équivalente $\overline{h}_{b_{max}}$ calculée à partir de la hauteur réelle de bourrelet $h_{b_{max}}$. Les figures (e) et (f) montrent la position de la hauteur maximale de bourrelet le long de l'empreinte en rouge et l'orientation des deux plans possibles pour le calcul de la hauteur de bourrelet équivalente en vert et en bleu.

dal à un poinçon conique, il est nécessaire de réaliser deux essais d'indentation dans les mêmes conditions expérimentales avec un poinçon Vickers et un poinçon conique d'angle au sommet $70{,}3\,^{\circ}$, qui présente la même fonction d'aire que le poinçon Vickers. Cette validation n'a pas pu être effectué car nous ne possédons pas de tel poinçon conique.

Pour chaque géométrie de poinçon, des essais à différentes charges ont été réalisés afin de vérifier la présence d'un éventuel effet d'échelle. Les charges appliquées sont comprises entre 5 N et 300 N en fonction de la géométrie du poinçon et du matériau testé. Pour chaque point de fonctionnement, 10 essais d'indentation ont été réalisés dans les mêmes conditions expérimentales. Une courbe moyenne de ces 10 essais ainsi que l'écart-type correspondant ont ensuite été calculés. Dans la suite de ce chapitre, nous ne présenterons et n'utiliserons que ces courbes moyennes agrémentées d'une barre d'erreur. Les valeurs des barres d'erreur supérieure et inférieure sont toutes les deux égales à la demi incertitude à 95 % calculée à partir de la loi de Student.

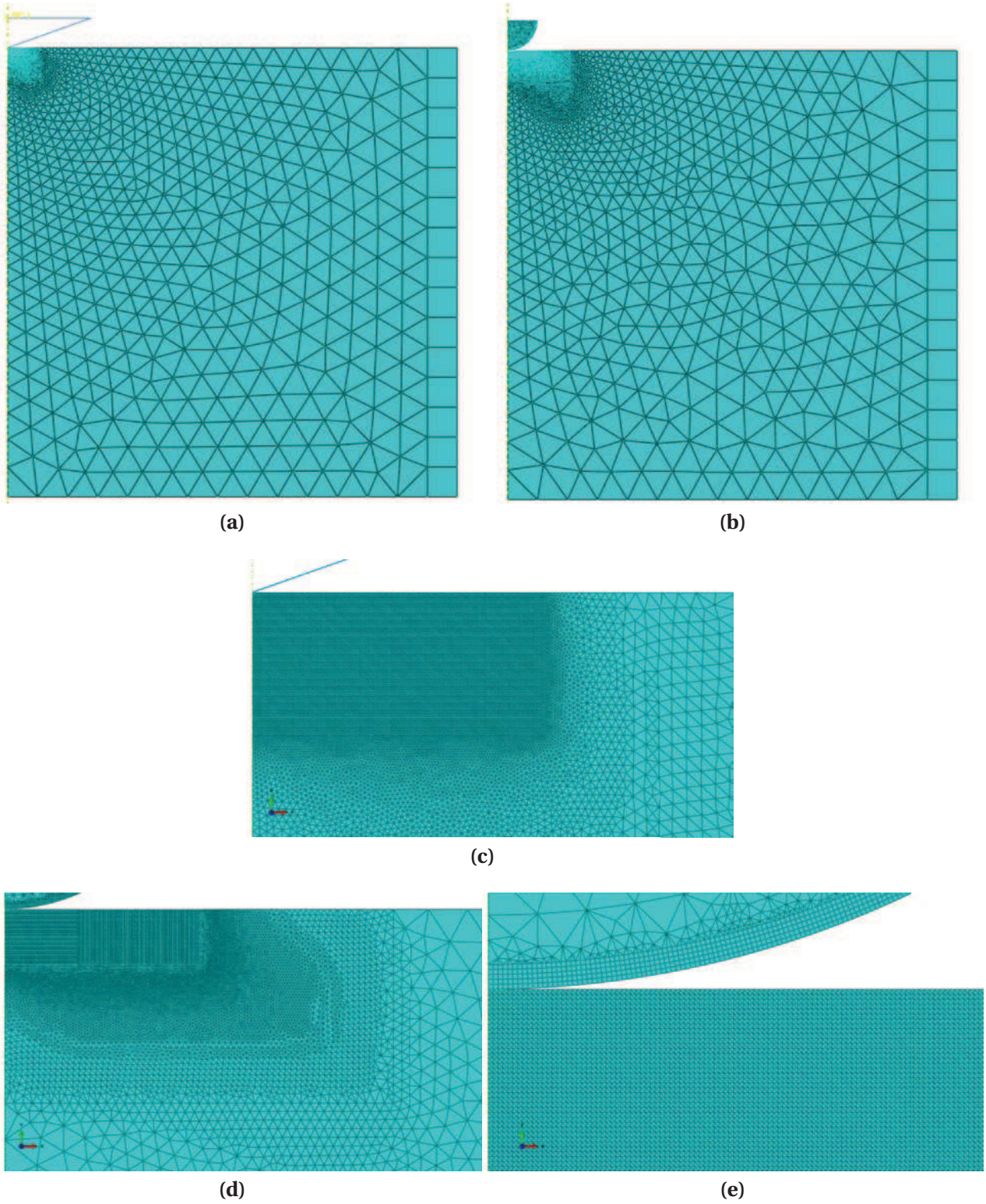
III.1.3 Modèle éléments finis de l'essai d'indentation

La simulation élément fini de l'essai d'indentation a été réalisée avec le logiciel Abaqus c . Le modèle est écrit à partir d'un script python qui permet un paramétrage complet. Deux modèles différents ont été réalisés pour simuler des essais avec un poinçon Vickers pyramidal ou un poinçon Brinell sphérique. Les deux modèles sont considérés 2D axisymétriques afin de limiter les temps de calcul comme c'est usuellement le cas pour la simulation de l'essai d'indentation et de nanoindentation [Dao 01, Dowhan 11, Nakamura 07, Chung 09, Rauchs 10, Moy 11]. La figure III.1 - 9 montre l'allure générale des maillages et les détails des zones d'intérêt pour la modélisation de l'essai Vickers et de l'essai Brinell. Une procédure de remaillage adaptative est utilisée afin de limiter la distorsion des éléments au cours de la simulation. Le modèle de comportement élasto-plastique du matériau est un modèle multilinéaire basé sur un écrouissage isotrope.

III.1.3.1 Modélisation de l'essai Vickers

Le poinçon Vickers est de type pyramidal à quatre faces et présente la même fonction d'aire que le poinçon Berkovich. Comme cela a été précisé en I.3.6, ces deux types de poinçons sont représentés par un cône équivalent d'angle au sommet $70{,}3\,^{\circ}$. Il est ainsi possible de modéliser l'essai d'indentation comme étant axisymétrique. Le poinçon étant réalisé en diamant, il est considéré comme indéformable par rapport au matériau à évaluer [Dao 01]. Le défaut de pointe est modélisé par une forme sphérique de $10\,\mu$m de rayon. Cette valeur provient du certificat du poinçon fournit par le fabriquant.

La distorsion du maillage est contrôlée par la mise en œuvre d'une technique dite « *ALE adaptative meshing* » qui consiste à adapter au cours du calcul le maillage dans certaines



(a) **(b)**

(c)

(d) **(e)**

FIGURE III.1 - 9 – Les figures (a) et (b) représentent l'ensemble du maillage du modèle de simulation par éléments finis de l'essai d'indentation dans le cas d'un poinçon Vickers et d'un poinçon Brinell. Les figures (c) (d) et (e) sont des grossissements de la zone où le maillage est le plus raffiné.

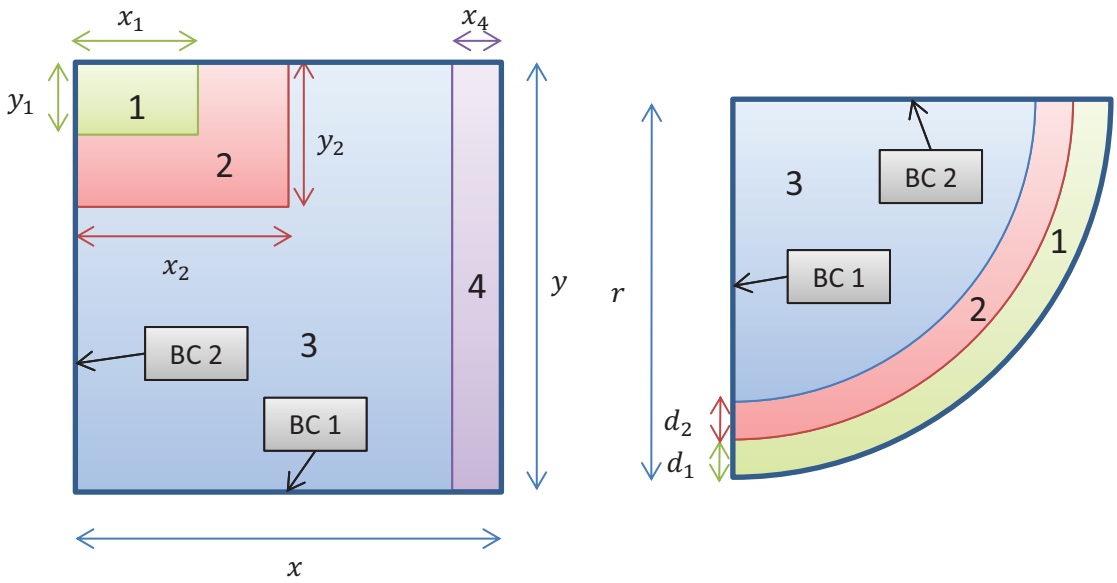
zones pour laquelle une description Euléro-Lagrangienne arbitraire du mouvement a été définie. La description ALE représente une généralisation des descriptions Lagrangienne et Eulérienne du mouvement. Elle ne se focalise pas sur les points matériels comme en Lagrangien ni sur les points géométriques comme en Eulérien, mais sur des points de référence arbitraires. Les points de référence ont un mouvement propre, différent de celui des points matériels. Dans la pratique numérique, le maillage n'est ni lié à la matière, ni fixe mais est animé d'un mouvement propre. On peut ainsi contrôler et ajuster les déformations des éléments de la grille de calcul [Gosh 89, Huétink 90, Pantale 98, Olovsson 99].

Pour le modèle, la précision est réglée à partir d'une analyse de convergence qui a permis de définir la taille minimale et le nombre d'éléments nécessaires dans la zone indentée. L'éprouvette est compartimentée en quatre zones qui sont représentées sur la figure III.1 - 10a. À chacune des zones correspond une taille de maillage calculée en fonction de la profondeur d'indentation. La taille de maillage et les dimensions des différentes zones ont été déterminées par itérations successives pour optimiser la déformation du maillage et le contact entre les deux pièces. Le tableau III.1 - a récapitule les valeurs des différentes côtes et la taille de maillage correspondante à chacune des zones. Les éléments axisymétriques utilisés dans les zones 1, 2 et 3 sont des éléments linéaires de forme triangulaire du type CAX3. La zone 4 est maillée avec des éléments particuliers quadrilatères linéaires de type CINAX4. Ces éléments dits « éléments infinis » permettent pour un problème local par rapport à la taille de l'environnement (indentation), de prendre en considération l'allure des champs de déplacement au loin. Cette allure est de la forme $u = ln(r)$ où u représente le déplacement et r la distance à l'origine de la perturbation [Lichinchi 98].

Les conditions aux limites du modèle sont les suivantes :

— encastrement de la ligne inférieure de l'éprouvette référencée BC1,
— condition de symétrie suivant x sur la ligne référencée BC2,
— déplacement imposé sur le poinçon suivant l'axe y, tous les autres degrés de liberté étant bloqués.

Le contact entre le poinçon et l'éprouvette est de type maitre-esclave « *Surface-to-Surface* » (StS). Pour ce type de contact, le mouvement de chaque nœud de la surface esclave est le même que le mouvement du plus proche nœud de la surface maitresse. La règle régissant la formation du contact considère qu'un point sur la surface maitresse le plus proche d'un nœud esclave est calculé et utilisé pour déterminer le(s) nœud(s) qui vont constituer le contact. Cette technique permet de créer un contact entre deux pièces qui peuvent être soit déformable-déformable, soit déformable-indéformable. L'utilisation d'une définition StS permet d'améliorer les résultats du calcul des contraintes et des pressions de contact et limite les risques d'une pénétration importante d'un nœud maitre dans la surface esclave. Dans la gestion du contact, pour les propriétés d'interfaces, comme cela



(a) Schéma de la zone indentée du modèle. **(b)** Schéma du poinçon sphérique.

FIGURE III.1 - 10 – Schéma des différentes zones du modèle d'indentation instrumentée et des zones d'application des conditions aux limites.

	Modèle Vickers	Modèle Brinell
Maillage 1	$h_{max}/30$	
Maillage 2	$h_{max}/3$	
Maillage 3	$h_{max}/0{,}75$	
Maillage 4	$h_{max}/0{,}15$	
x	$100\ h_{max}$	
y	$100\ h_{max}$	$100\ h_{max}\ r$
x_1	$4\ h_{max}$	$2\sqrt{r^2 \quad (h_{max} \quad r)^2}$
y_1	$2\ h_{max}$	
x_2	$7\ h_{max}$	$2\ h_{max}$
y_2	$7\ h_{max}$	
x_4	$h_{max}/0{,}15$	

TABLE III.1 - a – Paramètres de maillage pour les éprouvettes de la simulation des essais Vickers et Brinell. h_{max} représente la profondeur d'indentation maximale au cours de l'essai et r le rayon du poinçon dans le cas de l'indentation Brinell.

Maillage 1	$h_{max}/30$
Maillage 2	$h_{max}/3$
Maillage 3	$h_{max}/3$
d_1	$h_{max}/6$
d_2	$h_{max}/3$

TABLE III.1 - b – Paramètres de maillage pour le poinçon de la simulation de l'essai Brinell.

a été montré par différents auteurs, nous considérons le coefficient de frottement comme nul [Dao 01, Bucaille 03].

La simulation est constituée d'une phase de chargement, descente du poinçon, suivie d'une phase de remontée de ce dernier. La charge P en fonction de la profondeur de pénétration h est enregistrée au cours de la simulation pour tous les pas de calcul. La hauteur de bourrelet équivalente $\overline{h}_{b_{max}}$ est mesurée après retrait du poinçon de la matière. Elle est définie comme la valeur maximale de déplacement de la surface libre supérieure de l'éprouvette suivant la direction $\vec{y}$.

III.1.3.2 Modélisation de l'essai Brinell

Pour l'essai d'indentation Brinell, le poinçon est une sphère. L'essai peut donc, comme l'essai Vickers, être représenté par un modèle axisymétrique. Cependant, contrairement à l'essai Vickers, le poinçon est réalisé en acier et sa déformation ne peut plus être négligée. Les deux pièces sont constituées d'éléments déformables. Le comportement du poinçon est considéré comme purement élastique : son module d'élasticité et son coefficient de Poisson valent respectivement 240 GPa et $0{,}33$.

Comme précédemment, la figure III.1 - 10a montre le compartimentage en quatre de la zone indentée du modèle. Par rapport à l'essai Vickers, seules les dimensions des zones changent, les tailles et les types d'éléments sont les mêmes et sont récapitulés dans le tableau III.1 - a. Le poinçon étant dans ce cas déformable, il est lui aussi maillé. Il est compartimenté en 3 zones représentées sur la figure III.1 - 10b. Chaque zone est maillée avec une taille d'éléments différente. Le tableau III.1 - b récapitule les dimensions et les tailles de maillage de chacune des zones. Les éléments utilisés dans la zone 1 sont des quadrilatères linéaires à intégration réduite de type CAX4R. Plusieurs tentatives ont montré que 5 éléments dans l'épaisseur de la zone 1 est un bon compromis précision–temps de calcul. Les éléments utilisés dans les zones 2 et 3 sont des éléments linéaires triangulaires du type CAX3.

Les conditions aux limites appliquées à la zone indentée sont les mêmes que pour l'essai Vickers. Les conditions aux limites appliquées sur le poinçon sont les suivantes :

— symétrie suivant x sur la ligne référencée BC1,

— déplacement suivant y imposé sur la ligne référencée BC2.

Le contact entre le poinçon et l'éprouvette est du même type que celui utilisé pour le poinçon Vickers. Le coefficient de frottement est lui aussi considéré comme nul [Bartier 08].

La simulation est constituée de deux phases successives : le chargement puis la remontée du poinçon. La charge P en fonction de la profondeur de pénétration h est enregistrée au cours de la simulation pour tous les pas de calcul.

III.1.4 Description des essais de traction uni-axiale

Afin de comparer les résultats de l'identification des paramètres des modèles de comportement à partir de l'essai d'indentation, nous avons choisi de caractériser le comportement des matériaux à partir d'un essai de traction uni-axiale. L'essai et les méthodes d'exploitation des résultats sont les mêmes que pour l'essai de microtraction décrit en II.1.1.

Afin de s'assurer de la non-présence d'un effet d'échelle sur le comportement mécanique des matériaux testés, ils ont été évalués aux échelles macroscopique et mésoscopique. Ces deux échelles se différencient par le volume de matière mis en jeu lors de l'essai.

III.1.4.1 Essai de traction macroscopique

Les essais de traction macroscopique ont été réalisés au CNES sur une machine de traction hydraulique MTS 810 équipée d'une cellule de force 100 kN. La mesure de déformation est réalisée par stéréo-corrélation d'images GOM 12M en suivant le déplacement de deux marqueurs positionnés sur la partie utile de l'éprouvette.

Les éprouvettes ont été conçues selon la norme ISO NF EN 6892-1. Elles sont de type rectangulaire avec un congé de raccordement entre la zone utile et la zone d'accroche afin de limiter les concentrations des contraintes. La zone utile des éprouvettes fait 60 mm de long par 12 mm de large pour $6{,}5$ mm d'épaisseur. Les éprouvettes d'aluminium et de cuivre ont été usinées dans la direction de laminage. Néanmoins, une étude de l'anisotropie du titane a été réalisée et des éprouvettes ont été usinées suivant la direction de laminage, la direction transverse longue et à 45 ° par rapport à la direction de laminage.

La vitesse de déplacement des mors est elle aussi choisie selon la norme ISO NF EN 6892-1. Elle est de $1{,}2$ mm.min ^{1} pour les trois matériaux choisis, ce qui correspond pour la géométrie des éprouvettes évaluées à une vitesse de déformation de $0{,}02$ min ^{1}.

III.1.4.2 Essai de traction mésoscopique

Le suffixe « méso » est ici utilisé en opposition à l'échelle « micro » qui concerne les essais de traction réalisés sur des couches minces autoportantes dont le volume de la zone utile est de $3{,}3 \quad 10^{7}$ mm^3 et à l'échelle « macro » pour laquelle les essais de traction sont réalisés sur des éprouvettes dont la zone utile fait $4\,683$ mm^3. Le volume de la zone utile des éprouvettes testées en mésotraction vaut 42 mm^3.

Les essais de traction à l'échelle mésoscopique ont été réalisés à l'ENIT sur une platine développée par la société Deben. La mesure de la déformation a été réalisée par un extensomètre optique mis au point par la société ProViSys engineering (anciennement Apollor). Ce moyen de mesure permet de suivre le déplacement de deux marqueurs positionnés sur

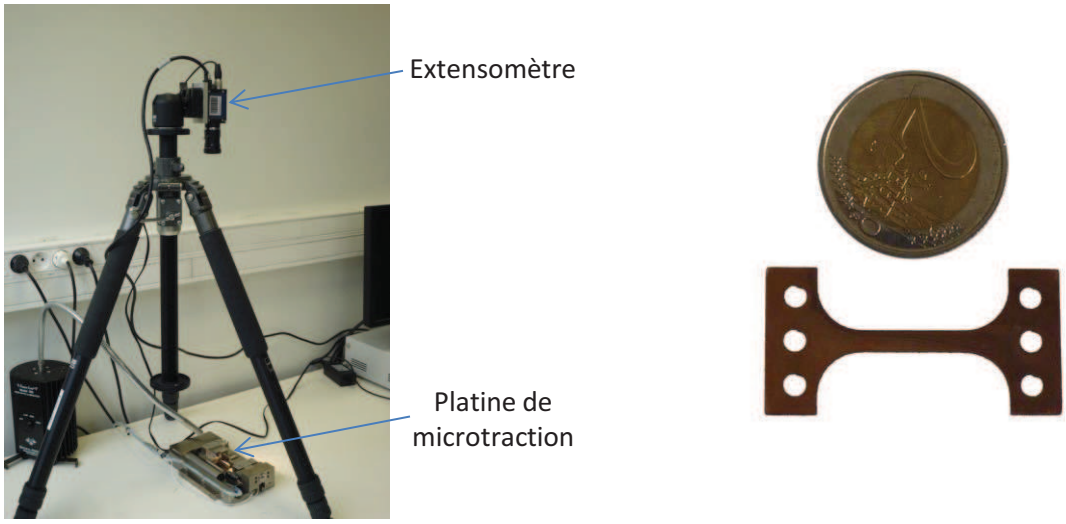


FIGURE III.1 - 11 – (a) Platine de mésotraction et extensomètre optique et (b) éprouvette de mésotraction en rapport avec une pièce de 2 €.

la partie utile de l'éprouvette. La figure III.1 - 11a montre la platine de mésotraction et le dispositif de mesure de déformation.

Les éprouvettes sont plates et rectangulaires, avec un rayon de raccordement entre la zone utile et la zone d'accroche afin de limiter les concentrations de contraintes. La zone utile de l'éprouvette fait 14 mm de long par 3 mm de large par 1 mm d'épaisseur. La figure III.1 - 11b montre une éprouvette de cuivre en vis-à-vis avec une pièce de 2 € qui permet de mettre en évidence ses dimensions.En raison de leur petite taille, les éprouvettes de mésotraction ont été usinées par électro-érosion afin de limiter l'écrouissage du matériau et l'introduction de contraintes résiduelles qui auraient pu résulter d'un usinage classique. Les éprouvettes ont toutes été usinées de telle sorte que l'axe de sollicitation corresponde à la direction de laminage.

La vitesse de déplacement des mors est choisie en accord avec la norme ISO NF EN 6892-1 et vaut $0{,}2\,\text{mm.min}^{-1}$. Les éprouvettes ont toutes été polies jusqu'au papier 4 000 afin de limiter la présence de défauts risquant d'amorcer une rupture prématurée. La conception de la platine et la dimension des éprouvettes permet de réaliser des essais de traction jusqu'à 30 % de déformation de la partie utile. La plupart des essais n'ont donc pas permis d'atteindre la rupture des éprouvettes testées.

Pour les deux types d'essais et pour chaque matériau, un minimum de 5 essais a été effectué. Une courbe de traction rationelle moyenne et l'écart-type correspondant ont été déterminés. Par la suite, nous présenterons systématiquement ces courbes moyennes

agrémentées d'une barre d'erreur. Les valeurs des barres d'erreur supérieure et inférieure sont chacune égales à la demi incertitude à 95 % calculée à partir de la loi de Student.

III.2 Résultats expérimentaux et du modèle de simulation

Nous faisons part ici les résultats expérimentaux que nous avons obtenus à partir des essais de traction et d'indentation sur les 3 matériaux. Nous présenterons ensuite les résultats de la simulation de l'essai d'indentation avec les deux géométries de poinçon afin de valider les modèles.

III.2.1 Résultats sur l'aluminium

III.2.1.1 Résultats des essais de traction

Les courbes contrainte-déformation des essais de traction à l'échelle macroscopique et mésoscopique sont présentées sur la figure III.2 - 12. Le matériau présente un comportement élasto-plastique avec écrouissage qui peut être représenté par un modèle de Ramberg-Osgood. Les deux courbes présentent un module d'élasticité similaire ainsi que des pentes d'écrouissage identiques, seule la limite d'élasticité est supérieure pour l'essai à l'échelle mésoscopique. Cependant, on ne peut pas conclure à un comportement différent aux deux échelles car les barres d'erreurs, qui représentent la dispersion des résultats sur l'ensemble des éprouvettes testées, se superposent. La taille moyenne des grains présents dans l'aluminium est de 10 µm, ce qui implique une présence de 100 grains environ dans l'épaisseur de l'éprouvette de mésotraction. Ce nombre important de grains dans l'épaisseur de l'éprouvette et la non-présence de différence significative entre les courbes de contrainte-déformation permettent d'avancer qu'il n'y aurait pas d'effet d'échelle sur les propriétés mécaniques de l'aluminium en traction entre les échelles macroscopique et mésoscopique.

Les valeurs des paramètres mécaniques couramment évaluées à partir des essais de traction sont récapitulées dans le tableau III.2 - c. Les incertitudes dans le tableau sont données pour une confiance à 95 % en utilisant la méthode de Student. Par la suite, les incertitudes seront calculées systématiquement à partir de cette méthode. Le module d'élasticité et la limite conventionnelle d'élasticité n'ont pas pu être évalués à partir de l'essai de mésotraction car la résolution de l'extensomètre vidéo est trop faible pour mesurer les déformations élastiques de ces éprouvettes.

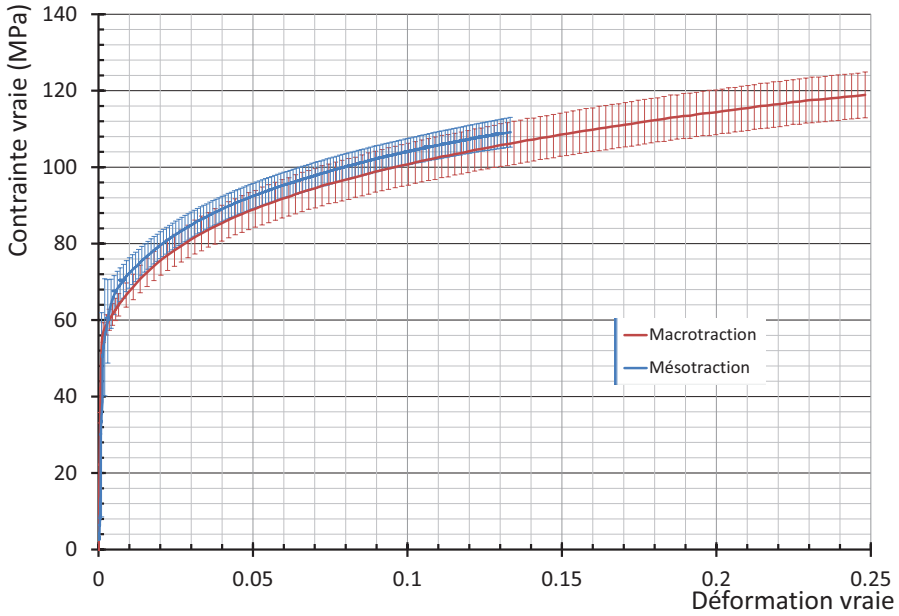
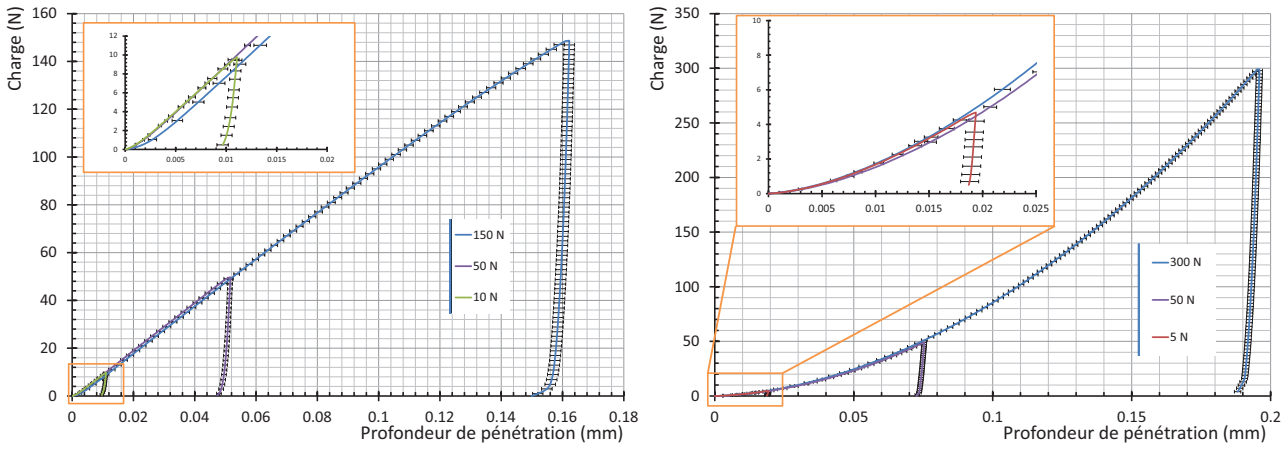


FIGURE III.2 - 12 – Courbes contrainte vraie-déformation vraie obtenues à partir des essais de traction à l'échelle macroscopique et mésoscopique sur l'aluminium.

	E GPa	$\sigma_{0,2}$ MPa	σ_u MPa	ε_u
Macrotraction	69 4	59 4	120 9	0,26 0,03
Mésotraction			115 78	0,19 0,08

TABLE III.2 - c – Résultats des essais de traction aux échelles méso- et macroscopique sur l'aluminium.



(a) **(b)**

FIGURE III.2 - 13 – Courbes chargement-déchargement en fonction de la pénétration du poinçon réalisés avec un poinçon Brinell (a) et un poinçon Vickers (b) pour l'aluminium.

III.2.1.2 Résultats des essais d'indentation

Les courbes de chargement-déchargement des essais d'indentation réalisés pour les essais Brinell et Vickers sont montrées sur la figure III.2 - 13. La forme des courbes est semblable aux formes attendues : forme presque linéaire pour le poinçon Brinell et une évolution de la forme d'un polynôme quadratique pour le poinçon Vickers. Pour les deux courbes, le départ est tangent à l'axe des abscisses, signe que la rugosité de la surface est suffisamment faible pour ne pas influencer l'essai. Les essais ont été réalisés à différentes charges maximales avec les poinçons Brinell et Vickers afin de s'assurer que ceux-ci ne sont pas sensibles à un éventuel effet d'échelle. Pour le poinçon Brinell, les charges maximales utilisées sont : 10, 50 et 150 N. La profondeur maximale de pénétration h_{max} atteinte pour les charges de 10 N et de 150 N sont respectivement 11 1 µm et 163 4 µm. Pour le poinçon Vickers, les charges maximales sont : 5, 7,5, 10, 50 et 300 N. Les profondeurs maximales de pénétration pour la plus petite et la plus grande charge sont respectivement 19 2 µm et 196 1 µm. Les dimensions des empreintes pour les valeurs maximales de charge sont donc au moins 10 fois supérieures à celles atteintes pour les valeurs minimales de charges. Malgré ces différences, les barres d'erreurs des courbes de chargement-déchargement se superposent les unes aux autres quelque soit la profondeur d'indentation pour les deux types de poinçons. Il semblerait donc qu'il n'y ait pas d'effet d'échelle visible pour l'aluminium sur le résultat de l'essai d'indentation avec les poinçons Brinell et Vickers à ces échelles.

Les rapports de l'incertitude relative de la plus grande charge par celle de la plus petite charge pour l'essai Brinell et l'essai Vickers valent respectivement 0,27 et 0,05. Les incertitudes relatives sur la profondeur maximale sont donc plus importantes pour les petites charges. Ceci peut s'expliquer par l'influence moins importante de la rugosité et du défaut de pointe sur la mesure pour les charges plus importantes. Nous utiliserons donc par la suite les essais réalisés à 150 N pour le poinçon Brinell et 300 N pour le poinçon Vickers. La hauteur maximale de bourrelet équivalente $\overline{h}_{b_{max}}$ estimée pour l'essai Vickers à cette charge vaut 16 1 µm.

III.2.2 Résultats sur le cuivre

III.2.2.1 Essais de traction

Les courbes contrainte-déformation des essais de traction à l'échelle macroscopique et mésoscopique sont présentées sur la figure III.2 - 14. Le matériau présente un comportement élasto-plastique avec un écrouissage presque nul. Exceptés dans la zone de transition élasto-plastique, les deux courbes sont parfaitement superposées. Il semblerait donc qu'il n'y ait pas d'effet d'échelle sur les propriétés mécaniques du cuivre en traction entre

les éprouvettes de mésotraction et celles de macrotraction malgré un nombre limité de grains dans l'épaisseur des éprouvettes de mésotraction (moins de 7).

Les valeurs des paramètres mécaniques évaluées à partir des essais de traction sont présentées dans le tableau III.2 - d. De même que pour l'aluminium, le module d'élasticité et la limite d'élasticité n'ont pas pu être évalués à l'échelle mésoscopique. On observe une forte dispersion sur les valeurs pour les deux échelles, même si les dispersions sont plus importantes à l'échelle mésoscopique.

Les deux courbes de traction ainsi que les paramètres mécaniques évalués confirment le traitement $\frac{4}{4}$ dur du matériau. En effet, la limite conventionnelle d'élasticité du cuivre recuit vaut environ 80 MPa, alors que la limite d'élasticité mesurée vaut $262 \quad 39$ MPa. De plus, la courbe présente un très faible écrouissage et la contrainte maximale est presque égale à la limite conventionnelle d'élasticité. Enfin, la déformation à rupture vaut $12 \quad 10$ %, ce qui est faible comparé à la rupture du cuivre recuit (35 % habituellement).

III.2.2.2 Résultats des essais d'indentation

Les essais d'indentation ont été réalisés dans les mêmes conditions expérimentales que l'aluminium, excepté pour la charge maximale avec le poinçon Brinell qui est de 300 N. Les courbes de chargement-déchargement sont montrées sur la figure III.2 - 15 pour les deux types de poinçons. Les formes des courbes sont semblables à celles obtenues sur l'aluminium.

Les profondeurs maximales de pénétration h_{max} atteintes avec le poinçon Brinell sont $4{,}2 \quad 0{,}1$ µm pour la charge de minimale et $105 \quad 3$ µm pour la charge maximale. Les profondeurs maximales de pénétration h_{max} atteintes avec le poinçon Vickers pour la plus petite et la plus grande charge sont respectivement $11{,}9 \quad 0{,}4$ µm et $105 \quad 4$ µm. Malgré les différences de dimension des empreintes, aucune différence n'est notable sur les courbes de chargement-déchargement que ce soit pour le poinçon Brinell ou Vickers. Il semblerait donc qu'il n'y ait pas d'effet de taille sur les propriétés mécaniques de ce matériau à ces échelles.

Comme pour l'aluminium, le poids relatif des dispersions de mesure étant moins important à forte charge, nous n'utiliserons que les essais réalisés à charge maximale, c'est-à-dire 300 N. La hauteur de bourrelet maximale équivalente $\overline{h}_{b_{max}}$ estimée pour l'essai Vickers à cette charge vaut $15{,}6 \quad 0{,}8$ µm.

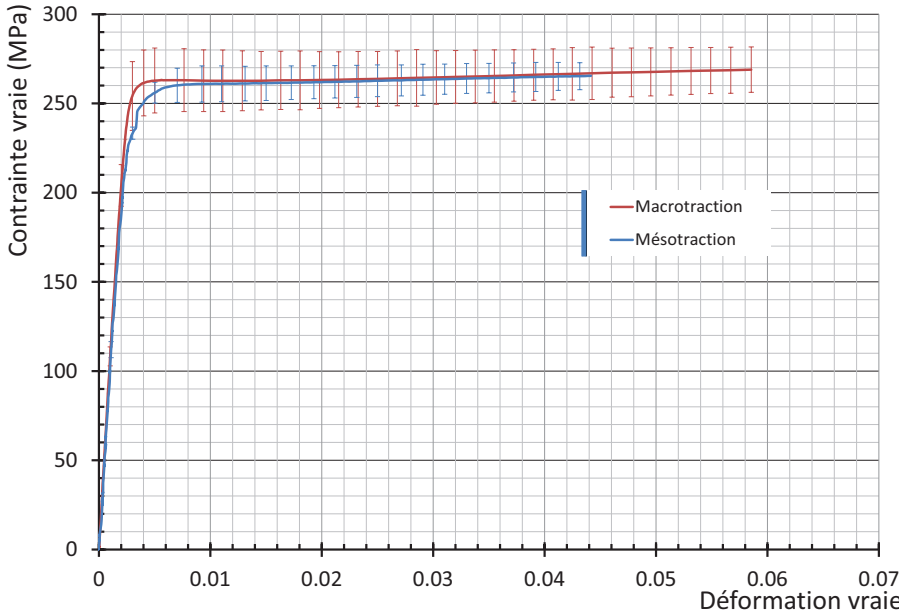
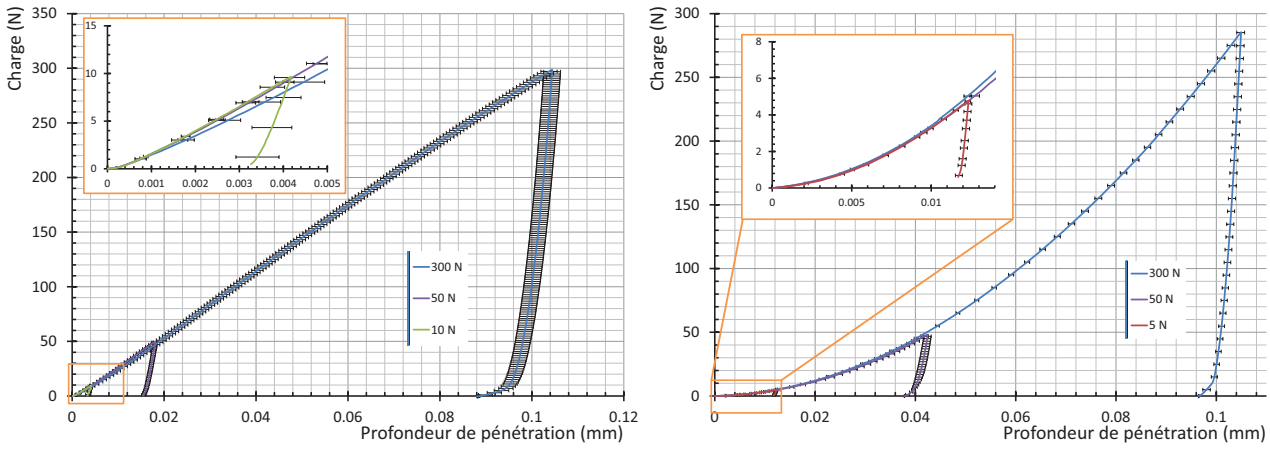


FIGURE III.2 - 14 – Courbes contrainte vraie-déformation vraie issues des essais de traction aux échelles méso- et macroscopique sur le cuivre.

	E GPa		$\sigma_{0,2}$ MPa		σ_u MPa		ε_u	
Macrotraction	106	9	262	39	279	17	0,12	0,10
Mésotraction					268	16	0,06	0,05

TABLE III.2 - d – Résultats des essais de traction aux échelles méso- et macroscopique sur le cuivre.



(a) **(b)**

FIGURE III.2 - 15 – Courbes de chargement-déchargement d'essais d'indentation réalisés avec un poinçon Brinell (a) et un poinçon Vickers (b) pour le cuivre.

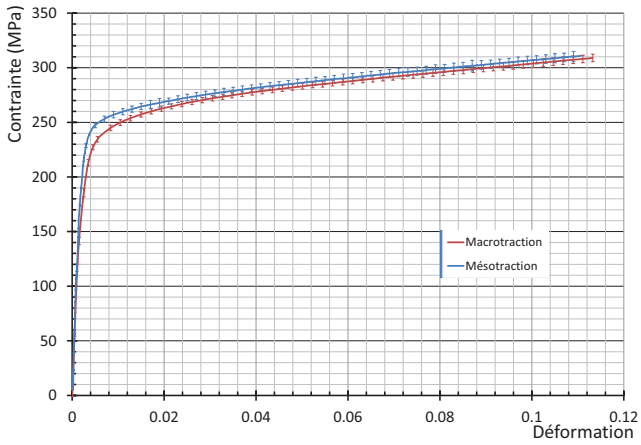
III.2.3 Résultats sur le titane

III.2.3.1 Essais de traction

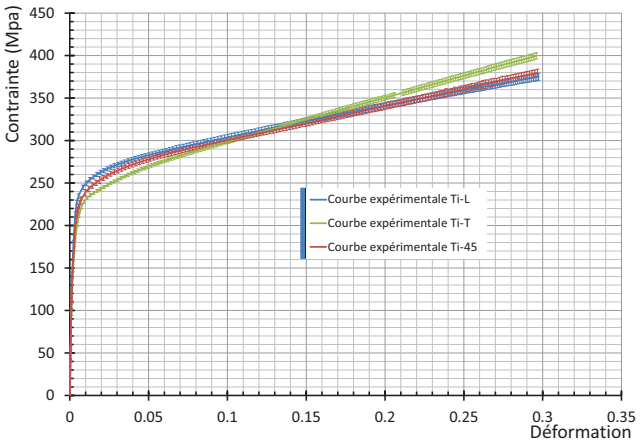
Pour chaque direction de laminage, six éprouvettes macroscopiques ont été testées et cinq éprouvettes de mésotraction ont été évaluées. Les courbes contrainte-déformation des essais de traction réalisés à l'échelle macroscopique et mésoscopique sont présentées sur la figure III.2 - 16a. Le matériau présente un comportement élasto-plastique avec un écrouissage presque linéaire. Les éprouvettes ont dans les deux cas été extraites dans la direction de laminage. Excepté dans la zone de transition élasto-plastique les deux courbes sont très proches. Il semblerait donc qu'il n'y ait pas d'effet d'échelle entre les éprouvettes macroscopique et mésoscopique malgré le fait qu'il y ait moins de 10 grains dans l'épaisseur des éprouvettes de mésotraction.

Une étude d'anisotropie a été menée sur le titane. La figure III.2 - 16b montre les courbes contrainte-déformation issues des essais de traction à l'échelle macroscopique dans trois directions orientées différemment par rapport à la direction de laminage. La courbe référencée Ti-L correspond aux éprouvettes usinées suivant la direction de laminage, Ti-T à la direction travers-long et les éprouvettes dont la courbe est référencée Ti-45 sont usinées à $45\,^{\circ}$ par rapport à la direction de laminage. Ce référencement sera celui utilisé par la suite pour décrire ces éprouvettes. Ces essais permettent de mettre en évidence une anisotropie significative de la tôle qui se traduit par un comportement mécanique différent de chacune des orientations d'éprouvettes. On peut remarquer que la courbe de traction correspondant à la direction Ti-45 est toujours encadrée par celles des directions Ti-L et Ti-T. Les courbes contrainte-déformation du titane montrent pour toutes les directions une zone de transition élasto-plastique continue suivie d'un écrouissage presque linéaire jusqu'à la rupture. L'anisotropie est le résultat de la combinaison de deux facteurs. Le premier est d'origine microstructurale : à l'échelle du cristal, la maille hexagonale compacte HC du titane présente des systèmes de glissement particuliers, assez mal distribués dans l'espace et avec des facilités d'activation très variables. Le deuxième facteur est le procédé de mise en œuvre (laminage) de la tôle qui génère une texture cristallographique, ce qui a été confirmé par les analyses EBSD. Dans notre cas, l'anisotropie des propriétés mécaniques est peu marquée car la texture principale est normale au plan de la tôle et les éprouvettes ont toutes été usinées dans ce plan.

Les valeurs des paramètres mécaniques évaluées à partir des différents essais de tractions sont récapitulées dans le tableau III.2 - e. Le module d'élasticité et la limite conventionnelle d'élasticité n'ont pas pu être évalués à l'échelle mésoscopique. Les dispersions de mesures sont beaucoup moins importantes que pour l'aluminium et le cuivre.



(a) Courbes contrainte vraie-déformation vraie issues des essais de traction à l'échelle macroscopique et mésoscopique dans la direction longitudinale.

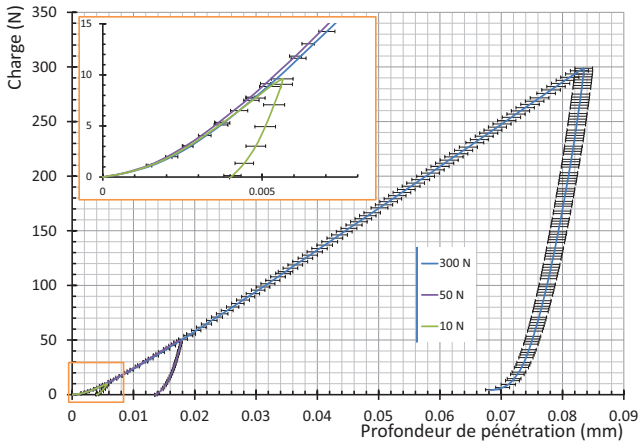


(b) Courbes contrainte vraie-déformation vraie issues des essais traction à l'échelle macroscopique suivant trois directions d'éprouvettes par rapport à la direction de laminage

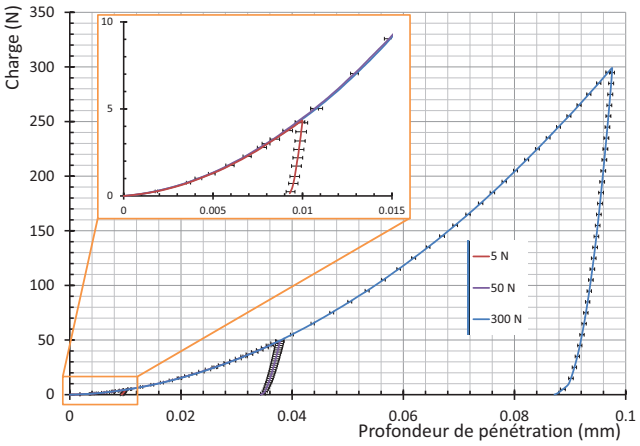
FIGURE III.2 - 16 – Résultats des essais de traction sur le titane à différentes échelles et pour différentes orientations d'éprouvettes.

	E GPa		$\sigma_{0,2}$ MPa		σ_u MPa		ε_u	
Macrotraction L	107	2	222	3	413	50	0,42	0,15
Macrotraction T			190	5	446	22	0,41	0,04
Macrotraction 45			205	5	442	15	0,48	0,06
Mésotraction L					347	19	0,21	0,09

TABLE III.2 - e – Résultats des essais de traction aux échelles méso- et macroscopique sur le titane dans les trois directions pour les éprouvettes macroscopiques et dans la direction de laminage pour les éprouvettes mésoscopiques.



(a)



(b)

FIGURE III.2 - 17 – Courbe chargement-déchargement d'essais réalisés avec un poinçon Brinell (a) et un poinçon Vickers (b) sur le titane.

III.2.3.2 Essais d'indentation

L 'essai d'indentation engendrant un état de contrainte en 3 dimensions dans l'éprouvette, les courbes d'indentation ne peuvent rendre compte de l'anisotropie du matériau que si des faces avec des normales d'orientations différentes sont caractérisées. Dans notre cas, seule la face parallèle au plan de la tôle a été caractérisée. C'est pourquoi pour les deux poinçons, un seul résultat est présenté. Les essais d'indentation ont été réalisés dans les mêmes conditions expérimentales que pour le cuivre. La figure III.2 - 17 montre les courbes de chargement-déchargement réalisés pour plusieurs charges avec les poinçons Vickers et Brinell. Comme pour l'aluminium et le cuivre, la forme des courbes est conforme aux attentes et la tangence des courbes au départ avec l'axe des abscisses montre que la rugosité n'a pas d'influence sur les premiers stades du chargement. Pour le poinçon Brinell, les profondeurs maximales de pénétration atteintes sont $6 \quad 1$ µm pour la charge minimale et $84 \quad 3$ µm pour la charge maximale. Pour le poinçon Vickers, les profondeurs maximales de pénétration pour les charges minimale et maximale sont respectivement $10 \quad 1$ µm et $98 \quad 1$ µm. Malgré les différences de dimension des empreintes, aucun écart n'est notable sur les courbes chargement-déchargement que ce soit pour le poinçon Brinell ou Vickers. Il semblerait donc qu'il n'y ait pas d'effet d'échelle sur les propriétés mécaniques du titane à ces échelles.

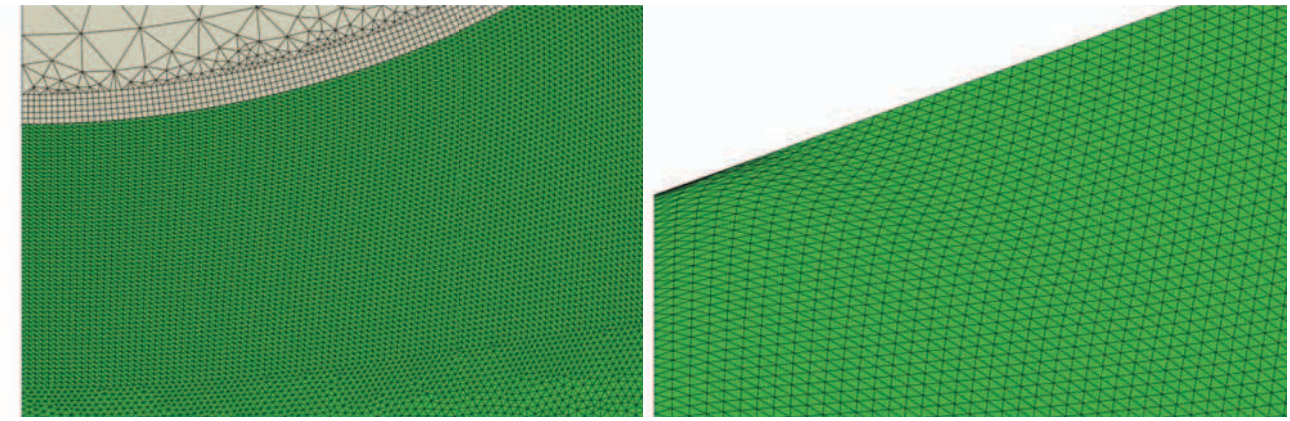
La dispersion de mesure étant moins importante à forte charge, nous n'utiliserons que les essais réalisés à charge maximale, c'est-à-dire 300 N. La hauteur de bourrelet équivalente $\overline{h}_{b_{max}}$ mesurée pour l'essai Vickers à cette charge vaut $5{,}8 \quad 0{,}4$ µm.

III.2.4 Résultats de la simulation de l'essai d'indentation

L'objectif de cette partie est de présenter dans leur ensemble les résultats de la simulation de l'essai d'indentation avec un poinçon Brinell et Vickers.

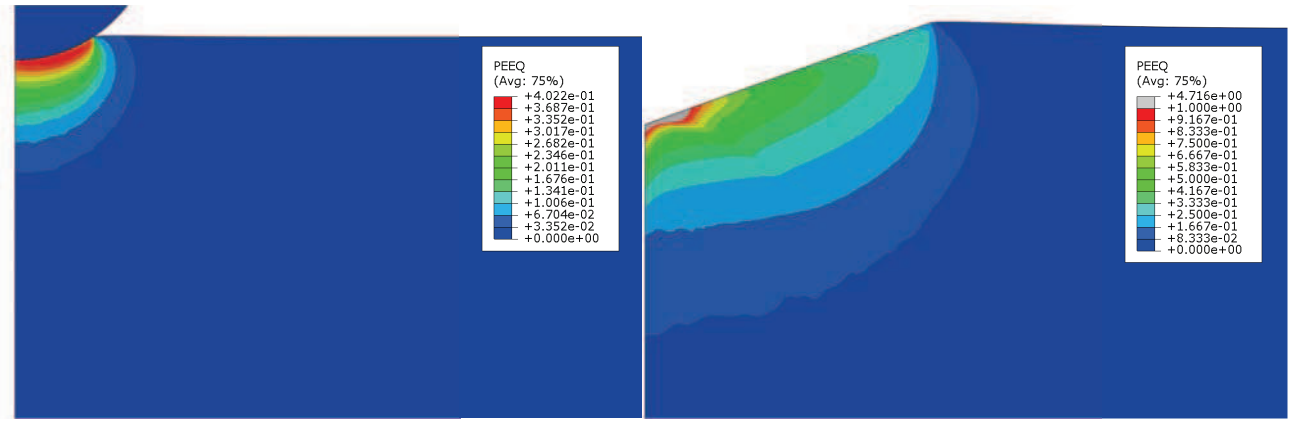
Poinçon Brinell

Les résultats sont ceux de la simulation pour une profondeur de pénétration maximale de $83{,}5$ µm qui correspond à une charge de 300 N sur le titane. Les valeurs des paramètres du modèle de comportement sont celles identifiées en traction macroscopique. La figure III.2 - 18a montre que les éléments sous le poinçon qui sont les plus déformés ne sont pas distordus. La figure III.2 - 19a indique que la déformation plastique équivalente maximale sous le poinçon est de 40 %. La figure III.2 - 20a montre la courbe de chargement-déchargement en fonction de la pénétration du poinçon extraite de la simulation. L'allure générale de la courbe est similaire à celles des courbes expérimentales avec un départ tangent à la courbe des abscisses suivi d'une évolution de la charge presque linéaire. Le choix



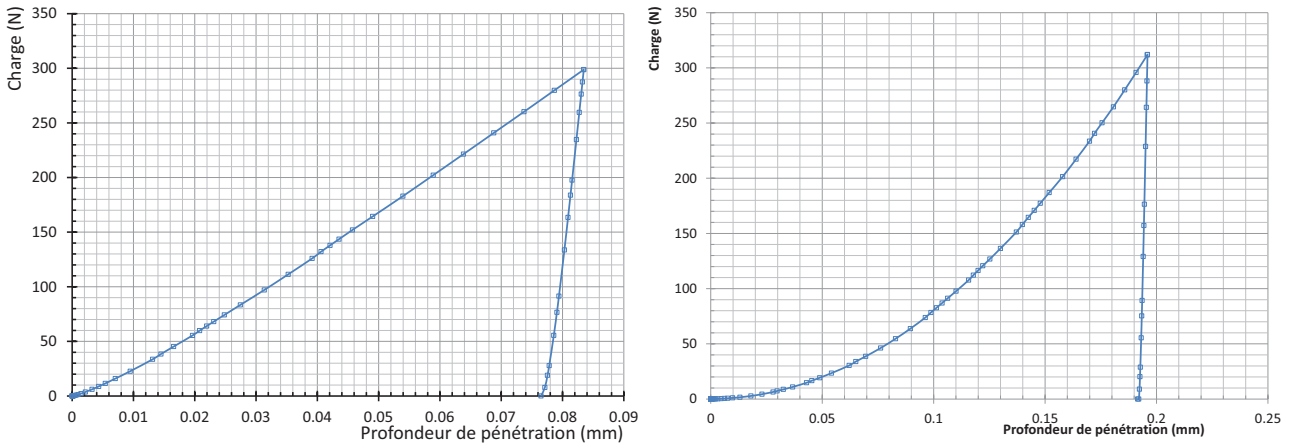
(a) Brinell **(b)** Vickers

FIGURE III.2 - 18 – Déformation du maillage sous le poinçon pour une charge de 300 N.



(a) Brinell. La valeur maximale vaut 4,02 10^{-1} **(b)** Vickers. La valeur maximale vaut 4,7

FIGURE III.2 - 19 – Déformation plastique équivalente simulée pour une charge de 300 N



(a) Brinell **(b)** Vickers

FIGURE III.2 - 20 – Courbe de chargement-déchargement en fonction de la pénétration du poinçon.

des types d'éléments et de leur nombre a permis de supprimer les oscillations numériques sur la courbe.

Poinçon Vickers

Les résultats sont ceux de la simulation pour une profondeur de pénétration maximale de 197 µm qui correspond à une charge de 300 N sur l'aluminium. Les valeurs des paramètres du modèle de comportement sont celles identifiées en traction macroscopique. La figure III.2 - 18b montre les éléments sous le poinçon pour une pénétration maximale. Malgré la procédure de contrôle de la distorsion du maillage, les éléments sont beaucoup plus distordus que lors de l'utilisation du poinçon sphérique. Cette distorsion des éléments est susceptible d'entrainer des erreurs sur les valeurs de contraintes et de déformations sous le poinçon. La figure III.2 - 19b montre la déformation plastique équivalente sous le poinçon qui a été seuillée arbitrairement à une valeur maximale de 100 % afin que la forme de la zone déformée plastiquement soit visible. La valeur maximale de déformation plastique équivalente vaut 4,7. La distorsion des éléments peut être une explication à cette valeur très élevée mais il nous a été impossible de la limiter. La figure III.2 - 20b montre la courbe de chargement-déchargement en fonction de la profondeur de pénétration du poinçon issue de la simulation. L'allure générale de la courbe est similaire à celles des courbes expérimentales avec un départ tangent à l'axe des abscisses suivi d'une évolution de la charge basée sur une loi polynomiale quadratique. Malgré la distorsion des éléments sous le poinçon, aucune oscillation n'est visible sur la courbe. La hauteur de bourrelet maximale mesurée après la décharge vaut 20 µm qui est proche la valeur de la hauteur de bourrelet maximale équivalente mesurée sur l'aluminium pour cette même charge et qui vaut 16 1 µm.

III.3 Choix des modèles de comportement et validation à partir des essais de traction

L'objectif de ce chapitre est l'identification des modèles de comportement à partir d'essais d'indentation instrumentée associés à une méthode d'identification paramétrique sur trois matériaux avec des comportements mécaniques différents. Pour que l'identification fonctionne, il est impératif de choisir un modèle de comportement adapté à chacun des matériaux à évaluer. Nous présentons ici le choix des trois couples matériau-modèle de comportement puis nous validons ces choix par l'identification paramétrique des modèles de comportement à partir des résultats des essais de traction.

III.3.1 Choix des modèles de comportement

Les modèles de comportement ont été choisis à partir des résultats des essais de traction macroscopique. Le premier modèle choisi est celui de Ramberg-Osgood [Ramberg 43]. Il est bien adapté à la modélisation du comportement de l'aluminium et du cuivre, cependant il ne permet pas de modéliser avec fidélité le comportement du titane qui présente un écrouissage presque linéaire jusqu'à la rupture. Ce comportement se rapprochant de celui des aciers inoxydables, nous avons choisi d'utiliser le modèle de Rasmussen développé pour ce type de matériaux [Rasmussen 03]. Des modifications ont cependant été apportées au modèle initial afin qu'il représente mieux le comportement de notre matériau. Seules ces modifications sont présentées dans le paragraphe suivant. Le lecteur pourra consulter le paragraphe I.2.4.1 pour la description du modèle de Ramberg-Osgood.

Modification du modèle de Rasmussen

Comme décrit en I.2.4.2, le modèle de Rasmussen est un modèle à 6 paramètres indépendants basé sur la description conventionnelle du modèle de Ramberg-Osgood. Il s'écrit sous la forme :

$$\varepsilon = \begin{cases} \dfrac{\sigma}{E} + 0{,}002\left(\dfrac{\sigma}{\sigma_{0,2}}\right)^{n} & \text{si} \quad \sigma \quad \sigma_{0,2} \\ \dfrac{\sigma \quad \sigma_{0,2}}{E_{0,2}} + \varepsilon_u\left(\dfrac{\sigma \quad \sigma_{0,2}}{\sigma_u \quad \sigma_{0,2}}\right)^{m} + \varepsilon_{0,2} & \text{si} \quad \sigma > \sigma_{0,2} \end{cases} \tag{III.3.1}$$

L'inconvénient de ce modèle est qu'il ne prend en compte que la limite conventionnelle d'élasticité $\sigma_{0,2}$ et ne permet donc pas d'adapter le niveau de déformation à partir duquel la déformation plastique apparait.

Nous avons ainsi modifié le modèle de Rasmussen initial de telle manière que la limite d'élasticité soit définie par un couple (ε_r,σ_r) en ajoutant le paramètre α présent dans la forme générale du modèle de Ramberg-Osgood. Le principe de ce modèle est illustré en figure III.3 - 21. Tant que la contrainte σ est inférieure à la contrainte seuil σ_r la première partie du modèle est équivalente au modèle de Ramberg-Osgood et s'écrit :

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} + \alpha\frac{\sigma_r}{E}\left(\frac{\sigma}{\sigma_r}\right)^{n} \tag{III.3.2}$$

Lorsque $\sigma > \sigma_r$, la deuxième partie du modèle s'écrit :

$$\bar{\varepsilon} = \frac{\bar{\sigma}}{E_r} + \bar{\varepsilon_{u_p}}\left(\frac{\bar{\sigma}}{\bar{\sigma_u}}\right)^{m} \tag{III.3.3}$$

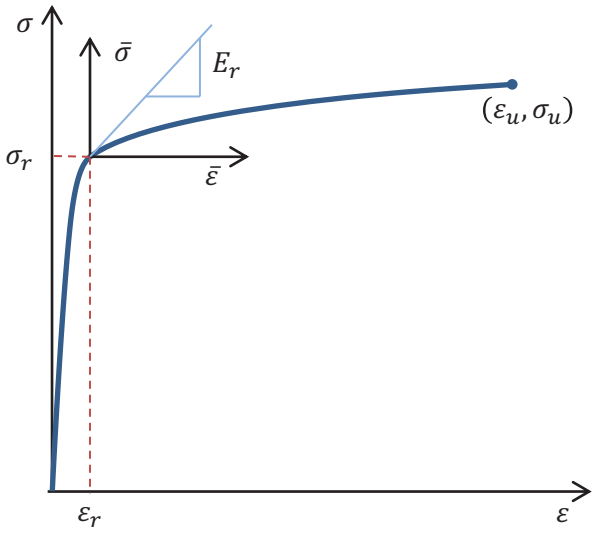


FIGURE III.3 - 21 – Représentation graphique de la loi de Rasmussen modifiée mettant en évidence les différents paramètres et les deux parties de la loi

où $\bar{\varepsilon}$ et $\bar{\sigma}$ sont respectivement la déformation transformée et la contrainte transformée calculées comme suit :

$$\bar{\varepsilon} = \varepsilon \quad \varepsilon_r \tag{III.3.4}$$

$$\bar{\sigma} = \sigma \quad \sigma_r \tag{III.3.5}$$

On peut donc écrire la deuxième partie du modèle :

$$\varepsilon = \frac{\sigma \quad \sigma_r}{E_r} + \left(\bar{\varepsilon_{u_p}}\right)\left(\frac{\sigma \quad \sigma_r}{\sigma_u \quad \sigma_r}\right)^m + \varepsilon_r \tag{III.3.6}$$

Par rapport au modèle de Rasmussen, trois nouveaux coefficients sont introduits :

— Le module E_r, qui représente la pente initiale de la deuxième partie du modèle et qui doit assurer la continuité entre les deux parties. Il est égal à $d\sigma/d\varepsilon\ _{\sigma=\sigma_r}$ appliqué à l'équation III.3.6 :

$$E_r = \frac{E}{1+\alpha n} \tag{III.3.7}$$

— La déformation ε_r correspond à la déformation équivalente à la contrainte d'écoulement σ_r et est calculée comme :

$$\varepsilon_r = (1+\alpha)\,\frac{\sigma_r}{E} \tag{III.3.8}$$

— La déformation transformée à la rupture $\bar{\varepsilon_{u_p}}$ est calculée à partir de l'équation III.3.6

de telle manière que $\varepsilon(\sigma_u) = \varepsilon_u$:

$$\bar{\varepsilon_{u_p}} = \varepsilon_u \quad \varepsilon_r \quad \frac{\sigma_u \quad \sigma_r}{E_r} \tag{III.3.9}$$

Le modèle de Rasmussen modifié est donc composé de 7 paramètres indépendants qui présentent, par rapport au modèle initial développé pour les aciers, l'avantage de pouvoir adapter le niveau de déformation à partir duquel la plasticité apparait. Ce modèle est donc plus flexible et s'écrit de la manière suivante :

$$\varepsilon = \begin{cases} \dfrac{\sigma}{E} + \alpha \dfrac{\sigma_r}{E} \left(\dfrac{\sigma}{\sigma_r} \right)^n & \text{si} \quad \sigma \quad \sigma_r \\ \dfrac{\sigma \quad \sigma_r}{E_c} + \left(\varepsilon_u \quad \varepsilon_r \quad \dfrac{\sigma_u \quad \sigma_r}{E_r} \right) \left(\dfrac{\sigma \quad \sigma_r}{\sigma_u \quad \sigma_r} \right)^m + \varepsilon_r & \text{si} \quad \sigma > \sigma_r \end{cases} \tag{III.3.10}$$

Pour le reste de ce chapitre, nous utiliserons systématiquement le modèle de Rasmussen modifié écrit avec une limite d'élasticité générale ou une limite conventionnelle d'élasticité.

III.3.2 Identification des paramètres des modèles de comportement à partir des essais de traction uni-axiale

L'identification des paramètres des modèles de comportement a été réalisée à partir des essais de macrotraction et elle correspond à la résolution d'un problème inverse d'identification. Nous avons identifié dans la partie I.4 que la méthode de résolution basée sur l'algorithme de Levenberg-Marquardt est particulièrement intéressante car elle est robuste et permet de s'approcher rapidement de la quasi-solution tant que le problème n'est pas fortement non-linéaire et qu'il ne présente pas de minima locaux. La résolution du problème inverse a été réalisée à partir d'un script écrit en python. L'un des intérêts de coupler l'algorithme de Levenberg-Marquardt avec un script python réside dans le fait que cet algorithme est disponible dans la librairie *scipy.optimize* de python.

Le module d'élasticité est calculé de manière indépendante par une régression réalisée sur la partie linéaire de la courbe, en optimisant la valeur du résidu. Seuls les paramètres qui régissent la déformation plastique restent à identifier.

La figure III.3 - 22 montre le schéma de principe suivi pour l'identification des paramètres des modèles de comportement. Les entrées du processus d'identification sont la courbe de contrainte vraie-déformation vraie moyenne calculée dans la section précédente et le module d'élasticité du matériau.

Les paramètres initiaux du modèle de comportement sont choisis en fonction de la

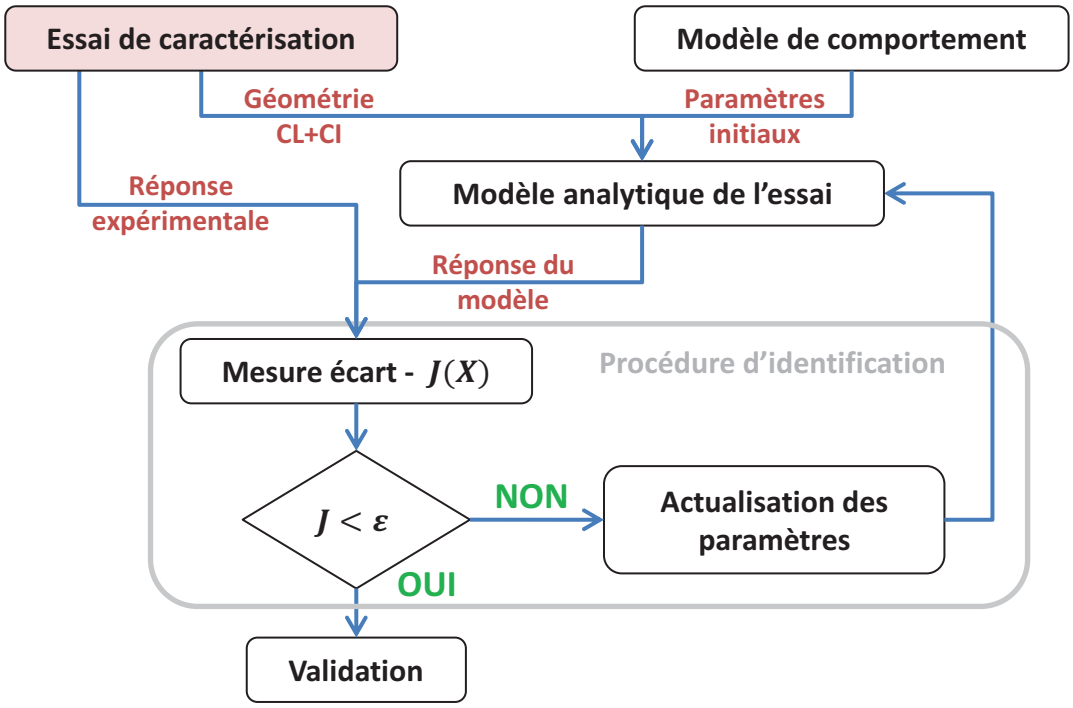


FIGURE III.3 - 22 – Schéma de principe de l'identification du modèle de comportement à partir d'essais de traction uni-axiale.

	σ_r (MPa)		α		n		m	
	Min	Max	Min	Max	Min	Max	Min	Max
Ramberg-Osgood	10	1 000	0,001	50	1,0001	100	\	
Rasmussen	10	1 000	0,001	50	1,0001	50	1,0001	50

TABLE III.3 - f – Bornes des paramètres des modèles de Ramberg-Osgood et Rasmussen pour l'identification des modèles de comportement à partir d'essais de traction.

connaissance à priori du matériau à évaluer. La courbe contrainte-déformation théorique est ensuite déduite du modèle de comportement et est comparée à la courbe contrainte-déformation expérimentale via la fonction objectif $J(\underline{x})$. Les paramètres du modèle de comportement sont ensuite actualisés par l'algorithme de Levenberg-Marquardt jusqu'à la satisfaction d'au moins un critère de convergence. Les critères de convergence que nous avons choisis sont les paramètres par défaut de l'algorithme de Levenberg-Marquardt intégré dans python :

- la valeur de la fonction objectif est inférieure à $1{,}5 \quad 10^{\ 8}$,
- l'évolution de la valeur de la fonction objectif entre deux itérations est inférieure à $1{,}5 \quad 10^{\ 8}$.

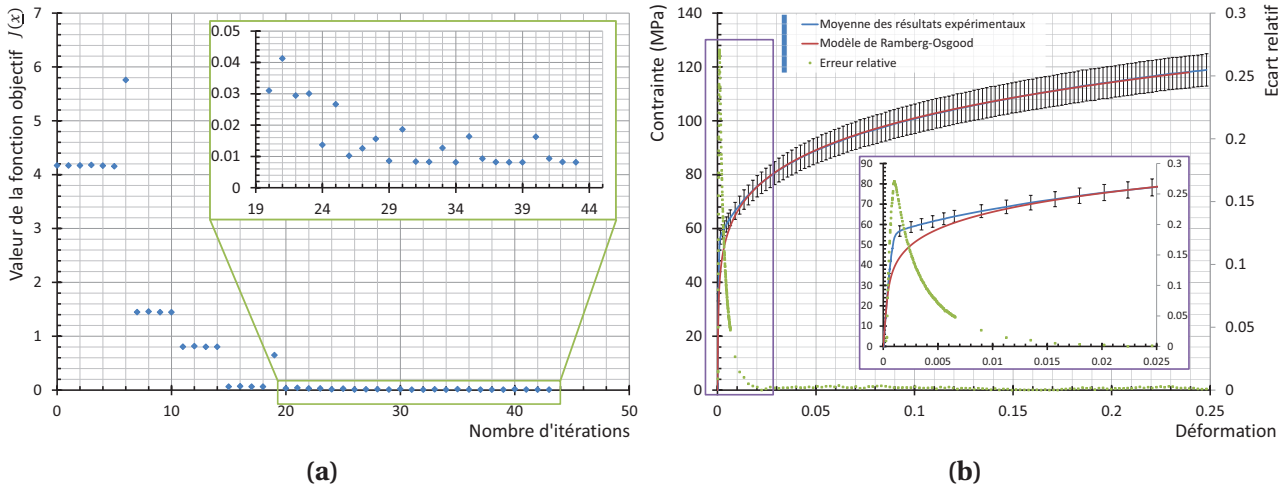
Les bornes des différents paramètres des modèles de Ramberg-Osgood et de Rasmussen modifié ont été choisies pour permettre la description de la plupart des matériaux couramment rencontrés. Ces bornes sont données pour les deux modèles dans le tableau III.3 - f.

III.3.2.1 Résultat de l'identification sur l'aluminium

Le modèle de comportement choisi pour modéliser l'aluminium est celui de Ramberg-Osgood. Le module d'élasticité (69,0 GPa) ayant été identifié précédemment, les paramètres du modèle de Ramberg-Osgood à identifier sont la limite d'élasticité σ_r, le coefficient α et le coefficient d'écrouissage n. Les valeurs initiales respectives de ces trois paramètres ont été choisies comme 200 MPa, 1 et 10.

Le nombre d'itérations nécessaires pour atteindre le critère de convergence est de 42 et la valeur minimale de la fonction objectif est de 8,1 10^{-3}. Le critère d'arrêt de l'algorithme correspond à son incapacité à trouver un jeu de paramètres permettant de diminuer la valeur de la fonction objectif. La solution correspond donc à un optimum du système. La figure III.3 - 23a montre l'évolution de la valeur de la fonction objectif en fonction du nombre d'itérations. On observe une diminution rapide de cette valeur durant les vingt premières itérations, puis la diminution est moins forte. Ce changement de vitesse d'évolution est dû à l'algorithme de Levenberg-Marquardt qui correspond au début à un algorithme de plus grande pente pour tendre vers un algorithme de Gauss-Newton. Les valeurs identifiées des paramètres σ_r, α et n sont respectivement 60,6 MPa, 6,30 et 5,65.

La figure III.3 - 23b montre la courbe déterminée à partir des paramètres du modèle de Ramberg-Osgood identifiés en comparaison avec la courbe moyenne issue de l'essai de traction. On peut noter un écart relativement important entre la courbe expérimentale et la courbe théorique au niveau de la transition élasto-plastique, cependant la courbe modélise très bien l'écrouissage du matériau pour les déformations supérieures à 1 %. Ceci est illustré par la courbe représentant l'écart relatif entre le modèle de Ramberg-Osgood



(a) **(b)**

FIGURE III.3 - 23 – Résultats de l'identification paramétrique du modèle de comportement de l'aluminium à partir des essais de traction macroscopique. Évolution de la valeur de la fonction objectif en fonction du nombre d'itérations (a) et courbes contrainte-déformation issues du modèle de Ramberg-Osgood identifié et des résultats expérimentaux (b)

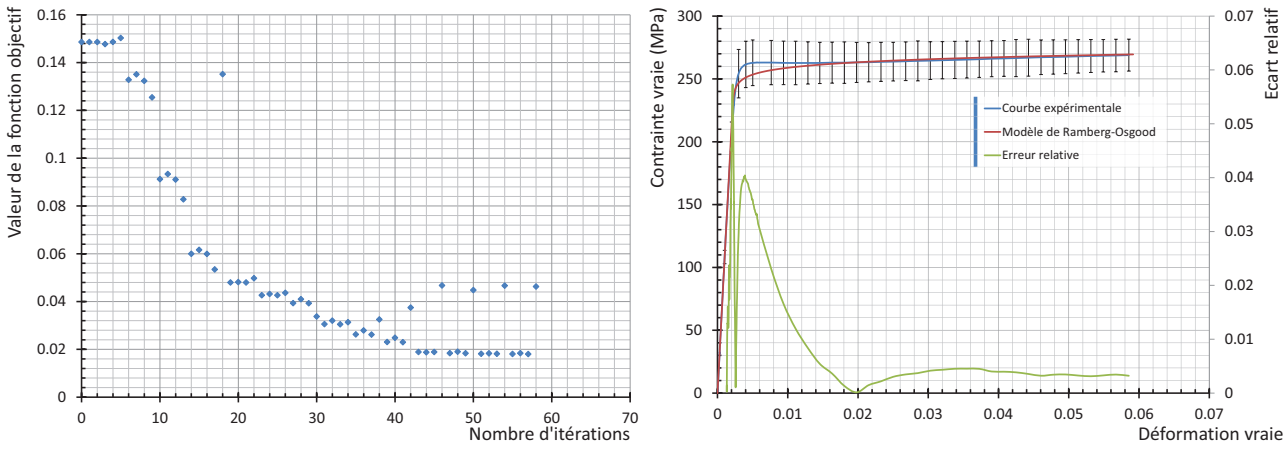
et la courbe expérimentale. On observe que cet écart est maximal au niveau de la transition élasto-plastique où il vaut jusqu'à $27{,}1$ %. Il diminue ensuite très rapidement et l'écart relatif moyen pour le domaine de validité du domaine est de $0{,}5$ %.

III.3.2.2 Résultat de l'identification sur le cuivre

Le modèle de comportement choisi pour le cuivre est celui de Ramberg-Osgood. Comme pour l'aluminium, le module d'élasticité a été identifié précédemment ($106{,}0$ GPa). Les paramètres à identifier et leurs valeurs initiales respectives sont les mêmes que pour l'identification du modèle de comportement de l'aluminium.

Le nombre d'itérations nécessaire pour atteindre le critère de convergence est de 58 et la valeur minimale de la fonction objectif est de $1{,}8 \quad 10^{-2}$. La figure III.3 - 24a montre l'évolution de la valeur de la fonction objectif en fonction du nombre d'itérations. De même que dans le cas précédant, il s'agit d'une incapacité à faire décroitre la valeur de la fonction objectif qui a stoppé l'algorithme. Les valeurs identifiées des paramètres σ_r, α et n sont respectivement $233{,}2$ MPa, $0{,}02$ et $50{,}0$.

La figure III.3 - 24b montre que le modèle de Ramberg-Osgood est bien adapté pour décrire le comportement du cuivre. En effet, malgré une difficulté à modéliser la transition élasto-plastique particulièrement abrupte, le modèle arrive à reproduire très correctement l'écrouissage très faible du cuivre. La courbe représentant l'écart relatif en fonction de la déformation montre une différence moins importante entre le modèle et la courbe théorique au niveau de la transition élasto-plastique que pour l'aluminium avec une valeur maximale égale à $5{,}7$ %. Par la suite, il diminue et l'écart relatif moyen vaut $0{,}7$ %.



(a) **(b)**

FIGURE III.3 - 24 – Résultats de l'identification paramétrique du modèle de comportement du cuivre à partir des essais de traction macroscopique. Évolution de la valeur de la fonction objectif en fonction du nombre d'itérations (a) et courbes contrainte-déformation issues du modèle de Ramberg-Osgood identifié et des résultats expérimentaux (b)

Par ailleurs, une identification paramétrique du modèle de Rasmussen a été réalisée, mais ce dernier ne permet pas de mieux modéliser le comportement mécanique du cuivre malgré sa plus grande complexité.

III.3.2.3 Résultat de l'identification sur le titane

Le modèle de comportement choisi pour modéliser le titane est celui de Rasmussen modifié. Comme pour l'aluminium et le cuivre, le module d'élasticité a été identifié précédemment ($106{,}8$ GPa). Les valeurs des paramètres ε_u et σ_u sont directement issues de la courbe de traction expérimentale. Les paramètres du modèle de Rasmussen à identifier sont donc la limite d'élasticité σ_r, le coefficient α, le coefficient d'écrouissage n de la première partie du modèle et le coefficient d'écrouissage m de la seconde partie du modèle. Les valeurs initiales de ces quatre paramètres sont respectivement 200 MPa, 2, 10 et 5.

L'identification des paramètres est menée sur les résultats de traction dans les trois directions de la tôle Ti-L, Ti-T et Ti-45. Le nombre d'itérations nécessaires pour atteindre le critère de convergence, la valeur de la fonction objectif et les valeurs des paramètres identifiées ainsi que les valeurs maximale de l'écart relatif et l'écart relatif moyen sont récapitulés dans le tableau III.3 - g. Il est difficile de comparer les valeurs minimales des fonctions objectifs dans les trois directions car le nombre de points de chaque courbe est différent et a une influence sur la valeur de la fonction objectif. Nous avions observé que la courbe de traction de la direction Ti-45 est une moyenne des deux autres directions. On remarque que les coefficients d'écrouissage des deux parties du modèle sont compris entre les valeurs respectives de ces deux paramètres pour les deux autres directions d'éprouvettes. Les valeurs des contraintes d'écoulement ne peuvent être comparées directement car elles sont influencées par la valeur du coefficient α. Les valeurs maximales des écarts relatifs entre les modèle de Ramberg-Osgood et les courbes expérimentales pour les trois directions sont relativement faibles, en particulier pour la direction Ti-45. Les écarts relatifs moyens sont très proches pour les trois directions et sont semblables à ceux obtenus sur les deux autres matériaux.

Comme le montre la figure III.3 - 25 le modèle de Rasmussen modifié est particulièrement bien adapté pour modéliser le comportement mécanique du titane. On remarque que pour les trois directions d'éprouvette, le modèle de Rasmussen modifié reproduit bien l'écrouissage presque linéaire du titane pour les grandes déformations. Cependant, excepté pour la direction transverse, la transition élasto-plastique de la courbe issue du modèle est plus douce que celle de la courbe expérimentale. Malgré une valeur minimale de la fonction objectif plus importante, il n'y a pas de différence notable d'écart entre le modèle théorique et le résultat expérimental pour la direction Ti-45 par rapport aux deux autres directions.

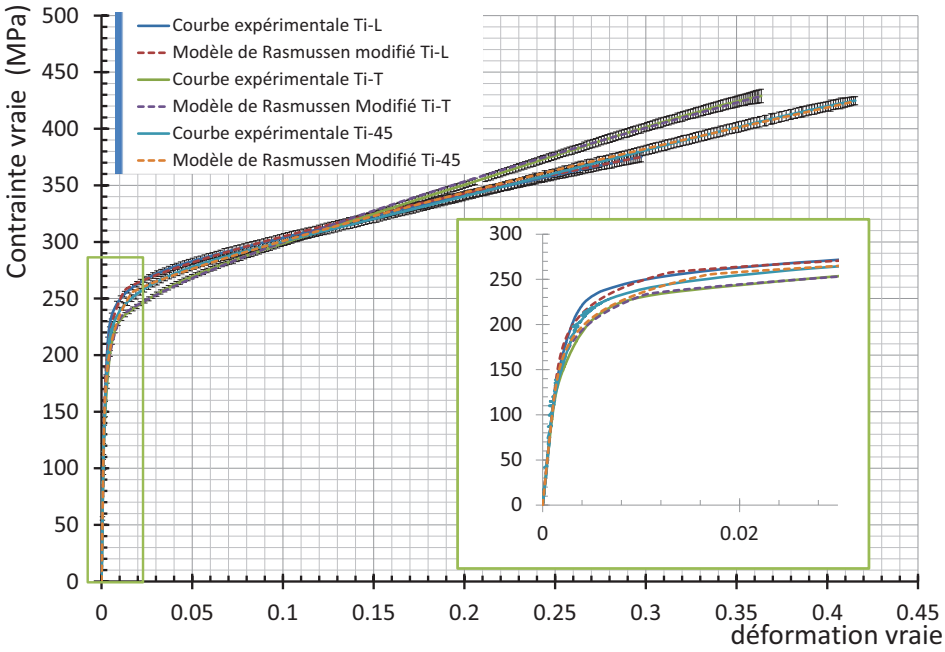


FIGURE III.3 - 25 – Courbes contraintes-déformations construites à partir du modèle de Rasmussen modifié identifié pour le titane à partir des essais de traction macroscopique et celles issues des essais de traction pour les trois directions d'éprouvettes.

	Nombre d'itérations	$J(\underline{x})$	σ_r (MPa)	α	n	m	δ_{max} (%)	$\bar{\delta}$ (%)
Ti-L	74	$2{,}39 \quad 10^{-2}$	257,2	4,28	8,49	1,36	6,5	0,4
Ti-T	72	$2{,}28 \quad 10^{-2}$	223,5	3,8	7,14	1,32	7,5	0,5
Ti-45	47	$1{,}36 \quad 10^{-1}$	255,4	6,05	7,45	1,24	1,2	0,5

TABLE III.3 - g – Résultats de l'identification paramétrique du modèle de comportement du titane suivant les trois directions évaluées à partir des essais de traction macroscopique . $J(\underline{x})$ est la valeur minimale de la fonction objectif, δ_{max} et $\bar{\delta}$ représentent respectivement la valeur de l'écart relatif maximal et l'écart relatif moyen entre le modèle de Ramberg-Osgood et la courbe expérimentale.

Les résultats de l'identification paramétrique des modèles de comportement à partir des essais de traction macroscopique sur les trois matériaux sont satisfaisants. Le modèle de Ramberg-Osgood permet de bien décrire le comportement de l'aluminium et du cuivre et celui de Rasmussen est bien adapté à la description du titane. En effet, les valeurs des écarts relatifs moyen sont inférieur à 1 % pour les trois matériaux. L'algorithme de Levenberg-Marquardt permet de s'approcher du minimum de la fonction objectif en nécessitant relativement peu d'itérations. Ces résultats nous permettent de valider le choix de chaque couple matériau-modèle de comportement ainsi que l'utilisation d'un algorithme de Levenberg-Marquardt pour résoudre ce cas simple. Nous allons maintenant décrire la méthode et les résultats de l'identification des modèles de comportement à partir des essais d'indentation instrumentée.

III.4 Identification des paramètres des modèles de comportement à partir des essais d'indentation instrumentée

Le processus général d'identification est similaire à celui utilisé pour l'identification paramétrique des modèles de comportement à partir d'essai de traction montré sur la figure III.3 - 22, à la différence que le modèle de l'essai n'est plus analytique mais numérique. En effet la complexité des champs de contraintes et de déformations sous le poinçon ne permet pas une résolution simple du problème d'indentation. Nous résolvons ce problème en utilisant une simulation par éléments finis. Les modèles utilisés sont ceux décrits en III.1.3. L'identification des modèles de comportement a été menée sur les trois matériaux avec deux types de poinçons différents. Nous allons dans un premier temps décrire la méthode générale et les difficultés rencontrées qui sont communes aux deux poinçons. Dans un deuxième temps, nous décrirons les spécificités inhérentes à chacun des poinçons. Pour finir, nous présenterons les résultats obtenus sur chacun des matériaux.

III.4.1 Présentation de la méthode d'identification

La méthode s'appuie sur la résolution du problème inverse d'identification des paramètres du modèle de comportement du matériau évalué à partir de l'essai d'indentation instrumentée. Les entrées et les paramètres nécessaires à la résolution de ce problème inverse sont les courbes de chargement directement extraites de l'essai, le modèle de comportement choisi pour le matériau à évaluer associé à un jeu de paramètres initiaux et le modèle éléments finis de l'essai.

III.4.1.1 Paramètres à évaluer

Le modèle de Ramberg-Osgood et le modèle de Rasmussen modifié que nous avons choisis pour représenter les matériaux à évaluer sont des modèles élasto-plastiques comportant respectivement 4 et 7 paramètres indépendants. Ces deux modèles possèdent pour paramètre le module d'élasticité du matériau à évaluer. Comme cela a été évoqué dans le chapitre 1, il peut être déterminé avec une précision suffisante en utilisant la pente à la décharge. Les paramètres à évaluer par l'identification paramétrique sont donc au nombre de 3 pour le modèle de Ramberg-Osgood et de 7 pour le modèle de Rasmussen. Lors d'un essai d'indentation, la courbe de déchargement est principalement régie par l'élasticité du matériau. Nous n'avons donc pris en compte que la courbe de chargement comme entrée de l'identification paramétrique.

Le modèle de Ramberg-Osgood et le modèle de Rasmussen écrits dans le cadre général (paramètres α et σ_r), plutôt qu'en utilisant la limite conventionnelle d'élasticité σ_c,

	σ_r (MPa)		n		m		σ_u	
	Min	Max	Min	Max	Min	Max	Min	Max
Ramberg-Osgood	10	350	1,1	60	\			
Rasmussen	10	350	1,1	60	1,1	3	20	850

TABLE III.4 - h – Bornes des paramètres des modèles de Ramberg-Osgood et Rasmussen modifié pour l'identification des modèles de comportement à partir d'essais d'indentation.

sont surjectifs. En effet pour un même modèle de comportement, tous les autres paramètres des modèles étant identiques, il existe une infinité de couples $(\alpha,\ \sigma_r)$ qui donneront le même résultat. Dans ce cas, la solution du problème inverse d'identification n'est pas unique. Afin d'assurer l'unicité de la solution, nous utilisons les modèles de Ramberg-Osgood et de Rasmussen écrits dans le cas d'une limite conventionnelle d'élasticité.

Dans le modèle de Rasmussen, les paramètres σ_u et ε_u représentent respectivement la contrainte ultime et la déformation qui y est associée. Pour un essai de traction, ces valeurs sont directement lues sur la courbe contrainte-déformation. Il est cependant impossible d'évaluer une contrainte ultime pour des matériaux ductiles par un essai d'indentation. Dans le problème inverse d'identification, nous choisissons de considérer le couple $(\varepsilon_u,\ \sigma_u)$ comme un couple contrainte-déformation représentatif du matériau. De la même manière que pour les paramètres α et σ_r, il existe une infinité de couples $(\varepsilon_u,\ \sigma_u)$ qui donneront le même comportement, tous les autres paramètres étant les mêmes, et il n'existe donc pas de solution unique au problème inverse d'identification. Afin d'assurer l'unicité de la solution, nous choisissons arbitrairement de prendre $\varepsilon_u = 0{,}25$. Cela revient à dire que nous prenons σ_u comme étant la contrainte pour une déformation totale égale à $25\,\%$.

Les bornes des différents paramètres des modèles de Ramberg-Osgood ont été choisies pour permettre la description des matériaux rencontrés dans cette étude. Ces bornes sont données pour les deux modèles dans le tableau III.4 - h.

III.4.1.2 Paramètres initiaux

Comme le montre la figure III.3 - 22, la procédure d'identification nécessite de choisir un jeu de paramètres initiaux. Si le problème ne présente pas de minima locaux et qu'il n'est pas fortement non-linéaire, le choix du jeu initial de paramètres n'a pas d'influence significative sur la résolution du problème. Cependant, dans notre cas, le problème inverse d'identification présente des minima locaux. Comme nous utilisons un algorithme de descente sensible à ce type de problème, il est nécessaire de choisir les valeurs initiales des paramètres au plus proche des valeurs que nous nous attendons à trouver. Dans l'optique de développer un outil de caractérisation robuste ne nécessitant pas une expérience importante à priori du comportement du matériau, nous avons mis au point une procédure

permettant de déterminer un jeu initial de paramètres relativement proche du minimum global avant de lancer la procédure d'identification.

Cette procédure est basée sur la recherche par une méthode aléatoire stochastique de type Monte-Carlo d'un jeu de paramètres se rapprochant du minimum global. Des jeux de paramètres sont tirés au hasard dans l'espace de recherche défini et la fonction objectif est calculée de la même manière que pour la procédure d'identification. Cette méthode a déjà été utilisée avec succès pour l'identification de modèles de comportement en grandes déformations [Sattouf 03]. Le nombre de tirages est défini arbitrairement en fonction du nombre de paramètres à évaluer. Plusieurs itérations nous ont conduits à fixer le nombre de tirages à réaliser à 2^i, où i représente le nombre de paramètres à évaluer. Nous avons aussi défini un nombre minimum de tirages égal à 16 si le nombre de paramètres à évaluer est inférieur à 4.

III.4.1.3 Modèle éléments finis et définition de la fonction objectif

Les modèles utilisés pour calculer la réponse numérique du système sont ceux décrits en III.1.3. La pénétration maximale du poinçon dans la matière est directement mesurée sur la courbe de chargement en fonction de la pénétration du poinçon. Pour les deux modèles, le poinçon est piloté en déplacement jusqu'à la profondeur maximale de pénétration expérimentale. La courbe de chargement est enregistrée à la fin de la simulation. Les valeurs expérimentales et numériques sont ramenées sur une même base de déplacement pour pouvoir construire le vecteur écart $\underline{e}$. Les données expérimentales et numériques utilisées pour construire le vecteur écart sont :

— l'écart normé entre la courbe expérimentale P^{exp} et la courbe simulée P^{EF} pondéré d'un poids ω_e,
— l'écart normé entre la charge maximale expérimentale P^{exp}_{max} et la charge maximale simulée P^{EF}_{max} pondéré d'un poids ω_m .

Pour un vecteur de paramètres à identifier $\underline{x}$, le vecteur écart $\underline{e}(\underline{x})$ est construit de la manière suivante :

$$\underline{e}(\underline{x}) = \quad a_1(\underline{x}), \ldots, a_i(\underline{x}), \ldots, a_n(\underline{x}), b_1(\underline{x}), \ldots, b_i(\underline{x}), \ldots, b_n(\underline{x}) \tag{III.4.1}$$

où :

$$\begin{cases} a_i(\underline{x}) = \omega_e \dfrac{P_i^{EF}(\underline{x}) \quad P_i^{exp}}{P_i^{exp}} \\ b_i(\underline{x}) = \omega_m \dfrac{P_{max_i}^{EF}(\underline{x}) \quad P_{max_i}^{exp}}{P_{max_i}^{exp}} \end{cases}$$

La fonction objectif $J(\underline{x})$ est la norme euclidienne du vecteur écart :

$$J(\underline{x}) = \quad \underline{e} \tag{III.4.2}$$

La rugosité de l'éprouvette, la présence d'un écrouissage superficiel et les défauts de pointe peuvent avoir une influence importante sur les premiers stades du chargement. Afin de la limiter, les 10 premiers pour cent de la courbe de chargement ne sont pas pris en compte dans le calcul de la fonction objectif. À la charge maximale, ces effets de surface ont beaucoup moins d'impact et le volume de matière sollicitée est plus important, ce qui limite la dispersion sur ces mesures. C'est pourquoi nous utilisons l'écart entre les charges maximales en plus de l'écart entre les courbes pour construire la fonction objectif.

Les critères de convergence que nous avons choisis pour arrêter l'algorithme de Levenberg-Marquardt sont les suivants :

— la valeur de la fonction objectif est inférieure à $1 \quad 10^{\ 4}$,
— l'évolution de la valeur de la fonction objectif entre deux itérations est inférieure à $1 \quad 10^{\ 4}$.

III.4.2 Identification à partir de l'essai Brinell

Le poinçon Brinell est un poinçon sphérique. Comme nous l'avons évoqué en I.3.6.3, cette géométrie est intéressante pour l'étude du comportement plastique des matériaux car, contrairement aux poinçons autosimilaires, elle permet de décrire l'ensemble de la courbe contrainte-déformation.

L'identification a été menée à partir des essais Brinell réalisés avec une bille de un millimètre de diamètre sur l'aluminium, le cuivre et le titane. Les valeurs des pondérations ω_e et ω_m ont été déterminées de telle manière que les données expérimentales dont nous sommes le plus sûr, soit la valeur de pénétration à la charge maximale, aient un poids plus important dans l'algorithme de minimisation. Nous avons donc choisi $\omega_e = 1$ et $\omega_m = 2$. La pertinence de ces valeurs a ensuite été validée par quelques essais particuliers.

III.4.3 Identification à partir de l'essai Vickers

Le poinçon Vickers est un poinçon pyramidal. Contrairement au poinçon Brinell, il s'agit d'un poinçon autosimilaire. Nous avons indiqué dans la partie I.3.6.3 qu'une des difficultés de l'identification des modèles de comportement à partir de ce type de poinçon vient du fait que pour un couple poinçon autosimilaire-éprouvette donné, le résultat macroscopique de l'essai d'indentation sera un couple $(\varepsilon_T,\ \sigma_T)$ caractéristique quelque soit la profondeur d'indentation. De plus Cheng et Cheng, Venkatesh *et al.* et Tho *et al.* ont montré la non unicité de la solution du problème inverse d'identification du mo-

dèle de comportement à partir d'essais d'indentation avec un poinçon auto-similaire [Cheng 99, Venkatesh 00, Tho 04]. Afin de rendre la solution unique, il est nécessaire d'ajouter des entrées ou données expérimentales au problème d'identification.

Certains auteurs préconisent de réaliser des essais avec des poinçons autosimilaires de géométries différentes et de coupler les résultats [Chollacoop 03, Kermouche 08, Gamonpilas 07]. Il est ainsi possible en utilisant deux géométries de poinçon d'obtenir deux points de la courbe contrainte déformation et donc d'être capable de la reconstruire entièrement. Il existe cependant plusieurs inconvénients à cette méthode :

— le nombre d'essais et le nombre de simulations sont multipliés par le nombre de pointes à tester,
— il est nécessaire d'approvisionner plusieurs géométries de poinçon et de les calibrer,
— dans les cas où la dimension de l'éprouvette est petite (micro-électronique par exemple), la surface nécessaire peut être trop importante.

Une autre solution consiste à utiliser une donnée expérimentale supplémentaire se rapportant au bourrelet caractéristique des essais d'indentation sur matériaux métalliques ductiles. Bocciarelli *et al.* utilisent comme donnée supplémentaire la topographie de la surface autour de l'empreinte [Bocciarelli 05, Bolzon 09]. Il est alors nécessaire de modéliser l'essai en 3 dimensions, ce qui est très coûteux en temps de calcul. Moy et Matsuda ont préféré utiliser la hauteur de bourrelet maximale après retrait du poinçon [Matsuda 02, Moy 11]. C'est cette solution que nous avons choisie car elle permet de conserver l'axisymétrie de la modélisation et elle est très simple à mettre en œuvre à l'échelle macroscopique. Cependant comme nous l'avons indiqué en III.1.2, le poinçon Vickers n'étant pas axisymétrique, la forme du bourrelet ne l'est pas non plus. Nous avons donc utilisé la hauteur maximale de bourrelet équivalente $\overline{h}_{b_{max}}$ pondérée d'un poids ω_b comme entrée supplémentaire du problème d'identification inverse. Le vecteur écart $\underline{e}(\underline{x})$ dans le cas d'essais réalisés avec un poinçon Vickers s'écrit donc :

$$\underline{e}(\underline{x}) = \quad a_1(\underline{x}), \ldots, a_i(\underline{x}), \ldots, a_n(\underline{x}), b_1(\underline{x}), \ldots, b_i(\underline{x}), \ldots, b_n(\underline{x}), c_1(\underline{x}), \ldots, c_i(\underline{x}), \ldots, c_n(\underline{x}) \tag{III.4.3}$$

où :

$$\begin{cases} a_i(\underline{x}) = \omega_e \dfrac{P_i^{EF}(\underline{x}) \quad P_i^{exp}}{P_i^{exp}} \\ b_i(\underline{x}) = \omega_m \dfrac{P_{max_i}^{EF}(\underline{x}) \quad P_{max_i}^{exp}}{P_{max_i}^{exp}} \\ c_i(\underline{x}) = \omega_b \dfrac{h_{b_i}^{EF}(\underline{x}) + h_{b_i}^{exp}}{h_{b_i}^{exp}} \end{cases}$$

La fonction objectif $J(\underline{x})$ est la norme euclidienne du vecteur écart $\underline{e}(\underline{x})$:

$$J(\underline{x}) = \quad \underline{e} \tag{III.4.4}$$

Les valeurs des pondérations ω_e, ω_m et ω_b ont été déterminées de manière à ce que la hauteur de bourrelet ait un poids équivalent à ceux correspondant à la courbe de chargement. Ces valeurs sont donc respectivement 1, 1 et 2.

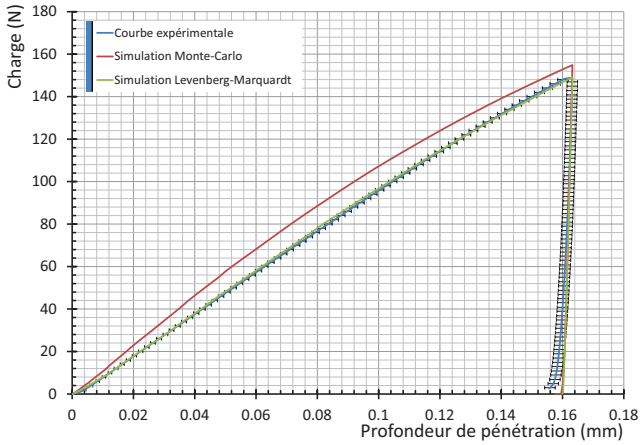
III.4.4 Résultats de l'identification paramétrique sur l'aluminium

Le modèle de comportement choisi pour modéliser l'aluminium est celui de Ramberg-Osgood. Le module d'élasticité ayant été identifié précédemment, les paramètres du modèle à évaluer sont donc la limite conventionnelle d'élasticité $\sigma_{0,2}$ et le coefficient d'écrouissage n. Le coefficient de Poisson utilisé pour la modélisation a été pris égal à $0{,}36$.

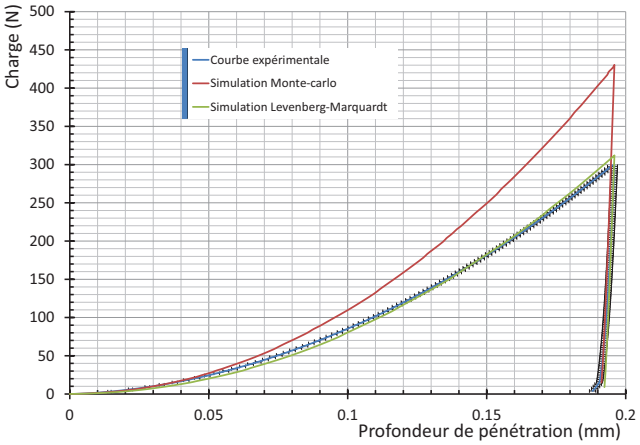
Les valeurs initiales et finales de la fonction objectif ainsi que le nombre d'itérations de l'algorithme de Levenberg-Marquardt nécessaires pour y parvenir sont présentés dans le tableau III.4 - i. La valeur initiale de la fonction objectif correspond à la valeur minimale trouvée en utilisant la méthode de Monte-Carlo. On remarque que l'utilisation de l'algorithme de Levenberg-Marquardt permet dans ces deux cas de réduire fortement la valeur de la fonction objectif par rapport à sa valeur initiale. Il est aussi notable que la valeur finale de la fonction coût dans le cas de l'utilisation du poinçon Vickers est supérieure à celle obtenue dans le cas du poinçon Brinell.

Les figures III.4 - 26a et III.4 - 26b montrent les courbes d'indentation expérimentales et simulées pour les deux types de poinçon Brinell et Vickers. En accord avec les valeurs des fonctions objectifs associées, on remarque que la différence entre les courbes expérimentales et simulées dans le cas du poinçon Brinell est moins importante que dans le cas du poinçon Vickers. L'écart entre les courbes reste tout de même faible dans le cas du poinçon Vickers.

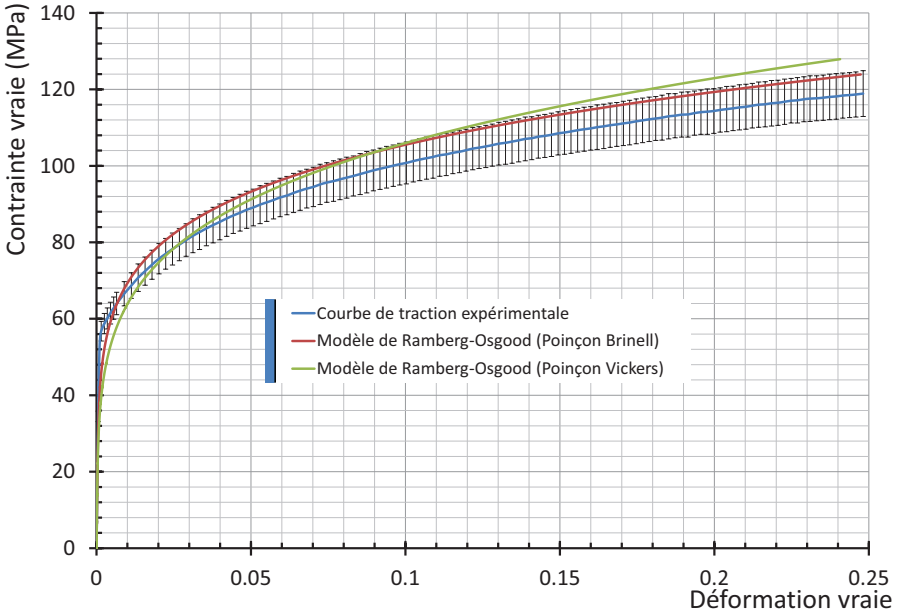
Le tableau III.4 - i donne les valeurs des paramètres identifiées à partir des essais Brinell et Vickers en comparaison avec celles identifiées à partir de l'essai de traction. Comme nous l'avons évoqué précédemment, pour le modèle de Ramberg-Osgood écrit sous sa forme générale, il n'est pas pertinent de comparer simplement les limites d'élasticité σ_r car elles sont influencées par la valeur de α, il faut donc évaluer les couples $(\sigma_r,\ \alpha)$. Afin de pouvoir comparer les résultats de l'identification à partir de l'essai de traction et d'indentation instrumentée, nous avons calculé pour le couple $(\sigma_r,\ \alpha)$ issu de l'essai de traction la limite conventionnelle d'élasticité $\sigma_{0,2}$. Les courbes de traction déduites des modèles de Ramberg-Osgood identifiés à partir des deux types de poinçon sont comparées à la courbe expérimentale issue des essais de traction macroscopique sur la figure III.4 - 26c.



(a) Courbes de chargement-déchargement expérimentale et simulées à partir des meilleurs résultats obtenus par la méthode de Monte-Carlo et par l'algorithme de Levenberg-Marquardt pour un poinçon Brinell.



(b) Courbes de chargement-déchargement expérimentale et simulées à partir des meilleurs résultats obtenus par la méthode de Monte-Carlo et par l'algorithme de Levenberg-Marquardt pour un poinçon Vickers.



(c) Courbes de traction expérimentale et construites à partir des modèles de Ramberg-Osgood identifiés pour les deux types de poinçon.

FIGURE III.4 - 26 – Résultats des résolutions inverses des problèmes d'identification du modèle de comportement de l'aluminium à partir d'essais d'indentation Brinell et Vickers.

	Nombre d'itérations	Fonction objectif initiale	Fonction objectif finale	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	n
Poinçon Brinell	51	1,63	1,01 10 ^{1}	53	5,7
Poinçon Vickers	19	12,2	1,28	46	4,7
Traction				50	5,7

TABLE III.4 - i – Résultats des résolutions inverses des problèmes d'identification du modèle de comportement de l'aluminium à partir d'essais d'indentation Brinell et Vickers.

Poinçon Brinell

Le modèle identifié à partir de l'essai Brinell se trouve à la limite supérieure de l'intervalle de confiance de la courbe expérimentale. On remarque que le modèle identifié est une homothétie de la courbe expérimentale décalée vers des valeurs supérieures de contraintes, ce qui se traduit par un écart constant entre les courbes. Cela indique que le coefficient d'écrouissage est correctement évalué et que l'écart provient d'une légère surestimation de la valeur de la limite conventionnelle d'élasticité $\sigma_{0,2}$. Les valeurs des paramètres identifiées sont très proches des résultats obtenus lors de l'identification sur l'essai de traction. L'écart relatif faite sur la contrainte pour une déformation de $20\,\%$ est de $4{,}9\,\%$ et l'écart relatif moyen vaut $4{,}6\,\%$. Le temps nécessaire pour réaliser l'identification est de 16 heures.

Poinçon Vickers

Le modèle identifié à partir de l'essai Vickers présente une courbure différente de celle de la courbe expérimentale. En effet le modèle identifié se trouve au dessous de la courbe expérimentale tant que la déformation est inférieure à $2\,\%$ puis passe au dessus. L'écart entre les deux courbes s'accroit constamment lorsque la déformation devient plus importante. Ce comportement traduit une sous évaluation du coefficient d'écrouissage associée à une sous évaluation de la limite conventionnelle d'élasticité qui est visible sur le tableau III.4 - i. L'écart relatif faite sur la contrainte pour une déformation de $20\,\%$ est de $7{,}5\,\%$ et l'écart relatif moyen vaut $5{,}8\,\%$. Le temps nécessaire pour réaliser l'identification est de 7 heures.

Afin d'évaluer l'influence du coefficient de Poisson sur l'identification des paramètres, des identifications avec les poinçons Brinell et Vickers ont été réalisées sur l'aluminium en prenant une valeur de $0{,}33$, contre $0{,}36$ initialement. Les courbes construites à partir des identifications sont montrées sur la figure III.4 - 27. Dans le cas de l'essai Vickers, les erreurs relatives sur la contrainte conventionnelle d'élasticité $\sigma_{0,2}$ et sur le coefficient d'écrouissage n sont toutes les deux égales à $2\,\%$ et les deux courbes se superposent sans différence visible. En ce qui concerne l'essai Brinell, la différence est plus importante sur les paramètres : une écart relatif de $6\,\%$ sur $\sigma_{0,2}$ et de $9\,\%$ sur n. Cependant, la différence entre les courbes est suffisamment faible pour pouvoir se contenter des valeurs des coefficients de Poisson issues de la bibliographie pour l'identification du modèle de comportement à partir d'essais d'indentation instrumentée.

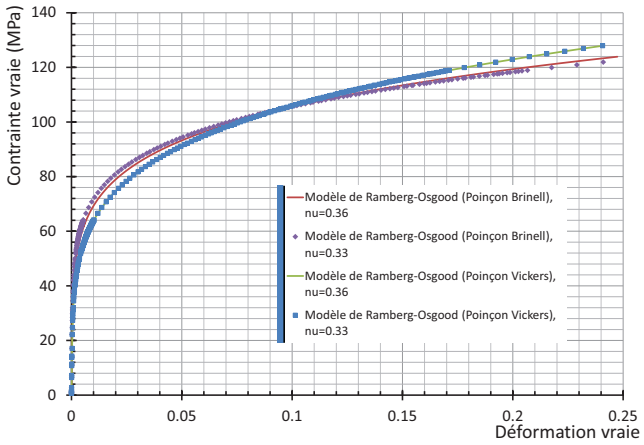


FIGURE III.4 - 27 – Influence de la valeur du coefficient de Poisson sur l'identification du modèle de comportement de l'aluminium

III.4.5 Résultats de l'identification paramétrique sur le cuivre

Le comportement choisi pour modéliser le cuivre est celui de Ramberg-Osgood. Les paramètres du modèle à évaluer sont la limite conventionnelle d'élasticité $\sigma_{0,2}$ et le coefficient d'écrouissage n. Le coefficient de Poisson utilisé pour la modélisation a été pris égal à $0{,}35$.

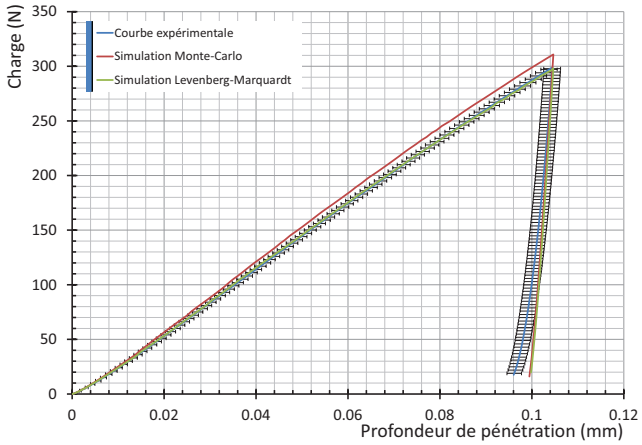
Les valeurs initiales et finales de la fonction objectif ainsi que le nombre d'itérations de l'algorithme de Levenberg-Marquardt nécessaires pour parvenir à la valeur finale sont présentés dans le tableau III.4 - j. Comme pour l'aluminium, la valeur initiale correspond à la valeur minimale de la fonction objectif en utilisant la méthode de Monte-Carlo.

Les figures III.4 - 28a et III.4 - 28b montrent les courbes d'indentation expérimentales et simulées pour les poinçons Brinell et Vickers. Pour les deux types de poinçon, la différence entre les courbes d'indentation simulée et expérimentale sont très faibles.

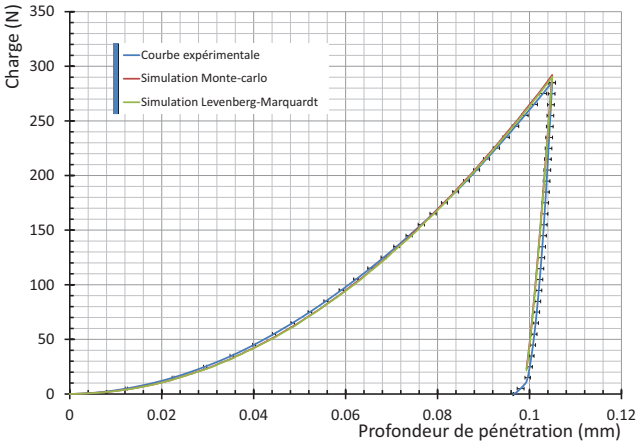
Le tableau III.4 - j donne les valeurs des paramètres identifiés à partir des essais Brinell et Vickers en comparaison avec les résultats de l'identification à partir des résultats de traction macroscopique. De la même manière que pour l'aluminium, la contrainte conventionnelle d'élasticité $\sigma_{0,2}$ a été calculée afin de pouvoir comparer les résultats des différentes identifications. Les courbes contrainte-déformation en traction déduites des modèles de Ramberg-Osgood pour ces valeurs de paramètres sont comparées à la courbe expérimentale issue des essais de traction macroscopique sur la figure III.4 - 28c.

Poinçon Brinell

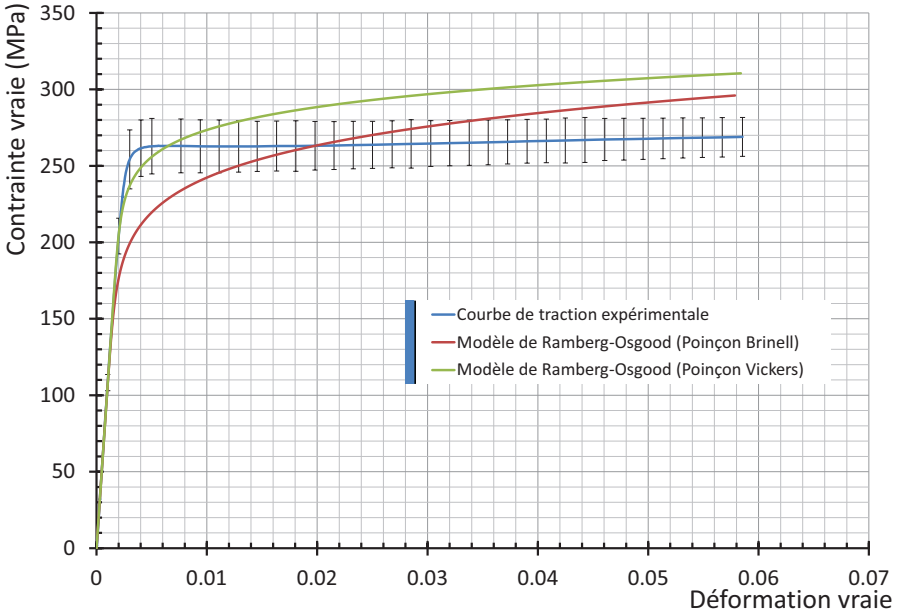
Le modèle identifié à partir de l'essai Brinell ne reproduit pas de manière satisfaisante le comportement du cuivre. Le détachement de la courbe au niveau de la transition élasto-plastique se fait pour une contrainte moins importante que pour l'essai de traction ce qui traduit une sous-estimation de la limite d'élasticité $\sigma_{0,2}$. Le comportement plastique du



(a) Courbes de chargement-déchargement expérimentale et simulées à partir des meilleurs résultats obtenus par la méthode de Monte-Carlo et par l'algorithme de Levenberg-Marquardt pour un poinçon Brinell.



(b) Courbes de chargement-déchargement expérimentale et simulées à partir des meilleurs résultats obtenus par la méthode de Monte-Carlo et par l'algorithme de Levenberg-Marquardt pour un poinçon Vickers.



(c) Courbes de traction expérimentale et construites à partir des modèles de Ramberg-Osgood identifiés pour les deux types de poinçon.

FIGURE III.4 - 28 – Résultats des résolutions inverses des problèmes d'identification du modèle de comportement du cuivre à partir d'essais d'indentation Brinell et Vickers.

	Nombre d'itérations	Fonction objectif initiale	Fonction objectif finale	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	n
Poinçon Brinell	51	$6{,}5 \quad 10^{1}$	$7{,}3 \quad 10^{2}$	211	9,8
Poinçon Vickers	10	$7{,}7 \quad 10^{1}$	$7{,}5 \quad 10^{1}$	251	15,9
Traction				252	50

TABLE III.4 - j – Résultats des résolutions inverses des problèmes d'identification du modèle de comportement du cuivre à partir d'essais d'indentation Brinell et Vickers.

cuivre se rapproche d'un seuil lors des essais de traction. Ce comportement n'est pas celui du modèle identifié qui présente une pente d'écrouissage assez importante introduite par une sous-estimation du coefficient d'écrouissage n. L'écart relatif faite sur la contrainte pour une déformation de $5\,\%$ vaut $9\,\%$ et l'écart relatif moyen vaut $6{,}8\,\%$. Le temps nécessaire pour réaliser l'identification est de 38 heures.

Poinçon Vickers

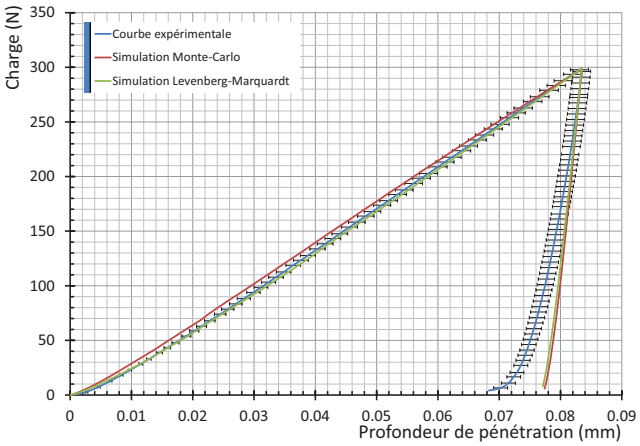
Le modèle identifié à partir de l'essai Vickers ne reproduit pas de manière satisfaisante le comportement du cuivre. De la même manière que pour l'identification à partir de l'essai Brinell, le coefficient d'écrouissage n est sous-estimé. Par contre, la limite d'élasticité est elle bien évaluée. L'écart relatif faite sur la contrainte pour une déformation de $5\,\%$ vaut $15\,\%$ et l'écart relatif moyen vaut $10{,}8\,\%$. Le temps nécessaire pour réaliser l'identification est de 6 heures.

III.4.6 Résultats de l'identification paramétrique sur le titane

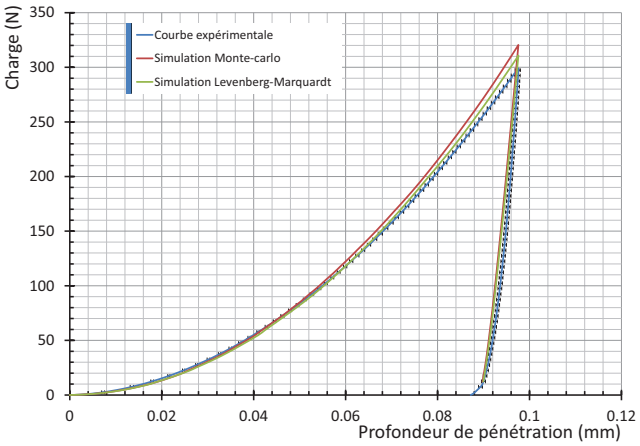
Le modèle de comportement choisi pour modéliser le titane est celui de Rasmussen. Le module d'élasticité ayant été identifié précédemment, les paramètres du modèle à évaluer sont donc la limite conventionnelle d'élasticité $\sigma_{0,2}$, le coefficient d'écrouissage de la première partie du modèle n, la contrainte représentative de la deuxième partie du modèle σ_u et le coefficient d'écrouissage de la deuxième partie du modèle m. Le coefficient de Poisson utilisé pour la modélisation a été pris égal à $0{,}33$. Le modèle de comportement choisi pour modéliser le titane est celui de Rasmussen. Le module d'élasticité ayant été identifié précédemment, les paramètres du modèle à évaluer sont donc la limite conventionnelle d'élasticité $\sigma_{0,2}$, le coefficient d'écrouissage de la première partie du modèle n, la contrainte représentative de la deuxième partie du modèle σ_u et le coefficient d'écrouissage de la deuxième partie du modèle m. Le coefficient de Poisson utilisé pour la modélisation a été pris égal à $0{,}33$.

Les valeurs initiales et finales de la fonction objectif ainsi que le nombre d'itérations de l'algorithme de Levenberg-Marquardt nécessaires pour parvenir à la valeur finale sont présentés dans le tableau III.4 - k. Comme pour les autres matériaux, la valeur initiale correspond à la valeur minimale de la fonction objectif en utilisant la méthode de Monte-Carlo. On remarque que les valeurs finales des fonctions objectifs pour les deux types de poinçons sont relativement proches.

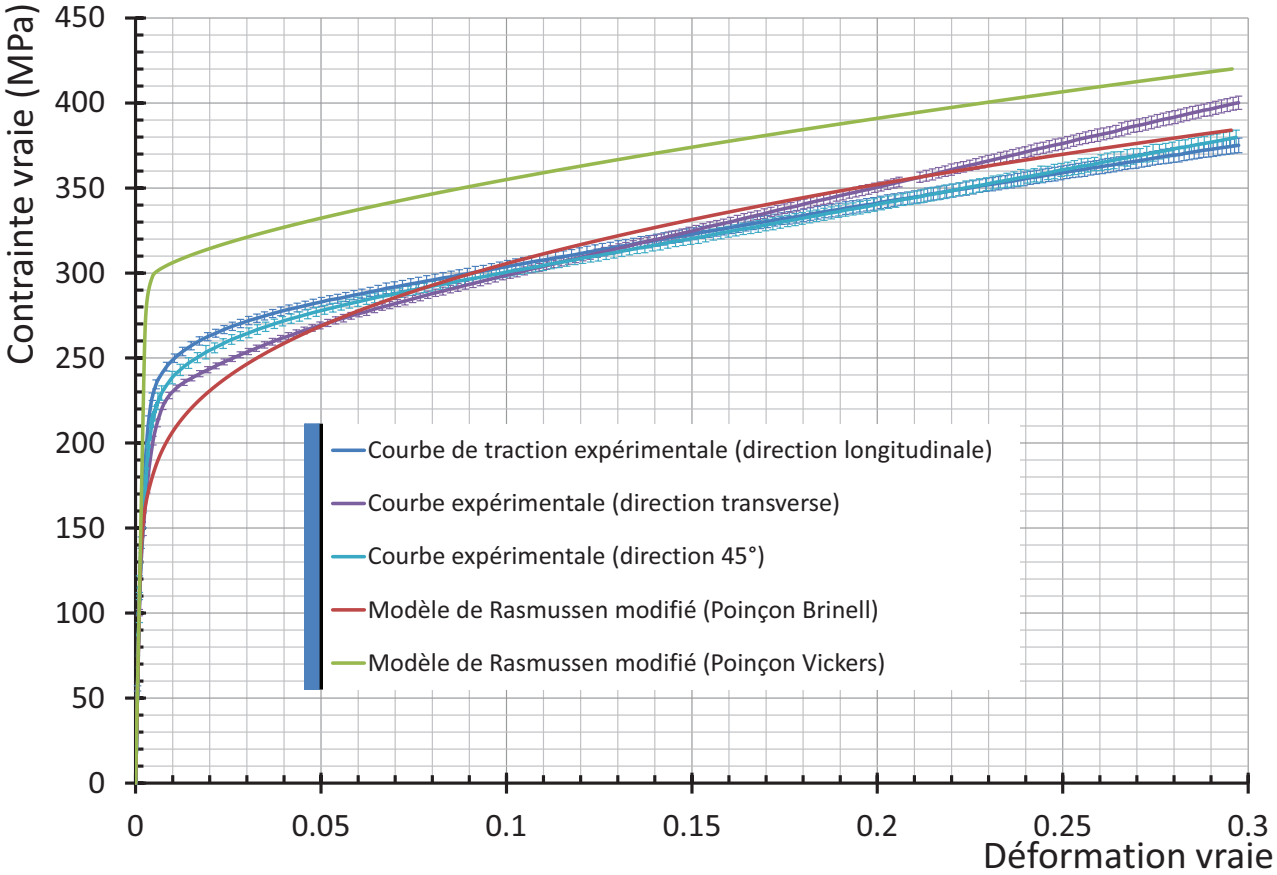
Les figures III.4 - 29a et III.4 - 29b montrent les courbes d'indentation expérimentales et simulées pour les deux types de poinçons. Dans le cas du poinçon Brinell, les courbes expérimentales et simulées se superposent très bien. Ce n'est pas le cas pour le poinçon Vickers, pour lequel la courbe simulée suit la courbe expérimentale tant que la profondeur



(a) Courbes de chargement-déchargement expérimentale et simulées à partir des meilleurs résultats obtenus par la méthode de Monte-Carlo et par l'algorithme de Levenberg-Marquardt pour un poinçon Brinell.



(b) Courbes de chargement-déchargement expérimentale et simulées à partir des meilleurs résultats obtenus par la méthode de Monte-Carlo et par l'algorithme de Levenberg-Marquardt pour un poinçon Vickers.



(c) Courbes de traction expérimentale et construites à partir des modèles de Ramberg-Osgood identifiés pour les deux types de poinçon.

FIGURE III.4 - 29 – Résultats des résolutions inverses des problèmes d'identification du modèle de comportement du titane à partir d'essais d'indentation Brinell et Vickers.

	Nombre d'itérations	Fonction objectif initiale	Fonction objectif finale	$\sigma_{0,2}$ MPa	σ_u MPa	n	m
Poinçon Brinell	29	7,9 10 ^{1}	1,6 10 ^{1}	173	370	9,6	2,57
Poinçon Vickers	18	1,74	8,9 10 ^{1}	297	407	28,8	1,5
Traction L				212	359	8,5	1,4
Traction T				191	376	7,1	1,3
Traction 45 $^{\circ}$				196	361	7,5	1,2

TABLE III.4 - k – Résultats des résolutions inverses des problèmes d'identification du modèle de comportement du titane à partir d'essais d'indentation Brinell et Vickers en comparaison avec les résultats de l'identification à partir des essais de traction. Afin de pouvoir comparer les différentes valeurs de σ_u, une contrainte ultime du modèle de Rasmussen modifié ε_u unique de $0{,}25$ est considérée.

de pénétration est inférieure à $0{,}65$ mm, les deux courbes divergent ensuite et la courbe simulée se trouve nettement au dessus de la courbe expérimentale.

Le tableau III.4 - k présente les valeurs des paramètres du modèle de Rasmussen modifié identifiées à partir des deux types de poinçon et celles issues de l'identification à partir des essais de traction uni-axiale. Comme pour l'aluminium et le cuivre, la limite conventionnelle d'élasticité $\sigma_{0,2}$ a été calculée pour les résultats issus des essais de traction afin de pouvoir la comparée avec le résultat de l'identification à partir de l'essai d'indentation. De même, la contrainte ultime σ_u du modèle identifié à partir de l'essai de traction a été calculée pour une déformation ultime ε_u égale à $0{,}25$. Les courbes de traction construites à partir du modèle de Rasmussen pour les deux poinçons sont comparées aux courbes expérimentales issues des essais de traction macroscopiques pour les trois directions d'éprouvette sur la figure III.4 - 29c.

Poinçon Brinell

Les paramètres du modèle de Rasmussen identifiés reproduisent bien le comportement du matériau pour les déformations supérieures à $3\,\%$. Une légère surévaluation du paramètre m se traduit par un écrouissage moins linéaire que celui des courbes issues des essais de traction. La transition élasto-plastique moins rapide que celle de la courbe de traction expérimentale est induite par une surévaluation du coefficient n associée à une sous évaluation de la limite conventionnelle d'élasticité σ_c.

L'écart relatif faite sur la contrainte pour une déformation de $20\,\%$ est de $3\,\%$ par rapport au sens Ti-L et Ti-45 et est inférieure à $1\,\%$ par rapport au sens Ti-45. Les écarts relatifs moyens pour les directions d'éprouvettes Ti-L, Ti-T et Ti-45 valent respectivement $3{,}9\,\%$, $2{,}2\,\%$ et $4{,}5\,\%$. Il semblerait donc que le comportement identifié à partir de l'essai de l'essai d'indentation soit plus proche de celui des éprouvettes usinées dans la direction

transverse longue par rapport à la direction de laminage. Le temps nécessaire pour réaliser l'identification est de 29 heures.

Poinçon Vickers
Le modèle de Rasmussen identifié à partir de l'essai Vickers donne une courbe décalée des courbes expérimentales de traction vers les valeurs supérieures de contraintes. Ce comportement traduit une bonne détermination des coefficients n et m mais une surévaluation des valeurs de σ_c et σ_u.

L'écart relatif faite sur la contrainte pour une déformation de $20\,\%$ est de $15\,\%$ par rapport à la direction Ti-L et Ti-45 et est égale à $11\,\%$ par rapport à la direction Ti-T. Les écart relatifs moyens pour les directions Ti-L, Ti-T et Ti-45 valent respectivement $16{,}3\,\%$, $16{,}1\,\%$ et $19{,}8\,\%$. Le coefficient d'écrouissage semble plus proche de celui des éprouvette Ti-L et Ti-45 que de celui des éprouvettes Ti-T, malgré un écart relatif pour cette dernière direction moins importante. Le temps nécessaire pour réaliser l'identification est de 3 heures.

Les résultats de l'identification paramétrique de modèle de comportement à partir des essais d'indentation instrumentée sur les trois matériaux met en évidence plusieurs points intéressants :

— pour les trois matériaux, la différence entre la courbe expérimentale d'indentation et la courbe simulé à partir des paramètres optimaux est globalement faible mais est plus importante pour l'essai Vickers que pour l'essai Brinell,
— l'écart relatif moyen entre les modèles identifiés à partir des essais d'indentation par rapport au courbes expérimentales sont, pour tous les matériaux, plus faibles pour l'essai Brinell que pour l'essai Vickers,
— excepté pour le titane, les coefficients d'écrouissage identifiés à partir des essais Brinell sont plus proches de ceux mesurés par traction que ceux identifiés à partir des essais Vickers.

III.5 Analyse et discussion

Les modèles de comportement mécanique de trois matériaux ont été identifiés à partir d'essais d'indentation instrumentée et comparés à des résultats issus d'essais de traction. Deux géométries de poinçons ont aussi été évaluées. La figure III.5 - 30 met en évidence la cohérence des résultats de l'identification inverse pour chacun des matériaux et chacune des géométries de poinçon avec les résultats de l'essai de traction. Nous allons maintenant analyser l'influence des paramètres du système (géométries du poinçon et matériaux) afin de déterminer ceux qui peuvent expliquer les limites des résultats obtenus.

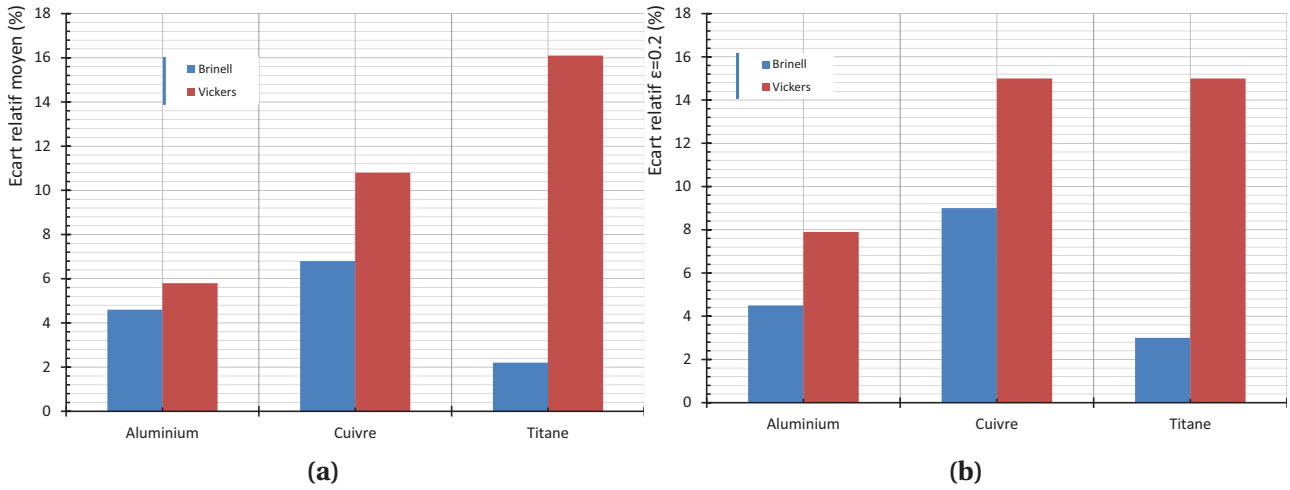


FIGURE III.5 - 30 – Ecart relatif moyen entre le modèle identifié par indentation instrumenté et le résultat de l'essai de traction (a) et écart entre la contrainte identifiée par indentation et par traction pour une déformation de 20 % pour l'aluminium et le titane et de 5 % pour le cuivre (b).

III.5.1 Influence du type de poinçon

Les résultats obtenus à partir de l'identification issue de l'essai d'indentation avec un poinçon Brinell sont dans tous les cas plus proches des courbes issues de l'essai de traction que les résultats déduits de l'identification basée sur l'essai Vickers (figure III.5 - 30).

Les courbes de traction construites à partir des modèles de comportement identifiés par indentation Vickers, montrent généralement un décalage par rapport à la courbe issue des essais de traction vers des valeurs plus importantes de contraintes (*cf.* figures III.4 - 26c, III.4 - 28c et III.4 - 29c). Cela indique que l'écrouissage est généralement bien reproduit mais que la limite élastique est surestimée. Ce comportement peut avoir deux origines :

— afin de construire la courbe d'indentation nous ajoutons comme paramètre d'entrée au modèle d'indentation la hauteur de bourrelet équivalente $\overline{h}_{b_{max}}$. En effet, le poinçon Vickers est autosimilaire, ce qui implique que quelle que soit la profondeur d'indentation, le résultat macroscopique de l'essai d'indentation consiste à ne solliciter la matière qu'à une valeur $(\varepsilon_{as},\ \sigma_{as})$ particulière qui dépend de la géométrie du poinçon et du matériau de l'éprouvette. Cependant, la hauteur de bourrelet équivalente $\overline{h}_{b_{max}}$ qui permet de faire le lien entre la forme réelle du bourrelet autour de l'empreinte du poinçon Vickers et le modèle de simulation axisymétrique ne permet pas de rendre compte de la forme réelle du bourrelet. Afin de pallier ce problème, il pourrait être intéressant d'utiliser le volume total de bourrelet mesuré autour de l'empreinte et le comparer au volume issu de la simulation.

— les résultats de la simulation de l'essai d'indentation avec un poinçon Vickers ont

montré une distorsion importante des éléments se trouvant sous le poinçon. Cette distorsion introduit une erreur sur la simulation qui est sans doute préjudiciable à une identification correcte du modèle de comportement.

III.5.2 Influence du matériau

La figure III.5 - 30 met aussi en évidence que la cohérence du résultat avec ceux des essais de traction varie en fonction du matériau à évaluer. Le tableau III.5 - l récapitule les résultats des caractérisations que nous avons menées sur les trois matériaux ainsi que la cohérence du résultat de l'identification inverse avec les résultats des essais de traction.

	Ecrouissage	Microstructure				Cohérence avec la traction	
		Maille	Taille de grains (μm)	Mécanisme de déformation	Maclage	Brinell	Vickers
Aluminium	Recuit	CFC	10	Dislocations	Non	Bon	Moyen
Cuivre	Ecrouit	CFC	150	Dislocations	Au recuit	Moyen	Mauvais
Titane	Recuit	HC	110	Maclage et dislocations	Après déformation	Bon	Moyen

TABLE III.5 - l – Récapitulatif du niveau d'écrouissage initial, de certains paramètres microstructuraux et de la cohérence entre les résultats de l'identification inverse et les résultats de traction pour chacun des matériaux.

III.5.2.1 Influence de l'écrouissage

L'état métallurgique d'un matériau résulte du traitement thermo-mécanique qu'il a subi précédemment. Dans notre cas, l'aluminium et le titane ont été recuits après le laminage et ne présentent donc pas d'écrouissage original. Cela se traduit par un ratio $\sigma_u/\sigma_{0,2} >> 1$. Ce n'est pas le cas du cuivre qui n'a pas été recuit après le laminage et dont le ratio $\sigma_u/\sigma_{0,2} \quad 1$.

Les résultats de l'identification inverse du cuivre sont plus éloignées de ceux de l'essai de traction que pour les deux autres matériaux, notamment en ce qui concerne l'identification à partir de l'essai Brinell (figure III.5 - 30). Cette différence peut s'expliquer par l'écrouissage initial du cuivre par rapport aux deux autres matériaux. En effet, comme le montre la figure III.5 - 31, l'écrouissage initial réduit fortement la plage de déformation que peut subir un matériau avant rupture, alors que la déformation plastique équivalente déterminée à partir des simulations est de l'ordre de $40\,\%$ pour le poinçon Brinell et est encore plus importante dans le cas du poinçon Vickers. De plus, le cuivre présente

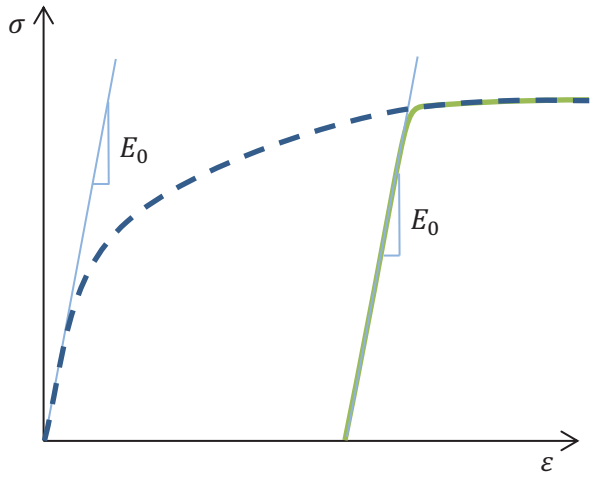


FIGURE III.5 - 31 – Influence sur le comportement du cuivre de l'écrouissage initial. La courbe en pointillé montre le comportement du cuivre non-écroui et la courbe verte celui du cuivre à l'état $\frac{4}{4}$dur.

un écrouissage cinématique qui peut être relativement important [Khan 99]. Nous avons dans la simulation fait l'hypothèse d'un écrouissage isotrope. Cependant, du fait de la triaxialité du champ de contraintes, sous le poinçon cohabitent des contraintes de traction, de compression et de cisaillement. Le type d'écrouissage pourrait donc expliquer en partie ce résultat. Nous n'avons pas pu réaliser des essais de compression et de cisaillement qui auraient pu nous permettre de valider ou non cette hypothèse.

III.5.2.2 Influence des mécanismes de déformation en fonction de de la structure cristalline

Sur les trois matériaux évalués, l'aluminium et le cuivre ont une structure cristalline de type Cubique Face Centrée (CFC) alors que celle du titane est Hexagonale pseudo-Compacte (HC). Bien qu'ils n'aient pas le même type de maille, la cohérence des résultats de l'identification inverse avec les essais de traction macroscopique sur l'aluminium et le titane sont globalement satisfaisant. Par ailleurs, cette cohérence est moins bonne pour le cuivre que pour les deux autres matériaux alors que sa maille cristalline est de même type que celle de l'aluminium. Nous pouvons conclure que le type de mailles (CFC et HC) ne semble par influencer la capacité à identifier le comportement élasto-plastique d'un matériau par une méthode inverse basé sur des essais d'indentation instrumentée.

Du fait du grand nombre de systèmes de glissement activables dans la maille CFC, l'aluminium et le cuivre présentent tous les deux un mode de déformation principal basé sur le glissement des dislocations. Pour le titane, en raison d'un nombre réduit de système de glissements disponibles et de leur mauvaise distribution dans l'espace, un autre mécanisme de déformation qu'est le maclage s'ajoute au glissement des dislocations. La qualité des résultats étant bon pour le titane et pour l'aluminium, on en déduit que le maclage

comme mécanisme de déformation ne semble pas avoir d'influence sur la qualité du résultat du problème d'identification.

Par ailleurs, le cuivre présente quant à lui un maclage créé par un recuit avant l'opération de laminage et la cohérence des résultats de l'identification pour ce matériau avec les résultats de traction n'est pas satisfaisante. La présence de macles dans ce matériau ne peut donc pas expliquer la différence des résultats avec ceux de traction macroscopique car pour le titane qui en présente, cette cohérence est satisfaisante.

III.5.2.3 Influence de la taille de grains

Afin de mettre en évidence l'influence de la taille des grains, il est impératif de la mettre en relation avec le volume de matière sollicité plastiquement au cours de l'essai d'indentation. Le tableau III.5 - m présente le nombre de grains présent dans le volume de matière sollicité plastiquement pour chacun des matériaux lors des différents essais. Comme attendu, le nombre de grains sollicité est fortement variable d'un type d'essai à l'autre pour un même matériau. De plus, les fortes disparités sur les tailles de grains des matériaux étudiés impliquent que le nombre de grains sollicité pour un type d'essai donné fluctue de manière importante en fonction du matériau. L'aluminium, qui présente la plus petit taille de grains (10 µm) présente pour tous les essais un nombre de grains sollicité suffisant pour pouvoir être représentatif. Pour le cuivre qui présente la taille de grains la plus importante, le nombre de grains sollicité plastiquement est d'environ 300 dans le cas de l'essai d'indentation avec le poinçon Vickers. Bien que relativement faible, ce nombre de grains semble suffisamment représentatif pour que l'on puisse considérer que le matériau est évaluée à l'échelle du polycristal et que les résultats puisse être comparés aux résultats des essais de traction macro- et mésoscopique.

Les courbes d'indentations à différentes profondeurs de pénétrations montrent qu'il ne semble pas y avoir d'effet d'échelle sur l'essai d'indentation pour les matériaux à ces

	Volume d'un grain (μm^3)	Poinçon Brinell	Poinçon Vickers	Macro-traction	Méso-traction
Aluminium	$5{,}2 \quad 10^{7}$	$> 100\,000$	$> 100\,000$	$> 100\,000$	$> 100\,000$
Cuivre	$1{,}8 \quad 10^{3}$	850	300	$> 100\,000$	$> 10\,000$
Titane	$5{,}2 \quad 10^{4}$	6 000	1 600	$> 100\,000$	$> 50\,000$

TABLE III.5 - m – Volume moyen des grains pour chacun des matériaux et nombre de grains dans la zone sollicité plastiquement pour les essais d'indentation Brinell et Vickers aux charges maximales calculées à partir des résultats de simulation numérique de l'essai ainsi que le nombre de grains dans la zone utile des éprouvettes de traction macro- et mésoscopique. Pour le calcul du volume moyen, les grains sont considérés comme sphériques et les diamètres sont donnés dans le tableau III.5 - l.

échelles. Il semblerait donc que, pour les tailles de grains étudiées, celles-ci n'interfèrent pas sur la qualité du résultat de l'identification inverse.

L'analyse des influences des facteurs propres au matériau montre que seul l'état métallurgique semble avoir une influence sur les résultats de l'identification inverse d'un modèle de comportement à partir d'essais d'indentation instrumentée. En effet, il semble nécessaire que le matériau soit dans un état recuit pour que les résultats de l'identification soient satisfaisant. De nombreux abaques permettent de relier la dureté Brinell ou Vickers à l'état d'écrouissage des matériaux. Nous proposons donc d'ajouter une étape de validation dans la procédure d'identification, constituée d'un essai Brinell ou Vickers classique, pour s'assurer que le matériau est bien dans un état recuit.

III.6 Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre le développement d'un outil de caractérisation des propriétés élasto-plastiques basé sur des essais d'indentation instrumentée associés à une méthode d'identification paramétrique ainsi que les résultats de la caractérisation de trois matériaux à partir de cet outil. La figure III.6 - 32 est un schéma de la procédure suivie lors de la mise en œuvre de cet outil.

Deux géométries de poinçon ont été évaluées et il apparait que les poinçons sphériques présente des résultats plus proches de ceux obtenus en traction que les poinçons pyramidaux, pour lesquels une donnée supplémentaire qu'est la hauteur de bourrelet est nécessaire. La comparaison des résultats avec ceux d'un essai de référence (traction uni-axiale) et les observations microstructurales ont permis de mettre en avant la robustesse de cet outil qui permet de caractériser des matériaux présentant des modes de déformation et des microstructures différents. Il est cependant nécessaire que le matériau testé soit dans un état recuit et qu'il ne présente pas d'écrouissage initial. Si cette condition est vérifiée, les comportements identifiés par indentation instrumentée et par traction uni-axiale présentent une différence inférieure à 20 %.

Cet outil peut être utilisé tel quel à l'échelle macroscopique dans un contexte industriel car il présente plusieurs avantages par rapport à l'essai de traction :

— facilité de mise en œuvre,
— pas de géométrie d'éprouvette spécifique,
— identification en temps masqué,
— coût relativement faible,
— faible technicité de l'opérateur.

L'outil de caractérisation basé sur l'indentation instrumentée a été validé à l'échelle macroscopique. Cependant, l'objectif final est la caractérisation des propriétés élasto-

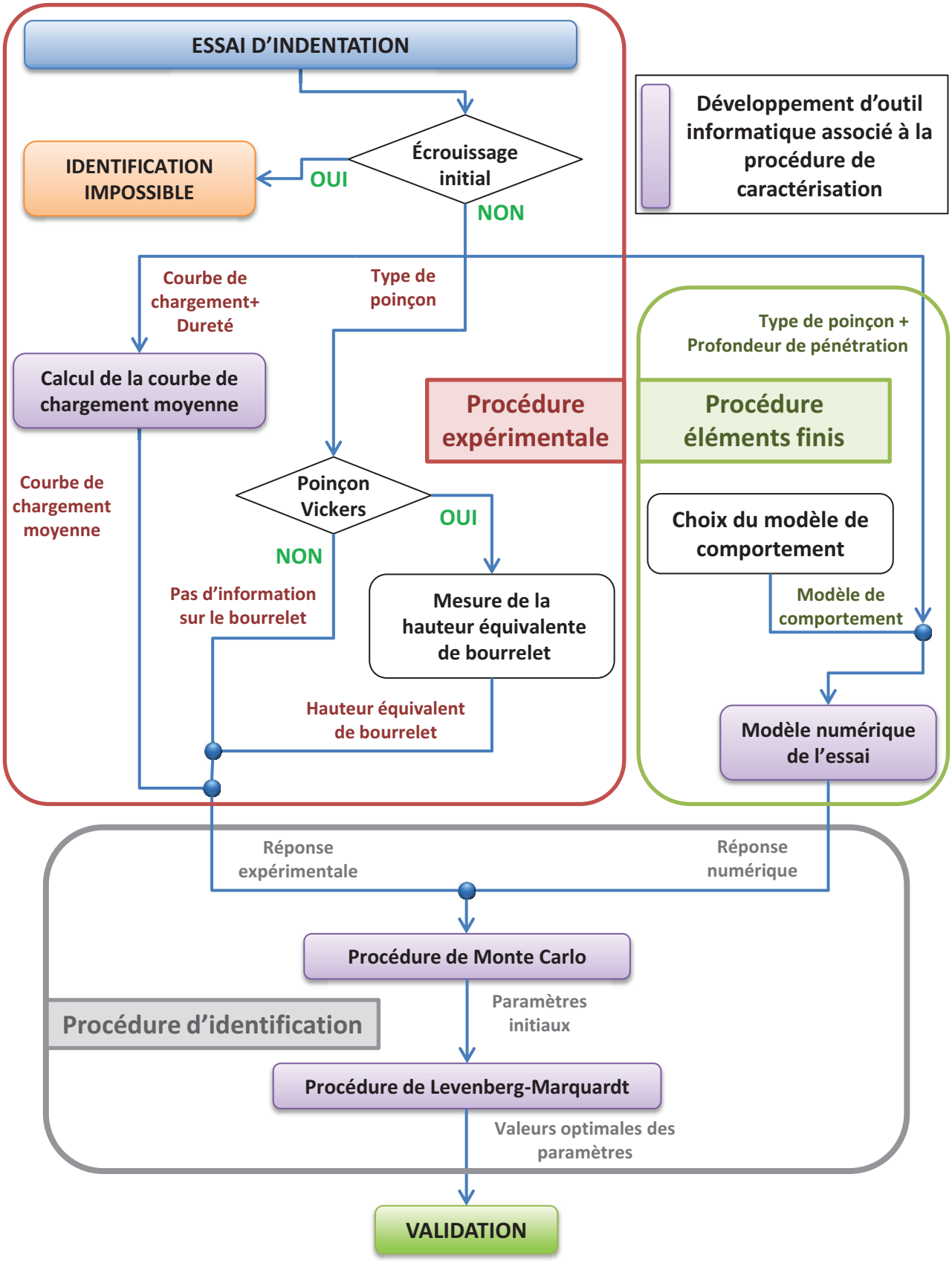


FIGURE III.6 - 32 – Schéma de la procédure d'identification paramétrique du modèle de comportement de matériaux massifs à partir d'essais d'indentation instrumentée.

plastiques de couches minces déposées. Ces dernières n'étant généralement pas écrouies, les résultats obtenues lors de cet études sont encourageants pour l'adaptation de cet outil à la caractérisation des couches minces déposées. Nous allons dans le chapitre suivant présenter la transposition de cet outil à l'échelle des couches minces par la caractérisation du comportement élasto-plastique d'un matériau macroscopique par nanoindentation.

Chapitre 4

Extension de la méthode à l'échelle micrométrique et discussion

Un objectif de ces travaux de thèse est de mettre au point des techniques de caractérisation adaptées à l'évaluation du comportement mécanique de couches minces autoportantes et déposées. Dans le chapitre précédent, nous avons présenté un outil développé pour permettre de caractériser le comportement élasto-plastique des matériaux à partir d'essais d'indentation instrumentée. Afin de limiter les difficultés liées à l'étude des propriétés des matériaux en couches minces déposées, nous avons pour une première approche travaillé à l'échelle macroscopique sur des matériaux massifs. Dans ce chapitre, nous mettons en œuvre la procédure précédemment développée pour caractériser un matériau massif à l'échelle micrométrique. Sur le plan expérimental, l'essai macroscopique d'indentation instrumentée est remplacé par celui de nanoindentation. En raison de difficultés techniques et du manque de temps nécessaire pour conduire une étude statistique de taille suffisante pour l'essai de nanoindentation (procédure permettant de limiter les phénomènes dispersifs propres à ces échelles), nous ne considèrerons qu'un seul indent. Pour ce dernier le volume du bourrelet créé ainsi que la courbe de chargement-déchargement ont été mesurés. L'objectif de ce chapitre est de mettre en évidence les difficultés de caractérisation liées au changement d'échelle.

Nous allons dans un premier temps décrire les essais réalisés et les résultats obtenus sur l'alliage d'aluminium 2024 à l'état recuit. Dans un deuxième temps, nous présenterons les résultats de la mise en œuvre de l'identification paramétrique du modèle de comportement de ce matériau à partir de l'essai de nanoindentation. Enfin, une analyse critique des résultats nous permettra de mettre en évidence les difficultés à surmonter pour adapter la méthode développée à la caractérisation du comportement élasto-plastique de matériaux par nanoindentation.

IV.1 Présentation des essais et résultats expérimentaux

Les essais expérimentaux dont il est question ont été réalisés au CNES dans le cadre du stage de master 2 de Romain Petre-Bordenave. Le matériau étudié est un alliage d'aluminium 2024 recuit sous flux d'azote à 415 C pendant 3 h suivi d'un refroidissement lent. La taille des grains après recuit est d'environ 30 µm.

IV.1.1 Essais de traction

L'essai de traction a été réalisé sur la machine présentée en III.1.4.1 en utilisant le même type d'éprouvette. La vitesse de sollicitation est de $0{,}5$ mm.min^{-1}. La procédure d'identification du modèle de Ramberg-Osgood décrite en III.3.2 a été utilisée.

Le résultat de l'essai de traction et la courbe construite grâce aux paramètres du modèle de comportement identifié à partir de cet essai sont présentés sur la figure IV.1 - 1. Cet alliage d'aluminium présente un comportement élasto-plastique avec écrouissage et une transition élasto-plastique sans discontinuité de la dérivée. Le modèle de Ramberg-Osgood permet de bien rendre compte de l'écrouissage du matériau mais ne reproduit pas parfaitement la transition élasto-plastique comme nous l'avions observé à l'échelle macroscopique. On observe que la courbe représentant l'erreur relative entre le modèle et le résultat de l'essai en fonction de la déformation présente une erreur maximale d'environ 23 % au niveau de la transition élasto-plastique (figure IV.1 - 1). La valeur moyenne de

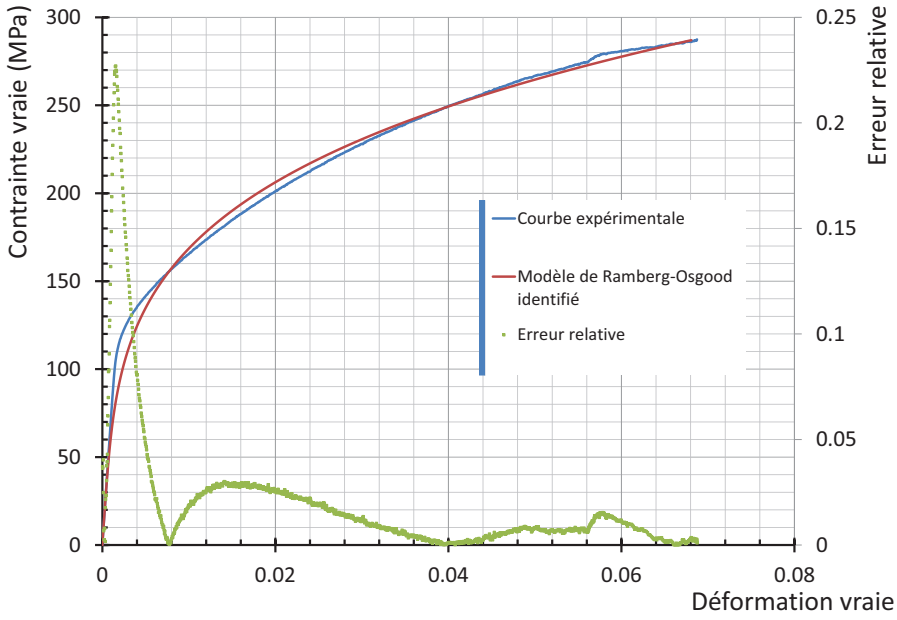


FIGURE IV.1 - 1 – Courbes rationnelles déduites de l'essai de traction expérimental et obtenue à partir du modèle de Ramberg-Osgood identifié à partir de l'essai sur l'alliage d'aluminium 2024 recuit.

Résultats de l'essai				Ramberg-Osgood		
E (GPa)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	σ_u (MPa)	ε_u	σ_r (MPa)	α	n
72	134	287	0,068	150	2,3	4,0

TABLE IV.1 - a – Résultats de l'essai de traction et de l'identification du modèle de Ramberg-Osgood pour l'alliage d'aluminium 2024 recuit.

l'erreur sur l'ensemble de l'essai vaut environ 2 %, ce qui est relativement faible. Les paramètres couramment évalués ainsi que les valeurs des paramètres du modèle de Ramberg-Osgood identifiés sont présentés dans le tableau IV.1 - a. Le module d'élasticité évalué à partir de l'essai de traction vaut 72 GPa.

IV.1.2 Essai de nanoindentation

L'essai de nanoindentation a été réalisé avec un nanoindenteur DCM de la marque Agilent (anciennement MTS). Le poinçon est de type Berkovich, pyramidal à trois faces et présente un demi angle au sommet de 65,03 °. Plusieurs résultats expérimentaux peuvent être extraits de l'essai de nanoindentation : la courbe de chargement-déchargement en fonction de la profondeur de pénétration, la dureté, le module d'élasticité et le volume du bourrelet formé.

La figure IV.1 - 2 montre la courbe de chargement déchargement issue d'un essai de nanoindentation sur l'alliage d'aluminium 2024. La profondeur maximale de pénétration est de 0,7 µm pour une charge maximale égale à 12,7 10^3 µN. La forme générale de la courbe est semblable à celles obtenues à partir du poinçon Vickers dans le chapitre précédent et correspond à un polynôme quadratique.

Le volume du bourrelet a été mesuré directement après l'essai de nanoindentation grâce à l'utilisation de la table de nano-positionnement qui permet une résolution de dé-

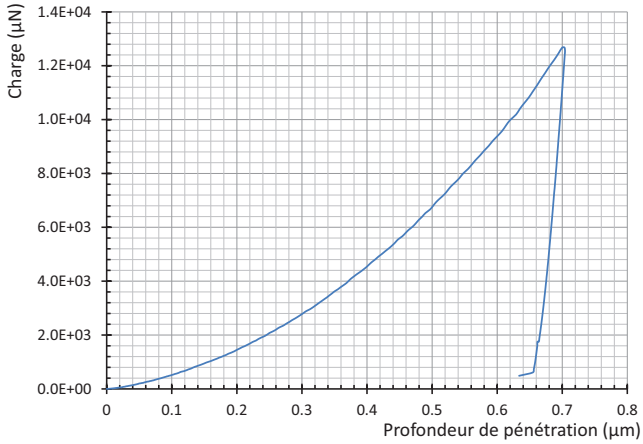


FIGURE IV.1 - 2 – Courbe chargement-déchargement en fonction de la profondeur de pénétration sur l'alliage d'aluminium 2024 recuit.

placement de l'ordre du nanomètre dans le plan. Le nanoindenteur est alors utilisé comme un pseudo-AFM en mode « contact » : une force très faible est appliquée sur le poinçon et la position verticale de ce dernier est mesurée en tout point de la surface. Il est donc possible en indexant les positions dans les trois directions de reconstruire une topographie de la surface, similaire à celle montrée sur la figure III.1 - 8a. La rugosité est mesurée par un balayage de la surface d'indentation avant l'essai et est retranchée à la topographie mesurée après l'essai. Le plan moyen de la surface non impactée par l'essai de nanoindentation est ensuite déterminé et le volume du bourrelet est calculé comme étant le volume de matière au-dessus de ce plan moyen dans une zone suffisamment proche de l'empreinte. Le volume du bourrelet pour l'essai considéré vaut $0{,}13\,\mu m^3$. La hauteur de bourrelet équivalente n'a pas pu être mesurée en raison de difficultés liées au logiciel de mesure. La méthode de mesure du volume de bourrelet basée sur l'utilisation de la table de nanopositionnement présente les avantages d'une localisation automatique des empreintes, ce qui est intéressant au regard de leur taille, et de permettre de soustraire la rugosité de la surface indentée. Cependant, une utilisation systématique de cette technique est susceptible d'entrainer une usure prématurée du poinçon.

IV.2 Identification du modèle de comportement à partir d'essais de nano-indentation

L'identification du modèle de comportement est basée sur la résolution d'un problème inverse d'identification qui nécessite la mise en œuvre de simulations basées sur un modèle éléments finis de l'essai de nanoindentation.

IV.2.1 Procédure de résolution du problème inverse d'identification.

La procédure utilisée pour identifier les paramètres du modèle de Ramberg-Osgood à partir des essais de nanoindentation est la même que celle présentée dans le chapitre précédent. Les paramètres à évaluer sont décrits en III.4.1. Comme pour l'identification à l'échelle macroscopique, une procédure de Monte-Carlo est mise en œuvre afin de déterminer la valeur initiale des paramètres utilisées avec l'algorithme de Levenberg-Marquardt. Cette procédure limite le risque de buter sur un minimum local. Le nombre d'itérations de Monte-Carlo est pris égal à 16 et les valeurs des paramètres permettant de minimiser au mieux la fonction objectif sont utilisées comme valeurs initiales de l'algorithme de Levenberg-Marquardt. S'agissant d'essais exploratoires, nous n'avons pas pris en compte de données relatives au bourrelet dans l'identification, la fonction objectif est donc celle décrite par l'équation III.4.1. Le module d'élasticité utilisé pour la simulation

numérique est celui déterminé par l'essai de traction (72 GPa) et le coefficient de Poisson ν est pris égal à 0,36.

IV.2.2 Présentation du modèle de l'essai de nanoindentation

Le poinçon Berkovich et le poinçon Vickers peuvent tous les deux être représentés par un poinçon conique dont l'angle au sommet vaut 70,3 ° [Maciejak 07]. Le modèle éléments finis de l'essai de nanoindentation est donc basé sur celui utilisé pour le poinçon Vickers présenté en III.1.3.1. Le défaut de pointe a été modélisé par une forme sphérique de 10 nm de rayon. Le type et le nombre d'éléments, les conditions aux limites et la définition du contact sont les mêmes pour les deux modèles. Ce modèle est une réduction à l'échelle micrométrique du modèle d'indentation Vickers réalisé à l'échelle du millimètre. Une simulation de l'essai de nanoindentation a été réalisée pour une profondeur maximale de pénétration égale à 0,695 µm. Les valeurs du modèle de comportement sont celles identifiées à partir de l'essai de traction macroscopique.

La figure IV.2 - 3 montre la courbe de chargement-déchargement simulée en comparaison avec la courbe expérimentale. On remarque que, comme pour la simulation de l'essai Vickers, la courbe issue de la simulation est très régulière et ne présente pas d'oscillations numériques. L'allure générale de la courbe est semblable à celle issue de l'expérimentation avec une évolution de la charge qui suit une loi polynomiale quadratique. Cependant, la courbe issue de la simulation se trouve systématiquement en dessous de la courbe expérimentale.

Le volume du bourrelet a été évalué à partir du résultat de la simulation, il vaut 1,13 µm^3. Le volume de bourrelet issu de la simulation est donc dix fois plus important que celui trouvé expérimentalement. Nous essaierons d'apporter des explications à cette différence importante plus loin dans ce chapitre.

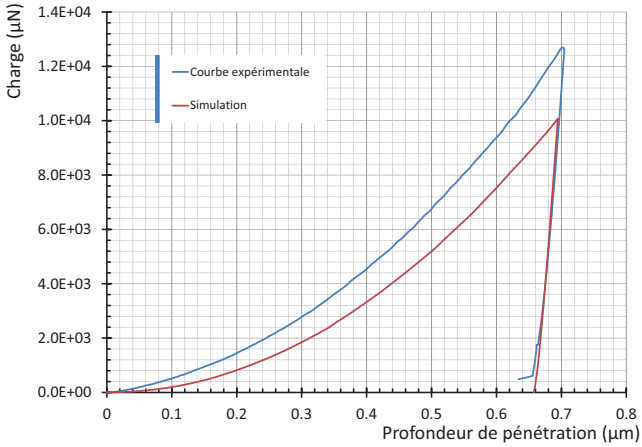


FIGURE IV.2 - 3 – Courbe de chargement-déchargement issue de la simulation de l'essai de nanoindentation de l'alliage d'aluminium 2024 recuit.

IV.2.3 Résultats de l'identification

Les valeurs initiales et finales de la fonction objectif ainsi que le nombre d'itérations de l'algorithme de Levenberg-Marquardt nécessaires pour y parvenir sont présentés dans le tableau IV.2 - b. Dans ce cas, l'algorithme de Monte-Carlo permet de s'approcher fortement de la valeur minimale de la fonction et un nombre important d'itérations de Levenberg-Marquardt n'a pas permis de réduire significativement la valeur de la fonction objectif. La valeur finale de la fonction objectif est plus importante en nanoindentation ($2{,}14$) que lors de l'identification paramétrique à partir d'essais d'indentation instrumentée avec un poinçon Vickers ($1{,}28$ pour la valeur la plus élevée sur l'aluminium), et ce malgré la non-prise en compte de la hauteur de bourrelet. Ces valeurs sont comparables car le nombre de points considéré sur les courbes de chargement expérimentale et simulée est toujours égal à 100, que ce soit pour l'identification à partir des essais d'indentation instrumentée ou à partir des essais de nanoindentation.

La figure IV.2 - 4 montre les courbes d'indentation expérimentale et simulée. Comme pouvait le laisser penser la valeur finale de la fonction objectif, la courbe issue de la simulation n'est pas au plus proche de la courbe expérimentale. L'agrandissement sur les faibles valeurs de charge et de pénétration permet de mettre en évidence la différence entre la courbe expérimentale et les courbes simulées lors du premier stade du contact entre le poinçon et la matière. Cette différence au départ de la courbe se répercute tout au long de l'essai malgré la non-prise en compte dans le calcul de la fonction objectif des dix premiers pour-cents de pénétration et fausse la procédure d'identification. Le processus de minimisation tant à répartir l'écart de part et d'autre de la courbe expérimentale : la charge est sous-estimée dans la première partie de l'essai puis sur-évaluée pour les fortes profondeurs de pénétration.

On observe sur la figure IV.2 - 5 une forte différence entre la courbe rationnelle de traction expérimentale et celle construite à partir du modèle de Ramberg-Osgood identifié. La limite d'élasticité est sur-évaluée, ce qui se traduit par une courbe décalée vers un niveau supérieur de contraintes. L'écrouissage de la courbe expérimentale est plus marqué que celui du modèle identifié, ce qui indique une sur-évaluation du coefficient d'écrouissage lors de l'identification. Le tableau IV.2 - b récapitule les valeurs des paramètres issues de l'identification à partir de l'essai de nanoindentation et à partir de l'essai de traction. On remarque une forte différence entre les valeurs de la limite conventionnelle d'élasticité $\sigma_{0,2}$ et du coefficient d'écrouissage n identifiées à partir des deux essais. L'erreur relative faite sur la contrainte pour une déformation de $5\,\%$ vaut $25\,\%$ et l'erreur relative moyenne vaut $35\,\%$.

Le volume de bourrelet calculé à partir du résultat de la simulation vaut $1{,}86\,\mu m^3$. Comme pour la simulation de l'essai de nanoindentation à partir des valeurs des para-

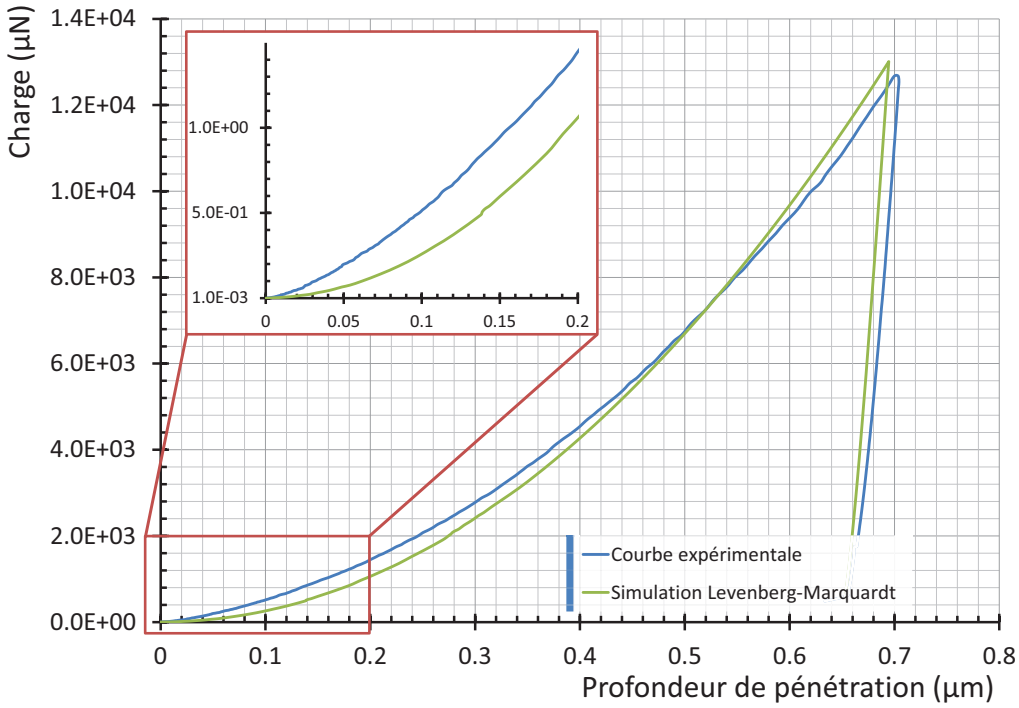


FIGURE IV.2 - 4 – Courbes de chargement-déchargement expérimentale et simulées à partir des meilleurs résultats obtenus pour l'essai de nanoindentation sur l'alliage d'aluminium 2024 recuit.

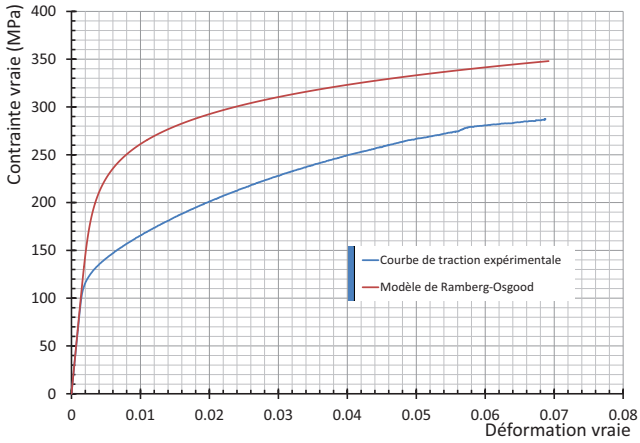


FIGURE IV.2 - 5 – Courbe expérimentale de traction et modèle de Ramberg-Osgood identifié à partir d'un essai de nanoindentation sur l'alliage d'aluminium 2024 recuit.

	Nombre d'itérations	Fonction objectif initiale	Fonction objectif finale	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	n
Nanoindentation	46	2,21	2,14	225	8,0
Traction				120	4,0

TABLE IV.2 - b – Résultats de la résolution du problème inverse d'identification du modèle de comportement de l'alliage d'aluminium 2024 recuit à partir d'un essai de nanoindentation en comparaison avec le modèle de comportement identifié à partir de l'essai de traction uniaxiale.

mètres identifiés par traction, le volume de bourrelet est d'un ordre de grandeur au-dessus du volume de bourrelet expérimental.

IV.3 Analyse et discussion

L'identification du modèle de comportement de l'alliage d'aluminium 2024 à partir d'essais de nanoindentation donne des résultats éloignés de ceux déterminés à partir des essais de traction. On observe aussi que les courbes de chargement expérimentales et simulées de l'essai de nanoindentation sont en moins bonne correspondance que pour l'essai à l'échelle macroscopique. De même les volumes de bourrelet expérimental et simulé sont très différents. Un problème expérimental, lié à une mauvaise calibration de la pointe, a été identifié pour l'essai de nanoindentation qui pourrait expliquer ces différences. Pour des raisons matérielles, nous n'avons pas pu aller plus loin dans l'expérimentation afin de confirmer ou d'infirmer le point précédent. Nous avons cependant étudié d'autres paramètres expérimentaux qui pourraient expliquer, tout du moins en partie, ces différences de résultats. Elles peuvent avoir des origines multiples : le volume de matière mis en jeux (effet d'échelle), les approximations liées à la modélisation du défaut de pointe et de la rugosité de la surface évaluée, la difficulté de mesure du bourrelet…

IV.3.1 Volume de matière mise en jeu

En nanoindentation, pour une profondeur de pénétration maximale de l'ordre de $0{,}7$ µm, le volume de matière sollicitée plastiquement, déterminé à partir de la simulation, vaut environ 350 µm^3. On peut comparer ce volume avec le volume d'un grain moyen qui vaut environ $3\,534$ µm^3 si l'on considère un grain sphérique de 30 µm de diamètre. Le volume de matière sollicitée est donc beaucoup plus petit que le volume d'un grain. À partir de ces constatations, on peut s'interroger sur la représentativité des valeurs déterminées expérimentalement. En effet, le résultat de l'essai sera différent en fonction de la position de l'empreinte dans le grain, au centre ou au bord, et de l'orientation du grain sollicité. Un maximum de trois grains étant sollicités, les modes de déformations seront donc différents de ceux qui prédominent à l'échelle macroscopique. En comparaison, pour l'essai de traction macroscopique, un volume de matière de $4{,}68 \quad 10^{12}$ µm^3 est sollicitée, ce qui représente environ $1{,}32 \quad 10^9$ grains si l'on considère des grains sphériques de 30 µm de diamètre.

D'autre part, l'alliage d'aluminium 2024 est un aluminium à durcissement structural présentant une large gamme de précipités dont certains ont une taille du même ordre de grandeur que la taille de l'empreinte. Le résultat de l'essai de nanoindentation sera donc

influencé par la nature et la répartition des précipités dans la zone mécaniquement sollicitée.

La validation d'une méthode à l'échelle des couches minces est donc rendue difficile par la forte différence entre les volumes de matière mis en jeu aux échelles macroscopique et microscopique. Une des raisons pouvant expliquer la différence de comportement entre le modèle identifié à partir de l'essai de nanoindentation et le résultat expérimental de traction pourrait ainsi être imputable à la différence d'échelle entre les deux essais. Pour essayer de préciser ce point, il faudrait par exemple réaliser des essais couplés de traction et de nanoindentation sur des mono-cristaux ou bien réaliser une étude statistique des propriétés mécaniques de chaque grain en fonction de leur orientation en couplant les essais de nanoindentation à des analyses EBSD.

IV.3.2 Influence de la rugosité

Une différence a été observée lors des premiers stades du chargement entre la courbe expérimentale et les courbes issues de la simulation de l'essai de nanoindentation. En effet, bien que présentant elle aussi une tangence à l'origine avec l'axe des abscisses, la courbe expérimentale est moins plate que les courbes simulées (*c.f.* figure IV.2 - 3 et IV.2 - 4). La rugosité de la surface pourrait expliquer cette différence. La technique de polissage qui a été mise en œuvre pour préparer la surface est le polissage électrolytique qui permet de réduire significativement la présence d'écrouissage superficiel par rapport à l'utilisation du polissage mécanique. Elle a pour inconvénient d'engendrer une rugosité plus importante. La rugosité mesurée sur la surface de l'échantillon est d'environ 80 nm, ce qui représente $11{,}5$ % de la profondeur maximale de pénétration. La figure IV.3 - 6 présente un exemple de configuration pour lequel la rugosité aurait une influence notable au départ de l'essai.

Pour aller un peu plus loin, des simulations ont été réalisées afin d'étudier l'influence de la rugosité sur la courbe de chargement déchargement. Le modèle est toujours axisy-

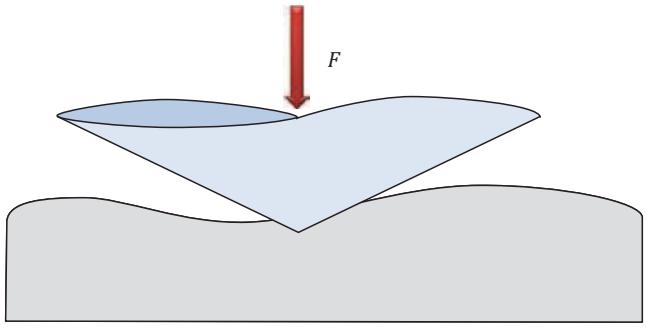
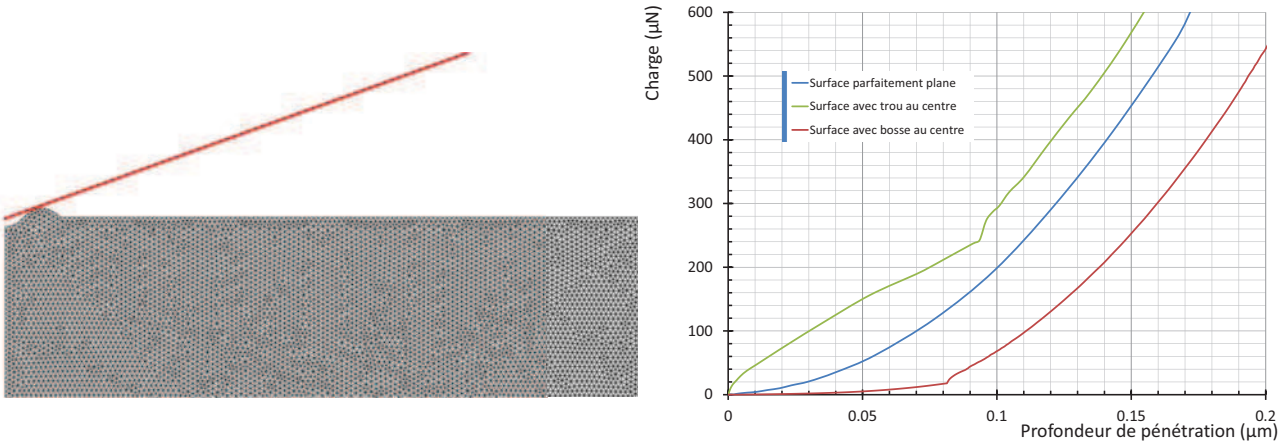


FIGURE IV.3 - 6 – Influence de la rugosité sur l'aire de contact lors des premiers stades du chargement.



(a) Forme et position d'un défaut représentant la rugosité

(b) Courbes de chargement pour la simulation de l'essai de nanoindentation avec et sans rugosité.

FIGURE IV.3 - 7 – Simulation de l'influence de la rugosité sur l'essai de nanoindentation.

métrique et la présence d'une rugosité de forme sinusoïdale d'amplitude égale à 80 nm est simulée. Deux cas ont été étudiés : le flan du poinçon entre en contact avec la matière avant la pointe comme illustré sur la figure IV.3 - 7a ou bien la pointe du poinçon entre en contact avec la partie supérieure d'une « bosse ». Le modèle de comportement utilisé est celui identifié à partir de l'essai de traction conventionnelle. Les courbes de chargement en fonction de la profondeur d'indentation de 200 nm pour les deux cas simulés sont comparées avec la courbe simulée pour le même matériau et une surface parfaitement plane (figure IV.3 - 7b).

La courbe issue de la simulation avec un trou au centre ne présente pas de tangence avec l'axe des abscisses contrairement à celle du modèle avec un contact sur une surface plane. Une discontinuité est aussi présente sur la courbe pour une profondeur de 0,09 µm qui correspond à l'entrée en contact du flan du poinçon avec la surface plane à droite du bourrelet sur la figure IV.3 - 7a. Pour le cas où la pointe du poinçon entre en contact avec une bosse, on remarque un rayon de courbure beaucoup plus ample que pour le modèle avec contact sur une surface plane. On observe aussi une discontinuité à 0,08 µm de profondeur qui correspond à l'entrée en contact du poinçon avec le reste de la matière. Du fait de l'axisymétrie du modèle, la simulation ne permet pas de représenter parfaitement l'influence de la rugosité sur l'essai de nanoindentation. Cependant, ces exemples permettent de mettre en lumière son influence potentielle. La rugosité est un des deux défauts d'ordre géométrique ayant une influence importante sur le résultat de l'essai de nanoindentation. L'autre défaut géométrique particulièrement important est le défaut de pointe.

IV.3.3 Influence du défaut de pointe

En raison des difficultés techniques d'élaboration des poinçons, un défaut est toujours présent au sommet des poinçons utilisés en nanoindentation, il est appelé défaut de pointe. Ce défaut est généralement modélisé sous la forme d'une sphère au sommet du poinçon. Pour les poinçons Berkovich neuf, le diamètre de cette sphère est généralement de l'ordre de 50 à 100 nm et il augmente progressivement lors de son utilisation pour finalement atteindre 200 nm [Fischer-Cripps 04]. Dans notre cas, une usure excessive du poinçon a été observée et nous suspectons l'utilisation de la table de nano-positionnement pour mesurer le volume du bourrelet d'être responsable de cette usure anticipée.

Ici aussi, des simulations ont été réalisées pour étudier l'influence du défaut de pointe. En utilisant le même modèle, l'essai de nanoindentation a été simulé avec des rayons de pointe variant de 10 à 200 nm. La figure IV.3 - 8 montre l'influence du défaut de pointe sur le début de la courbe de chargement pour une profondeur de pénétration allant jusqu'à 0,1 µm. On remarque que plus le rayon de pointe est élevé, plus l'augmentation de la charge en fonction de la profondeur de pénétration est rapide.

Les influences du défaut de pointe et de son évolution n'ont pas été étudiées pour l'essai d'indentation macroscopique car elles sont relativement moins importantes pour ce dernier qu'elles ne le sont pour la nanoindentation. Afin d'améliorer la correspondance entre les courbes expérimentales et simulées dans le premier stade de chargement, nous proposons une procédure qui pourrait être mise en œuvre pour prendre en compte le défaut de pointe du poinçon Berkovich expérimental.

En nanoindentation, l'influence du défaut de pointe initial et de son augmentation lors de l'usure du poinçon sur l'aire de contact A_c sont généralement calibrées sur un matériau dont les propriétés sont parfaitement connues, couramment du SiO_2. On trace la courbe d'évolution de l'aire de contact A_c en fonction de la profondeur de contact h_c et on en

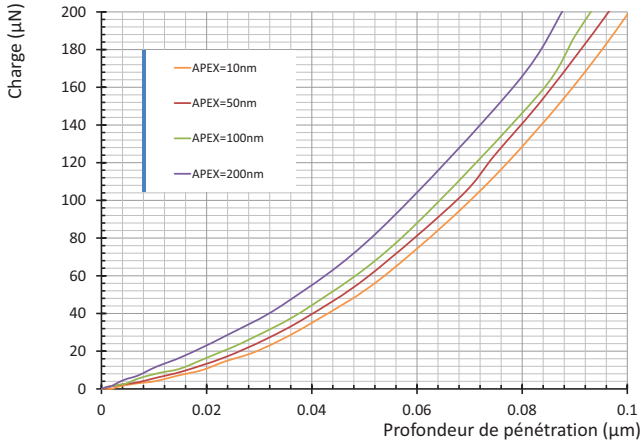


FIGURE IV.3 - 8 – Simulation de la courbe de chargement pour de faibles profondeurs de pénétration avec des rayons de défauts de pointes variant de 10 à 200 nm.

déduit les valeurs des coefficients C_i d'un polynômes de la relation semi-empirique développée par Oliver et Pharr [Oliver 92] :

$$A_c(h_c) = C_0 h_c^2 + C_1 h_c + C_2 h_c^{\frac{1}{2}} + C_3 h_c^{\frac{1}{4}} + \quad + C_8 h_c^{\frac{1}{128}} \tag{IV.3.1}$$

où C_0 correspond à une pointe parfaite et les coefficients C_1 à C_8 traduisent l'imperfection de la pointe. Pour un poinçon Berkovich, C_0 est égal à $24{,}494$.

IV.3.4 Volume de bourrelet

Le poinçon Berkovich étant autosimilaire, il est nécessaire d'enrichir la base expérimentale du problème de résolution inverse. À l'échelle macroscopique nous avions utilisé la hauteur équivalente de bourrelet $\overline{h}_{b_{max}}$, hauteur qu'il n'a pas été possible de mesurer pour les essais de nanoindentation. Par contre le volume de bourrelet a pu être mesuré. Malheureusement, les volumes de bourrelet mesurés expérimentalement et les volumes de bourrelet calculés à partir des simulations ne sont pas du même ordre de grandeur : le volume du bourrelet expérimental vaut $0{,}13\,\mu m^3$ alors que le volume issu de la simulation est systématiquement supérieur à $1\,\mu m^3$. Cette différence ne peut pas provenir d'une différence de volume de l'empreinte entre le poinçon Berkovich et le poinçon conique présentant la même fonction d'aire utilisée pour la simulation. En effet, la différence entre les volumes de ces deux poinçons est de $0{,}4\,\%$, on peut donc considérer que les volumes des empreintes de ces deux poinçons sont pratiquement égales.

Du fait de l'impossibilité de mesurer le volume du bourrelet à l'échelle macroscopique, nous ne pouvons pas à ce stade discriminer si cette différence provient d'un effet d'échelle ou d'une incohérence dans la comparaison entre le volume de bourrelet engendré par un poinçon pyramidal et celui engendré par un poinçon conique :

1. la différence pourrait provenir de la non-validité de l'hypothèse qui considère que les volumes du bourrelet engendrés par un poinçon pyramidal et par un poinçon conique présentant la même fonction d'aire et, de fait la même fonction de volume, sont égaux. Cette hypothèse a été faite afin de pouvoir comparer les volumes de bourrelet issus de l'expérimentation avec ceux issus de la simulation. Pour valider cette hypothèse, il serait nécessaire de réaliser des essais de nanoindentation ou d'indentation instrumentée sur un même matériau avec un poinçon pyramidal et un poinçon conique présentant la même fonction d'aire et de comparer les volumes des bourrelets obtenus. Nous n'avons pas pu réaliser cette validation car nous ne possédons pas un tel poinçon conique à cette échelle. Cependant, à la vue de l'importance des différences entre le volume de bourrelet expérimental et simulé, nous pensons que cette hypothèse ne permet pas d'expliquer à elle-seule ces différences,

2. la différence pourrait provenir d'une différence entre les mécanismes de déformation régissant la déformation plastique autour du poinçon entre l'essai expérimental et la simulation. En effet, la simulation est basée sur la mécanique des milieux continus et considère un matériau homogène isotrope. Ces hypothèses peuvent être remises en cause au niveau de l'essai de nanoindentation pour lequel le volume de matière mis en jeu, $3{,}5 \quad 10^{\ 10}\,\mathrm{mm}^3$, est très inférieur au volume de matière représentatif qui vaut environ $0{,}125\,\mathrm{mm}^3$ pour les matériaux métalliques [Lemaitre 04]. De plus le volume de matière sollicité est environ dix fois inférieur à la taille d'un grain, ce qui pourrait impliquer des mécanismes de déformations particuliers.

IV.4 Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre le résultat d'un essai exploratoire d'adaptation de l'outil développé dans le chapitre 3 à la caractérisation du comportement élasto-plastique de l'alliage d'aluminium 2024 massif recuit à l'échelle micrométrique à partir d'essais de nanoindentation. Les résultats ont été comparés avec ceux obtenus à partir de l'essai de traction macroscopique. Plusieurs difficultés ont été identifiées pour assurer ce changement d'échelle :

— il est difficile de valider une méthode de caractérisation car les échelles mises en jeu sont très faibles en comparaison avec les essais de caractérisation classiques. Se pose donc le problème d'un volume élémentaire représentatif (VER) tant expérimental (volume de matière sollicité par rapport à la taille de grains) que numérique (choix du modèle de comportement),
— des difficultés expérimentales liées au changement d'échelle rendent l'identification plus difficile,
— le volume de bourrelet n'est pas, avec notre méthode de mesure, une information fiable à ajouter comme entrée au problème d'identification, il faut donc trouver une autre information fiable pour pouvoir identifier un modèle de comportement,
— notre étude s'appuie sur un seul essai de nanoindentation, il est impératif pour continuer le développement de cette méthode de travailler sur un nombre d'essais suffisamment important afin de réaliser une étude statistique qui permettrait peut être de limiter l'influence des phénomènes dispersifs sur l'essai de nanoindentation tel que la rugosité.

Conclusion

L'utilisation de couches minces est de plus en plus répandue dans l'industrie car elles permettent de fonctionnaliser ou de protéger un substrat. Elles peuvent aussi être utilisées libres de tout substrat pour permettre la réalisation de fonctions mécaniques, électriques ou autres. Le CNES et la société Fialab ont identifié depuis quelques années la nécessité de disposer de moyens permettant de comprendre et de caractériser le comportement mécaniques de telles couches. Ces travaux de thèse s'inscrivent dans cet objectif puisque, pour une grande part, il s'agit de développer des moyens de caractérisation mécanique permettant l'étude du comportement élasto-plastique de matériaux en couches minces déposées et autoportantes.

Dans le premier chapitre, en s'appuyant sur une étude bibliographique, nous avons mis en évidence que l'essai de microtraction uniaxiale est la technique la mieux adaptée à l'étude du comportement élasto-plastique des couches minces autoportantes. En effet, cet essai permet, moyennant une mise en œuvre expérimentale requérant un développement conséquent, de déterminer de manière analytique le modèle de comportement du matériau évalué sans devoir connaître son coefficient de Poisson et en étant peu influencé par les incertitudes sur la mesure de la géométrie, notamment l'épaisseur, de l'éprouvette. La nanoindentation est quant-à-elle, la technique la plus employée pour la caractérisation du comportement élastique des couches minces déposées. À la vue des déformations plastiques engendrées par cet essai, il semble également possible de déterminer un modèle de comportement élasto-plastique de ce type de couche. Cependant, la complexité du champ de déformation introduit sous le poinçon interdit une résolution simple du problème et impose de mettre à profit les techniques de résolution de problèmes inverses d'identification paramétrique. Ces derniers permettent de déterminer un modèle mathématique d'un système à partir de la mesure de sa réponse. La méthode de résolution que nous avons choisie est une méthode itérative basée sur la minimisation d'une fonction objectif construite à partir des résultats expérimentaux et d'une modélisation analytique ou numérique de l'essai. Plusieurs méthodes existent pour la minimisation de la fonction objectif parmi lesquelles deux ont été retenues. La première est celle de Monte-Carlo, basée sur des tirages aléatoires de paramètres, qui demande généralement beaucoup d'ité-

rations pour trouver le résultat mais qui est peu sensible à la présence de minima locaux. La seconde est l'algorithme de Levenberg-Marquardt qui est plus sensible à la présence de minima locaux mais qui nécessite généralement un nombre moins important d'itérations pour converger.

Le deuxième chapitre est dédié à la caractérisation mécanique de couches minces autoportantes. Les améliorations techniques et méthodologiques qui ont été apportées à la platine d'essai existante ont permis de diminuer les incertitudes de mesures sur les niveaux de déformation et de contraintes au cours de l'essai. Ces améliorations ont fait de la platine de microtraction un moyen d'essai fiable et robuste dont la résolution permet d'étudier l'occurrence de phénomènes localisés d'instabilités élasto-plastique sur des éprouvettes dont l'épaisseur nominale est inférieure au micromètre. Une méthode d'identification du modèle de comportement basée sur la résolution du problème inverse par l'algorithme de Levenberg-Marquardt a été proposée. Cette méthode, automatisée, permet de diminuer le temps de traitement et, dans le cas d'éprouvette présentant une ductilité importante, de réduire l'écart entre la courbe expérimentale et le modèle. Par la suite, nous avons proposé deux méthodes pour caractériser l'endommagement mécanique des couches minces autoportantes au cours d'essais de microtraction. La première est basée sur la mesure de l'évolution du module d'élasticité au cours d'un essai multicycles. La seconde repose sur la mesure de la variation de la résistance électrique au cours d'un essai de traction monotone qui permet d'évaluer de manière continue l'évolution de l'endommagement au cours de l'essai. L'endommagement ultime mesuré sur les couches minces d'aluminium est plus faible que les valeurs escomptées sur ce type de matériau. Nous relions cette différence au faible volume des éprouvettes, comparativement aux éprouvettes macroscopiques, qui augmente la probabilité de l'apparition d'un défaut de taille critique entrainant la ruine de la structure.

Le troisième chapitre traite du développement d'un outil de caractérisation des matériaux massifs en couplant des essais d'indentation instrumentée à la résolution d'un problème inverse d'identification. Cette méthode est basée sur la minimisation d'une fonction objectif calculée comme la différence entre la courbe de chargement issue de l'expérimentation et celle issue de la simulation pour un jeux de paramètres du modèle de comportement. Les valeurs des paramètres sont choisis suite à des séquences de Monte-Carlo, afin de limiter le risque de se trouver sur un minimum local. Ensuite, l'algorithme de Levenberg-Marquardt est utilisé afin de minimiser le nombre d'itérations pour atteindre l'optimisation. Trois matériaux possédant des types de mailles et des microstructures différentes et deux types de poinçons ont été évalués. Les modèles de comportement choisis pour représenter ces matériaux sont celui de Ramberg-Osgood et de Rasmussen modifié. La comparaison des résultats de l'identification à partir des essais d'indentation avec ceux issus des essais de traction conventionnelle montre que les modèles identifiés à partir du

poinçon sphérique sont plus proches des essais de traction que ceux identifiés à partir du poinçon Vickers, ceci malgré la prise en compte de la hauteur de bourrelet pour ce dernier. Les tailles de grain et les modes de déformation ne semblent pas avoir d'influence sur la qualité des résultats pour les tailles de grains étudiées. Une limitation a tout de même était identifiée pour cette outil : pour l'un des matériaux étudié, le résultat de l'identification n'est pas satisfaisant comparativement aux essais de traction. Nous avons relié cette différence à un écrouissage initial très important de ce matériau. Pour les autres matériaux évalués l'objectif fixé dans le cahier des charges du développement de cet outil d'une différence inférieure à $20\,\%$ par rapport à un essai de traction est atteint. Hors du contexte de la caractérisation mécanique des couches minces, cet outil peut également être utilisé à l'échelle macroscopique comme une alternative moins coûteuse à l'essai de traction dans le cas de l'étude de matériaux non-écrouis.

Enfin, le quatrième chapitre consiste à une étude sur la faisabilité de la mise en œuvre de l'outil précédant dans le cadre de l'étude d'un matériau massif à l'échelle micrométrique en remplaçant l'essai macroscopique d'indentation instrumentée par celui de nanoindentation. S'agissant d'essais préliminaires, aucune information relative au bourrelet n'a été prise en compte dans l'identification, bien que le poinçon Berkovich utilisé soit autosimilaire. La comparaison des résultats de l'identification paramétrique avec les résultats de l'essai de traction conventionnelle montre une différence de comportement importante. Cette différence n'est pas obligatoirement le signe que l'outil développé n'est pas adapté à l'essai de nanoindentation ; elle peut aussi s'expliquer par un comportement mécanique du matériau distinct à l'échelle microscopique et à l'échelle macroscopique. Les volumes de bourrelet mesurés expérimentalement et calculés à partir de la simulation diffèrent fortement. Des essais de nanoindentation avec des poinçons de révolution associés à des simulations numériques sont nécessaires pour discriminer si cette différence provient d'un effet d'échelle dans le comportement du matériau ou du fait que le volume du bourrelet créé est différent pour un poinçon pyramidal et un poinçon conique présentant la même fonction d'aire. Les courbes de chargement de l'essai de nanoindentation expérimentale et simulée montrent une différence au niveau du pied de courbes. Nous pensons que cette différence est imputable à la rugosité de la surface évaluée ainsi qu'au défaut de pointe. Ce dernier peut être pris en compte en utilisant la fonction d'aire calculée lors de l'étalonnage du poinçon Berkovich pour modéliser un poinçon axisymétrique présentant la même fonction d'aire que le poinçon réel.

Au terme de ce travail, plusieurs pistes restent à explorer. En ce qui concerne la caractérisation des couches minces autoportantes, la platine a été initialement conçue pour être nomade et donc pouvoir être utilisée *in-situ* sous le faisceau d'un microscope électronique à balayage ou d'un microscope électronique en transmission par exemple. L'essai

de microtraction pourrait alors être réalisé en observant le comportement du matériau à l'échelle du grain et permettrait très certainement de mieux comprendre les mécanismes de déformation des couches minces autoportantes. L'observation de l'évolution de l'endommagement mécanique au cours de l'essai de microtraction est lui aussi intéressant car il permet de comprendre des phénomènes qui ne peuvent pas être expliqués en ne considérant que l'élasto-plasticité du matériau. La méthode de mesure électrique de l'endommagement est susceptible d'être améliorée et pourrait elle-aussi être couplée avec des mesures *in-situ* afin de mieux comprendre les mécanismes d'endommagement des couches minces autoportantes qui sont à ce jour mal connus. En ce qui concerne l'identification de modèles de comportement élasto-plastique des couches minces à partir d'essais de nanoindentation, le développement à l'échelle macroscopique a montré la faisabilité de ce projet. Les essais préliminaires de caractérisation d'un matériau massif à l'échelle micrométrique a permis de mettre en évidence les difficultés méthodologiques et expérimentales qu'il reste à surmonter avant de pouvoir envisager la caractérisation de couches minces déposées dont les propriétés mécaniques sont généralement influencées par le substrat à partir d'une profondeur égale à $10\,\%$ de l'épaisseur de la couche.

Références bibliographiques

[Arzt 98] E. Arzt. *Size effects in materials due to microstructural and dimensional constraints : a comparative review.* Acta Materialia, vol. 46, no. 16, pages 5611–5626, October 1998.

[Baker 94] S.P. Baker & W.D. Nix. *Mechanical properties of compositionally modulated Au-Ni thin lms : Nanoindentation and microcantilever de ection experiments.* Journal of Materials Research, vol. 9, no. 12, pages 3131–3144, 1994.

[Bartier 08] O. Bartier, S. Kucharski & G. Mauvoisin. *Etudes numérique et expérimentale des grandeurs mesurables en indentation sphérique : in uence du frottement et du mode d écrouissage du matériau.* Matériaux & Techniques, vol. 96, no. Hors Série, pages 59–69, 2008.

[Battaini 08] M. Battaini. *Deformation behaviour and twinning mechanisms of commercially pure titanium alloys.* Thèse de doctorat, Department of Materials Engineering, Monash University, 2008.

[Beams 59] J.W. Beams. *Mechanical properties of thin lms of gold and silver.* Structure and properties of thin films, pages 183–192, 1959.

[Bocciarelli 05] M. Bocciarelli, G. Bolzon & G. Maier. *Parameter identi cation in anisotropic elastoplasticity by indentation and imprint mapping.* Mechanics of Materials, vol. 37, no. 8, pages 855–868, August 2005.

[Bocciarelli 07] M. Bocciarelli & G. Bolzon. *Indentation and imprint mapping for the identi cation of constitutive parameters of thin layers on substrate : Perfectly bonded interfaces.* Materials Science and Engineering : A, vol. 448, no. 1–2, pages 303–314, March 2007.

[Bolshakov 98] A. Bolshakov & G.M. Pharr. *In uences of pile-up on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques.* Journal of materials research, vol. 13, no. 4, pages 1049–1058, 1998.

[Bolzon 09] G. Bolzon, M. Bocciarelli & E..J. Chiarullo. *Mechanical Characterization of Materials by Micro-Indentation and AFM Scanning.* In Bharat Bhushan & Harald Fuchs, editeurs, NanoScience and Technology, pages 85–120–. Springer Berlin Heidelberg, 2009.

[Bouabdallah 06] K. Bouabdallah. *Caractérisation de l effet Portevin-Le Chatelier dans les alliages aluminium magnésium–Apport des techniques d analyse d images.* Thèse de doctorat, Université de Savoie, 2006.

[Brinkman 54] J.A. Brinkman. *On the Nature of Radiation Damage in Metals.* Journal of Applied Physics, vol. 25, no. 8, pages 961–970, August 1954.

[Bucaille 03] J.L. Bucaille, S. Stauss, E. Felder & J. Michler. *Determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using different sharp indenters.* Acta Materialia, vol. 51, no. 6, pages 1663–1678, April 2003.

[Bui 93] H.D. Bui. Introduction aux problèmes inverses en mécanique des matériaux. Editions Eyrolles, 1993.

[Bulychev 75] S.I. Bulychev, V.P. Alekhin, M.H. Shorshorov, A.P. Ternovskii & G.D. Shnyrev. *Determining Young s modulus from the indentor penetration diagram.* Industrial Laboratory, vol. 41, no. 9, pages 1409–1412, 1975.

[Chaboche 77] J.L. Chaboche. *Sur l utilisation des variables d état interne pour la description du comportement viscoplastique et de la rupture par endommagement.* In Symposium Franco-Polomais de Rhéologie et Mécanique, Cracovie, pages 137–159, 1977.

[Cheng 99] Y.-T. Cheng & C.-M. Cheng. *Can stress-strain relationships be obtained from indentation curves using conical and pyramidal indenters ?* Journal of Materials Research, vol. 14, no. 09, pages 3493–3496, 1999.

[Cheng 04] Y.-T. Cheng & C.M. Cheng. *Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements.* Materials Science and Engineering : R : Reports, vol. 44, no. 4-5, pages 91–149, August 2004.

[Cho 07] S.W. Cho & I. Chasiotis. *Elastic properties and representative volume element of polycrystalline silicon for MEMS.* Experimental Mechanics, vol. 47, no. 1, pages 37–49, 2007.

[Choi 97] S.H. Choi, K.H. Kim, K.H. Oh & D.N. Lee. *Tensile deformation behavior of stainless steel clad aluminum bilayer sheet.* Materials Science and Engineering : A, vol. 222, no. 2, pages 158–165, February 1997.

[Chollacoop 03] N. Chollacoop, M. Dao & S. Suresh. *Depth-sensing instrumented indentation with dual sharp indenters.* Acta Materialia, vol. 51, no. 13, pages 3713–3729, August 2003.

[Christian 95] J.W. Christian & S. Mahajan. *Deformation twinning.* Progress in Materials Science, vol. 39, no. 1–2, pages 1–157, 1995.

[Chung 09] K.H. Chung, W. Lee, J.H. Kim, C. Kim, S.H. Park, D. Kwon & K. Chung. *Characterization of mechanical properties by indentation tests and FE analysis - validation by application to a weld zone of DP590 steel.* International Journal of Solids and Structures, vol. 46, no. 2, pages 344–363, January 2009.

[Conrad 81] H. Conrad. *Effect of interstitial solutes on the strength and ductility of titanium.* Progress in Materials Science, vol. 26, no. 2, pages 123–403, 1981.

[Corigliano 04] A. Corigliano, B. De Masi, A. Frangi, C. Comi, A. Villa & M. Marchi. *Mechanical characterization of polysilicon through on-chip tensile tests.* Journal of Micro ElectroMechanical Systems, vol. 13, no. 2, pages 200–219, 2004.

[Cowen 02] A. Cowen, B. Dudley, E. Hill, M. Walters, R. Wood, S. Johnson, H. Wynands & B. Hardy. *MetalMUMPs design handbook*. Cronos Integrated Microsyst, page 2002, 2002.

[Dalverny 12] O. Dalverny. *Contribution à la modélisation non linéaire des matériaux et des structures*. Habilitation à diriger des recherches, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2012.

[Dao 01] M. Dao, N. Chollacoop, K.J. Van Vliet, T.A. Venkatesh & S. Suresh. *Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation*. Acta Materialia, vol. 49, no. 19, pages 3899–3918, November 2001.

[Daw 83] Murray S. Daw & M. I. Baskes. *Semiempirical, Quantum Mechanical Calculation of Hydrogen Embrittlement in Metals*. Physical Review Letters, vol. 50, no. 17, pages 1285–1288, April 1983.

[De Masi 04] B. De Masi, A. Villa, A. Corigliano, A. Frangi, C. Comi & M. Marchi. *On-chip tensile test for epitaxial polysilicon*. In Micro Electro Mechanical Systems, 2004. 17th IEEE International Conference on. (MEMS), pages 129–132, 2004.

[Doerner 86] M.F. Doerner & W.D. Nix. *A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments*. Journal of Materials Research, vol. 1, no. 4, 1986.

[Doerner 88] M.F. Doerner & W.D. Nix. *Stresses and deformation processes in thin lms on substrates*. Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences, vol. 14, no. 3, pages 225–268, January 1988.

[Donohue 12] B.R. Donohue, A. Ambrus & S.R. Kalidindi. *Critical evaluation of the indentation data analyses methods for the extraction of isotropic uniaxial mechanical properties using nite element models*. Acta Materialia, vol. 60, no. 9, pages 3943–3952, May 2012.

[Dowhan 11] L. Dowhan, A. Wymyslowski, P. Janus, M. Ekwinska & O. Wittler. *Extraction of elastic-plastic material properties of thin lms through nanoindentaion technique with support of numerical methods*. Microelectronics Reliability, vol. 51, no. 6, pages 1046–1053, June 2011.

[eSMART 05] eSMART. *Educational Software for Micromachines And Related Technologies*, 2005. http://webdocs.cs.ualberta.ca/~database/MEMS/sma_mems/mems.html, consulté en Janvier 2013.

[Etcheverry 06] B. Etcheverry. *Adhérence, mécanique et tribologie des revêtements composites NiP/Talc multifonctionnels à empreinte écologique réduite*. Thèse de doctorat, INP-Toulouse, 2006.

[Fischer-Cripps 04] A.C. Fischer-Cripps. Nanoindentation. Springer, 2004.

[Gamonpilas 07] C. Gamonpilas & E.P. Busso. *Characterization of elastoplastic properties based on inverse analysis and nite element modeling of two separate indenters*. Journal of engineering materials and technology, vol. 129, no. 4, pages 603–608, 2007.

[Gaspar 09] J. Gaspar, M.E. Schmidt, J. Held & O. Paul. *Wafer-Scale Microtensile Testing of Thin Films*. Journal of Micro ElectroMechanical Systems, vol. 18, no. 5, pages 1062–1076, 2009.

[Gianola 07] D.S. Gianola. *Deformation mechanisms in nanocrystalline aluminum thin lms : An experimental investigation*. Thèse de doctorat, John Hopkins University, 2007.

[Gosh 89] S. Gosh. *A New Finite Element Description for Simulation of Metal Forming Processes*. In Proc 3rd International Conference on Numerical Method in Industrial Forming Processes (NUMIFORM 1989), Fort Collins/Colorado, pages 159–164, 1989.

[Greek 97] S. Greek, F. Ericson, S. Johansson & J.Å. Schweitz. *In situ tensile strength measurement and Weibull analysis of thick lm and thin lm micromachined polysilicon structures*. Thin Solid Films, vol. 292, no. 1-2, pages 247–254, 1997.

[Greek 98] S. Greek & F. Ericson. *Young s modulus, yield strength, and fracture strength of microelements determined by tensile testing*. Microelectromechanical structures for materials research, pages 51–56, 1998.

[Guo 07] H. Guo, P.F. Yan, Y.B. Wang, J. Tan, Z.F. Zhang, M.L. Sui & E. Ma. *Tensile ductility and necking of metallic glass*. Nature Materials, vol. 6, no. 10, pages 735–739, 2007.

[Hemker 07] K.J. Hemker & W.N. Sharpe Jr. *Microscale Characterization of Mechanical Properties*. Annual Review of Materials Research, vol. 37, pages 93–126, 2007.

[Hochstetter 99] G. Hochstetter, A. Jimenez & J. L. Loubet. *Strain-rate effects on hardness of glassy polymers in the nanoscale range. Comparison between quasi-static and continuous stiffness measurements*. Journal of Macromolecular Science, Part B, vol. 38, no. 5-6, pages 681–692, September 1999.

[Holm 67] R. Holm. Electric contacts : theory and applications, volume 67. Springer-Verlag New York, NY, 1967.

[Huétink 90] J. Huétink, P.T. Vreede & J. van der Lugt. *Progress in mixed Eulerian-Lagrangian nite element simulation of forming processes*. International Journal for Numerical Methods in Engineering, vol. 30, no. 8, pages 1441–1457, 1990.

[Ignat 95] M. Ignat, L. Debove & C. Josserond. *Description d un dispositif d essais mecaniques dans un microscope électronique à balayage*. Bulletin de la Société Française de Microscopie Electronique, vol. 14, pages 10–13, 1995.

[Ignat 08] M. Ignat, S. Lay, F. Roussel-D'Herbey, C. Seguineau, C. Malhaire, X. Lafontan, J.M. Desmarres & S. Brida. *Micro tensile tests on aluminum thin lms : tensile device andin-situ observations*. In Material Research Society Symposium Proceedings, volume 1139, 2008.

[Isono 06] Y. Isono, T. Namazu & N. Terayama. *Development of AFM tensile test technique for evaluating mechanical properties of sub-micron thick*

DLC lms. Journal of Micro ElectroMechanical Systems, vol. 15, no. 1, pages 169–180, 2006.

[Jha 11] K.K. Jha, N. Suksawang & A. Agarwal. *The sensitivity of the [beta]-material parameter and its determination based on optimization of error in the mechanical properties.* Computational Materials Science, vol. 50, pages 2891–2897, August 2011.

[Jonsmann 95] J. Jonsmann & S. Brouwstra. *On the resonant frequencies of membranes.* In Proceedings of the Micromechanics Europe Workshop MME, volume 95, pages 160–166, 1995.

[Kermouche 08] G. Kermouche, J.L. Loubet & J.M. Bergheau. *Extraction of stress-strain curves of elastic-viscoplastic solids using conical/pyramidal indentation testing with application to polymers.* Mechanics of Materials, vol. 40, no. 4-5, pages 271–283, April 2008.

[Khan 99] A.S. Khan & K.M. Jackson. *On the evolution of isotropic and kinematic hardening with nite plastic deformation Part I : compression/tension loading of OFHC copper cylinders.* International Journal of Plasticity, vol. 15, no. 12, pages 1265–1275, 1999.

[Kleinermann 00] J.P. Kleinermann. *Identi cation paramétrique et optimisation des procédés de mise à forme par problèmes inverses.* Thèse de doctorat, Université de Liège, 2000.

[Kocks 00] U.F. Kocks, C.N. Tomé & H.R. Wenk. Texture and anisotropy : preferred orientations in polycrystals and their effect on materials properties. Cambridge university press, 2000.

[Lemaitre 04] J. Lemaitre, J.L. Chaboche & P. Germain. Mécanique des matériaux solides. Dunod, 2ème edition, 2004.

[Lemaitre 05] J. Lemaitre & R. Desmorat. Engineering damage mechanics : ductile, creep, fatigue and brittle failures. Springer Verlag, 2005.

[Lichinchi 98] M. Lichinchi, C. Lenardi, J. Haupt & R. Vitali. *Simulation of Berkovich nanoindentation experiments on thin lms using nite element method.* Thin Solid Films, vol. 312, no. 1–2, pages 240–248, January 1998.

[Lopes 99] A.B. Lopes, E.F. Rauch & J.J. Gracio. *Textural vs structural plastic instabilities in sheet metal forming.* Acta Materialia, vol. 47, no. 3, pages 859–866, February 1999.

[Maciejak 07] O. Maciejak & P. Aubert. *Mesure de dureté par nano-indentation.* Techniques de l'ingénieur Nanosciences : concepts, caractérisation et aspects sécurité, vol. TIB194DUO, no. nm7200, pages –, October 2007.

[Malhaire 07] C. Malhaire, M. Ignat, K. Dogheche, S. Brida, C. Josserond & L. Debove. *Realization of thin lm specimens for micro tensile tests.* In Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference, 2007. TRANSDUCERS 2007. International, pages 623–626. IEEE, 2007.

[Malhaire 09] C. Malhaire, C. Seguineau, M. Ignat, C. Josserond, L. Debove, S. Brida, J.M. Desmarres & X. Lafontan. *Experimental setup and realization of*

thin lm specimens for microtensile tests. Review of Scientific Instruments, vol. 80, page 023901, 2009.

[Martegoutte 12] J. Martegoutte. *Corrélation entre les procédés de fabrication, les propriétés microstructurales et les propriétés mécaniques de couches minces métalliques pour applications microsystèmes.* Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 2012.

[Matsuda 02] K. Matsuda. *Prediction of stress-strain curves of elastic-plastic materials based on the Vickers indentation.* Philosophical Magazine A, vol. 82, no. 10, pages 1941–1951, July 2002.

[Meyers 78] M.A. Meyers & L.E. Murr. *A model for the formation of annealing twins in F.C.C. metals and alloys.* Acta Metallurgica, vol. 26, no. 6, pages 951–962, June 1978.

[Meyers 01] M.A. Meyers, O. Vöhringer & V.A. Lubarda. *The onset of twinning in metals : a constitutive description.* Acta Materialia, vol. 49, no. 19, pages 4025–4039, November 2001.

[Moy 11] C.K.S. Moy, M. Bocciarelli, S.P. Ringer & G. Ranzi. *Identi cation of the Material Properties of Al 2024 alloy by means of Inverse Analysis and Indentation Tests.* Materials Science and Engineering, vol. A, 2011.

[Nakamura 07] T. Nakamura & Y. Gu. *Identi cation of elastic-plastic anisotropic parameters using instrumented indentation and inverse analysis.* Mechanics of Materials, vol. 39, no. 4, pages 340–356, April 2007.

[Namazu 07] T. Namazu, H. Takemoto, H. Fujita & S. Inoue. *Uniaxial tensile and shear deformation tests of gold–tin eutectic solder lm.* Science and Technology of Advanced Materials, vol. 8, no. 3, pages 146–152, 2007.

[Neugebauer 60] C.A. Neugebauer. *Tensile properties of thin, evaporated gold lms.* Journal of Applied Physics, vol. 31, page 1096, 1960.

[Nix 89] W.D. Nix. *Mechanical properties of thin lms.* Metallurgical transactions A, vol. 20, no. 11, pages 2217–2245–, 1989.

[Ogawa 97] H. Ogawa, K. Suzuki, S. Kaneko, Y. Nakano, Y. Ishikawa & T. Kitahara. *Measurements of mechanical properties of microfabricated thin lms.* In Micro Electro Mechanical Systems, 1997. MEMS'97, Proceedings, IEEE., Tenth Annual International Workshop on, pages 430–435. IEEE, 1997.

[Ohring 01] M Ohring. Materials science of thin films. Academic press, 2001.

[Okazaki 77] K. Okazaki, T. Odawara & H. Conrad. *Deformation mechanism map for titanium.* Scripta Metallurgica, vol. 11, pages 437–440, 1977.

[Oliver 92] W.C. Oliver & G.M. Pharr. *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments.* Journal of materials research, vol. 7, no. 6, pages 1564–1583, 1992.

[Oliver 04] W.C. Oliver & G.M. Pharr. *Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation : Advances in understanding and re nements to methodology.* Journal of Materials Research, vol. 19, no. 01, pages 3–20, 2004.

[Olovsson 99] L. Olovsson, L. Nilsson & K. Simonsson. *An ALE formulation for the solution of two-dimensional metal cutting problems*. Computers & Structures, vol. 72, no. 4–5, pages 497–507, August 1999.

[Osterberg 97] P.M. Osterberg & S.D. Senturia. *M-TEST : A test chip for MEMS material property measurement using electrostatically actuated test structures*. Journal of Microelectromechanical Systems, vol. 6, no. 2, pages 107–118, 1997.

[Pantale 98] O. Pantale, R. Rakotomalala & M.H Touratier. *An ALE three-dimensional model of orthogonal and oblique metal cutting processes*. International Journal of Forming Processes, vol. 1, pages 371–389, 1998.

[Pearson 57] G.L. Pearson, W.T. Read Jr & W.L. Feldmann. *Deformation and fracture of small silicon crystals*. Acta metallurgica, vol. 5, no. 4, page 181, 1957.

[Pruessner 03] M.W. Pruessner, Todd T.T. King, D.P. Kelly, R. Grover, L.C. Calhoun & R. Ghodssi. *Mechanical property measurement of InP-based MEMS for optical communications*. Sensors and Actuators A : Physical, vol. 105, no. 2, pages 190–200, July 2003.

[Ramberg 43] W. Ramberg & W.R. Osgood. *Description of stress-strain curves by three parameters*. Technical note, vol. 902, pages 1–28, 1943.

[Rasmussen 03] K.J.R. Rasmussen. *Full-range stress-strain curves for stainless steel alloys*. Journal of Constructional Steel Research, vol. 59, no. 1, pages 47–61, January 2003.

[Rauchs 10] G. Rauchs, J. Bardon & D. Georges. *Identi cation of the material parameters of a viscous hyperelastic constitutive law from spherical indentation tests of rubber and validation by tensile tests*. Mechanics of Materials, vol. 42, no. 11, pages 961–973, November 2010.

[Rauchs 11] G. Rauchs & J. Bardon. *Identi cation of elasto-viscoplastic material parameters by indentation testing and combined nite element modelling and numerical optimization*. Finite Elements in Analysis and Design, vol. 47, no. 7, pages 653 – 667, 2011.

[Read 92] D.T. Read & J.W. Dally. *A new method for measuring the constitutive properties of thin lms*. Journal of Materials Research, vol. 8, pages 1542–1549, 1992.

[Ren 02] Z.Y Ren & Q.S Zheng. *A Quantitative study of minimum sizes of representative volume elements of cubic polycrystals – numerical experiments*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, vol. 50, no. 4, pages 881–893, April 2002.

[Rigo 03] S. Rigo. *Microcaractéisation des matériaux et structures issus des technologies microsystèmes*. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse (INPT), 2003.

[Saadoui 05] M. Saadoui. *Optimisation des circuits passifs micro-ondes suspendus sur membrane dielectrique*. Thèse de doctorat, Université Paul Sabatié de Toulouse, 2005.

[Sattouf 03] C. Sattouf, O. Dalverny & R. Rakotomalala. *Identi cation and comparison of different constitutive laws for high speed solicitation.* J. Phys. IV France, vol. 110, pages 201–206, 2003.

[Schnur 92] D.S. Schnur & N. Zabaras. *An inverse method for determining elastic material properties and a material interface.* International Journal for Numerical Methods in Engineering, vol. 33, no. 10, pages 2039–2057, 1992.

[Seguineau 09] C. Seguineau. *Caractérisation micromécanique de matériaux en couche mince destinés aux micro- et nano- technologies.* Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, September 2009.

[Senturia 01] S.D. Senturia. Microsystem design, volume 3. Kluwer academic publishers Boston, 2001.

[Sharpe Jr 97] W.N. Sharpe Jr, B. Yuan & R.L. Edwards. *A new technique for measuring the mechanical properties of thin lms.* Journal of Microelectromechanical Systems, vol. 6, no. 3, pages 193–199, 1997.

[Sharpe Jr 01] W.N. Sharpe Jr, K.M. Jackson, K.J. Hemker & Z. Xie. *Effect of specimen size on Young s modulus and fracture strength of polysilicon.* Journal of Micro ElectroMechanical Systems, vol. 10, no. 3, pages 317–326, 2001.

[Sharpe Jr 05] W.N. Sharpe Jr, G.M. Beheim, N.N. Nemeth, L. Evans & O. Jadaan. *Strength of single-crystal silicon carbide microspecimens at room and high temperature.* In Proceeding SEM Annual Conferenc, Portland, OR, pages 1095–1101. Soc. Exp. Mech. Bethel, CT, 2005.

[Sharpe Jr 08] W.N. Sharpe Jr. *A Review of Tension Test Methods for Thin Films.* In Materials Research Society Symposium Proceedings, volume 1052. Cambridge Univ Press, 2008.

[Shon-Roy 98] L. Shon-Roy, A. Wiesnoski & R. Zorich. Advanced semiconductor fabrication handbook. Integrated Circuit Engineering, 1998.

[Skrzypek 99] J. Skrzypek & A. Ganczarski. Modeling of material damage and failure of structures : theory and applications. Springer Verlag, 1999.

[Sneddon 65] I.N. Sneddon. *The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary pro le.* International Journal of Engineering Science, vol. 3, no. 1, pages 47–57, 1965.

[Stoney 09] G.G. Stoney. *The tension of metallic lms deposited by electrolysis.* Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character, vol. 82, no. 553, pages 172–175, 1909.

[Sun 07] P.L. Sun, E.K. Cerreta, J.F. Bingert, G.T. Gray III & M.F. Hundley. *Enhanced tensile ductility through boundary structure engineering in ultra ne-grained aluminum.* Materials Science and Engineering : A, vol. 464, no. 1–2, pages 343–350, August 2007.

[Sutton 00] M.A. Sutton, S.R. McNeill, J.D. Helm & Y.J. Chao. *Advances in Two-Dimensional and Three-Dimensional Computer Vision.* In PramodK. Rastogi, editeur, Photomecanics, volume 77 of *Topics in Applied Physics*, pages 323–372. Springer Berlin Heidelberg, 2000.

[Tabor 48] D. Tabor. *A simple theory of static and dynamic hardness.* Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences, vol. 192, no. 1029, pages 247–274, 1948.

[Tenckhoff 88] E. Tenckhoff. Deformation mechanisms, texture, and anisotropy in zirconium and zircaloy, volume 966. ASTM International, 1988.

[Tho 04] K.K. Tho, S. Swaddiwudhipong, Z.S. Liu, K. Zeng & J. Hua. *Uniqueness of reverse analysis from conical indentation tests.* Journal of Materials Research, vol. 19, no. 08, pages 2498–2502, 2004.

[Timoshenko 59] S. Timoshenko & S. Woinowsky-Krieger. Theory of plates and shells, volume 2. Engineering Societies Monographs, New York : McGraw-Hill, 1959, 1959.

[Timoshenko 64] S. Timoshenko. *Vibration problems in engineering.* Van Nostraud, 1964.

[Tsuchiya 98] O. Tsuchiya T.and Tabata, J. Sakata & Y. Taga. *Specimen size effect on tensile strength of surface micromachined polycrystalline silicon thin lms.* Journal of Micro ElectroMechanical Systems, vol. 7, pages 106–113, 1998.

[Tsuchiya 05] T. Tsuchiya, M. Hirata & N. Chiba. *Youngs modulus, fracture strain, and tensile strength of sputtered titanium thin lms.* Thin Solid Films, vol. 484, no. 1-2, pages 245–250, 2005.

[Vatne 96] H.E. Vatne, T. Furu, R. Ørsund & E. Nes. *Modelling recrystallization after hot deformation of aluminium.* Acta Materialia, vol. 44, no. 11, pages 4463–4473, November 1996.

[Venkatesh 00] T.A. Venkatesh, K.J. Van Vliet, A.E. Giannakopoulos & S. Suresh. *Determination of elasto-plastic properties by instrumented sharp indentation : guidelines for property extraction.* Scripta materialia, vol. 42, no. 9, pages 833–839, 2000.

[Vlassak 92] J.J. Vlassak & W.D. Nix. *A new bulge test technique for the determination of Youngs modulus and Poissons ratio of thin lms.* Journal of Materials Research, vol. 7, no. 12, pages 3242–3249, 1992.

[Vlassak 94] J.J. Vlassak & W.D. Nix. *Measuring the elastic properties of anisotropic materials by means of indentation experiments.* Journal of the Mechanics and Physics of Solids, vol. 42, no. 8, pages 1223–1245, August 1994.

[Wilson 96a] C.J. Wilson & P.A. Beck. *Fracture testing of bulk silicon microcantilever beams subjected to a side load.* Journal of Microelectromechanical System, vol. 5, no. 3, pages 142–150, 1996.

[Wilson 96b] C.J. Wilson, A. Ormeggi & M. Narbutovskih. *Fracture testing of silicon microcantilever beams.* Journal of Applied Physics, vol. 79, page 2386, 1996.

[Yi 99] T. Yi & C.J. Kim. *Measurement of mechanical properties for MEMS materials*. Measurement Science and Technology, vol. 10, no. 8, pages 706–16, 1999.

[Youssef 10] H. Youssef, A. Ferrand, P. Calmon, P. Pons & R. Plana. *Methods to improve reliability of bulge test technique to extract mechanical properties of thin lms*. Microelectronics Reliability, vol. 50, no. 9-11, pages 1888–1893, September 2010.

[Zaefferer 03] S Zaefferer. *A study of active deformation systems in titanium alloys : dependence on alloy composition and correlation with deformation texture*. Materials Science and Engineering : A, vol. 344, no. 1-2, pages 20–30, March 2003.

[Zhang 00] T.Y. Zhang, Y.J. Su, C.F. Qian, M.H. Zhao & L.Q. Chen. *Microbridge testing of silicon nitride thin lms deposited on silicon wafers*. Acta materialia, vol. 48, no. 11, pages 2843–2857, 2000.

[Ziebart 99] V. Ziebart. *Mechanical properties of CMOS thin lms*. Thèse de doctorat, Swiss Federal Institute of Technology Zurich, 1999.