



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

Ecole doctorale EMMA : Energie Mécanique Matériaux

THÈSE

Pour l'obtention du titre de :

DOCTEUR de L'UNIVERSITÉ DE LORRAINE

Spécialité : Sciences des Matériaux

Présentée par :

Célia CAËR

Caractérisation par nanoindentation et modélisation micromécanique de l'activation de mécanismes inélastiques : plasticité cristalline et transformation martensitique

Thèse soutenue publiquement le 9 décembre à Metz devant le jury composé de :

Patrick Delobelle	Ingénieur de recherche HDR à l'Université de Franche-Comté	Rapporteur
Jose San Juan	Professeur à l'Université du Pays Basque (Espagne)	Rapporteur
Shabnam Arbab Chirani	Professeur à l'ENIB	Examineur
Tarak Ben Zineb	Professeur à l'Université de Lorraine	Examineur
Marc Fivel	Directeur de Recherche CNRS au SIMaP-GMP2	Examineur
Etienne Patoor	Professeur à Arts et Métiers ParisTech	Directeur de thèse
Jean-Sébastien Lecomte	Ingénieur de Recherche CNRS au LEM3	Co-directeur de thèse
Stéphane Berbenni	Chargé de Recherche HDR CNRS au LEM3	Co-encadrant

Université de Lorraine – Pôle M4 : matière, matériaux, métallurgie, mécanique

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3) à Metz sous la direction d'Etienne Patoor, Professeur à Arts et Métiers ParisTech, de Jean-Sébastien Lecomte, Ingénieur de Recherche CNRS et de Stéphane Berbenni, Chargé de Recherche CNRS.

Je tiens tout d'abord à remercier mes trois directeurs de thèse de m'avoir offert l'opportunité de réaliser ce travail mais aussi pour le temps, le soutien et l'énergie qu'ils m'ont apportés tout au long de ces trois années et la confiance qu'ils ont su me redonner quand j'ai douté. Je remercie aussi grandement André pour sa disponibilité, sa sympathie et surtout pour ses conseils toujours avisés. Un grand merci à tous les quatre pour tout ce temps et toute cette bonne humeur passés à la recherche du « pop-in » perdu !

Je tiens à remercier Shabnam Arbab Chirani de m'avoir fait l'honneur de présider le jury de soutenance mais aussi de m'avoir introduit dans le monde des Alliages à Mémoire de Forme. C'est ensuite à Patrick Delobelle et Jose San Juan que j'adresse mes sincères remerciements pour avoir rapporté ce travail de thèse. Merci aussi à Marc Fivel et Tarak Ben Zineb d'avoir accepté de participer à ce jury en temps qu'examineurs.

Je remercie également tous les membres du LEM3 et particulièrement de l'équipe SMART qui ont participé de près ou de loin à ce travail. Un grand merci à Laurent, Gaël, Yves, Dominique et surtout Boris pour leur disponibilité, leur bonne humeur perpétuelle et leur aide précieuse.

Je tiens aussi à remercier Nadine, Denis, Marc, Julien, Francis, Dimitrios, Koffi, Sophie, Marion, Vanessa et tous ceux qui m'ont soutenu lors de la dernière ligne droite, avec une mention spéciale pour Nicolas pour sa bonne humeur et son soutien au quotidien.

Je remercie également Raphaël, Daniel, Jinna, Patricia, Mathieu et tous les collègues de badminton qui m'ont permis de m'évader tous ces midis.

Merci à mes parents et à mes grands-parents de m'avoir épaulée et d'avoir cru en moi tout au long de mes études et jusqu'au bout. Merci encore.

Table des matières

Table des matières	8
Notations	12
Introduction Générale	17
I. Revue bibliographique	21
I.1. Indentation instrumentée.....	21
I.1.1. Caractéristiques principales.....	22
I.1.2. Méthodologies d'analyse des courbes.....	27
I.1.3. Difficultés expérimentales.....	37
I.2. Phénomènes observés en nanoindentation.....	48
I.2.1. Caractérisation de grandeurs macroscopiques.....	48
I.2.2. Effets de taille.....	50
I.2.3. Inélasticités aux échelles fines.....	51
I.3. Conclusions du chapitre.....	56
II. Critères d'activation pour la plasticité et la transformation de phase sous un indent	57
II.1. Calculs de Hertz et champs de contrainte sous l'indent en élasticité isotrope et anisotrope.....	58
II.1.1. Théorie du contact élastique de Hertz.....	58
II.1.2. Détermination du champ de contrainte d'indentation.....	66

II.2. Détermination des forces motrices.....	73
II.2.1. Plasticité dans les CFC.....	73
II.2.2. Transformation de phase dans les AMF.....	76
II.3. Simulation numérique.....	81
II.3.1. Présentation de SimulaPlus.....	81
II.3.2. Architecture du programme.....	82
II.4. Conclusions du chapitre.....	86

III. Etude expérimentale et numérique de la plasticité cristalline par nanoindentation : cas du nickel pur **89**

III.1. Matériau étudié.....	89
III.1.1. Echantillon étudié.....	89
III.1.2. Choix des grains indentés.....	91
III.2. Essais de nanoindentation.....	91
III.2.1. Protocole expérimental.....	92
III.2.2. Résultats.....	94
III.2.3. Répétabilité.....	97
III.3. Analyse et discussion.....	100
III.3.1. Réponse élastique de Hertz.....	101
III.3.2. Charge de « pop-in » : activation des systèmes de glissement.....	107
III.3.3. Longueur du premier « pop-in » : travail plastique.....	118
III.3.4. Relation entre charge critique et longueur de « pop-in ».....	121
III.4. Conclusions du chapitre.....	125

IV. Etude expérimentale et numérique de la transformation de phase dans les AMF par nanoindentation : cas du CuAlBe	129
IV.1. Matériau étudié.....	130
IV.1.1. Choix du matériau.....	130
IV.1.2. Caractéristiques de l'alliage CuAlBe.....	131
IV.1.3. Echantillon étudié.....	135
IV.1.4. Choix des grains indentés.....	137
IV.2. Essais de nanoindentation.....	138
IV.2.1. Protocole expérimental.....	138
IV.2.2. Résultats expérimentaux.....	141
IV.3. Analyse des résultats et discussion.....	145
IV.3.1. Réponse élastique de Hertz.....	147
IV.3.2. Charges de « pop-in » et de « pop-out » : signature de réversibilité de la transformation martensitique.....	153
IV.3.3. Charge de « pop-in » : activation des variantes.....	156
IV.3.4. Force critique d'activation : comparaison nano/macro.....	163
IV.4. Conclusions du chapitre.....	168
Conclusion générale	171
Bibliographie	177

Annexes	193
Annexe A : Détails du programme.....	195
Annexe B : Calcul de la raideur du système de fixation.....	200
Annexe C : Mesure du rayon de pointe de l'indent.....	202
Annexe D : Calcul des incertitudes.....	203
Annexe E : Estimation du paramètre a_r	205
Annexe F : Courbes brutes de nanoindentation sur le CuAlBe.....	206
Annexe G : Programme de lissage.....	207

Notations

a	Rayon de contact	A_T	Aire de contact projetée tronquée
a_n	Composantes de la normale au plan d'habitat	A_0	Constante déterminée à partir des tables de Vlassak et Nix
b_n		b	Vecteur de Burgers
c_n		b_b	Grand axe d'une ellipse
a_m	Composantes de la direction de glissement	B	Constante liée à l'énergie chimique
b_m		$B(t)$	Tenseur de Green
c_m		B_{OP}	Constante expérimentale introduite par Oliver et Pharr
a_b	Demi-petit axe d'une ellipse	B_{VN}	Constante déterminée à partir des tables de Vlassak et Nix
a_r	Distance caractéristique associée à l'épaisseur du domaine cisailé plastiquement sous l'indent	c_{VN}	Constante déterminée à partir des tables de Vlassak et Nix
a_{VN}	Constante déterminée à partir des tables de Vlassak et Nix	C	Raideur
A	Facteur d'anisotropie	C_d	Raideur à la décharge
$A(h_c)$	Fonction d'aire	C_i	Raideur de la machine d'indentation
A'	Aire de contact	C_s	Raideur de l'échantillon
A_d	Aire de contact développée	C_T	Raideur totale
A_f	Température de fin de transformation inverse	C_{11}	Constantes élastiques indépendantes pour une symétrie cubique
A_H	Aire de contact projetée résultant du contact sphérique	C_{12}	
A_{hkl}	Facteur d'anisotropie directionnel	C_{44}	
A_i	Section de l'indent	$E_{eff}^{(hkl)}$	Module effectif d'indentation (méthode de Vlassak et Nix)
A_p	Aire de contact projetée	E_{hkl}	Module d'Young directionnel (méthode de Kang)
A_{PU}	Aire de contact projetée entre l'indent et les bourrelets	E_i	Module d'élasticité de l'indent
A_{OP}	Aire de contact projetée d'après la méthode Oliver et Pharr	E_N	Module d'indentation normalisé
A_s	Température de début de transformation inverse	E_r	Module d'élasticité réduit

E_s	Module d'élasticité de l'échantillon	Δh	Paramètre ajustable en fonction de la troncature de pointe
F	Effort appliqué	H	Dureté
F_c	Force critique d'activation	HM	Dureté Meyer
F_c^{PI}	Charge critique de « pop-in »	H_1	Fonctions de potentiel
F_c^{PO}	Charge critique de « pop-out »	H_2	
F_c^{POf}	Charge de fin d'un « pop-out »	m_{OP}	Paramètre permettant de fitter la décharge (Oliver et Pharr)
F_d	Force motrice de transformation	$m^{(v)}$	Direction de transformation
F_m	Effort maximal	M_f	Température de fin de transformation martensitique
F_p	Effort de fin de décharge partielle	M_s	Température de début de transformation martensitique
F_1	Fonctions de potentiel	$n^{(s)}$	Normale au plan de glissement
F_2		$n^{(v)}$	Normale au plan d'habitat
ΔF	Amplitude d'hystérésis	N	Nombre de dislocations
g	Amplitude du déplacement	N_{hkl}	Nombre de dislocations émises sous l'indent, fonction de l'orientation du grain
G_1	Fonctions de potentiel	p	Pression normale
G_2		\tilde{p}	Distribution surfacique de pression
h	Profondeur d'indentation instantanée	p_m	Pression moyenne de contact
h'	Profondeur de pénétration corrigée	p_0	Pression normale maximale
h_c	Profondeur de contact	p_{0c}	Pression normale critique
h_e	Déplacement de la surface autour de l'indent	PC	Critère de Patel et Cohen
h_i	Profondeur initiale de contact	PC_{ind}	Critère de Patel-Cohen d'indentation
h_m	Profondeur maximale d'indentation	P_{gl}	Matrice de passage du repère global au repère local
h_p	Profondeur de décharge partielle	P_{lg}	Matrice de passage du repère local au repère global
h_r	Profondeur résiduelle	q_x	Effort tangentiel dans la direction x
h_s	Déplacement de la surface autour de l'indent		
h, k, l	Indices de Miller		

q_y	Effort tangentiel dans la direction y	α	Paramètre prédictif du comportement élasto-plastique
r	Distance polaire	α_A	Rapport A_p/A_i
R	Rayon de pointe l'indent	α_T	Angle entre le sommet d'une pointe Berkovich et les trois faces
$R_{ij}^{(s)}$	Tenseur de Schmid	α_1	
$R_{ij}'^{(v)}$	Tenseur d'orientation	α_2	Cosinus directeurs
R_r	Rayon de l'empreinte résiduelle	α_3	
(s)	Système de glissement	β	Paramètre représentant la non-axisymétrie de la pointe
$s^{(s)}$	Direction de glissement	$\beta_{(hkl)}$	Facteur de correction (Vlassak et Nix)
S	Facteur de Schmid	γ	Amplitude du glissement plastique
S_a	Surface fermée	γ^p	Cisaillement plastique
S_i	Complaisance du nanoindenteur	δ	Déplacement normal sur l'axe de symétrie
S_{ind}	Facteur de Schmid d'indentation	δ_{exc}	Longueur de « pop-in »
S_s	Complaisance de l'échantillon	ε	Constante liée à la géométrie de l'indent
S_T	Complaisance totale	ε^p	Déformation plastique
S_{11}	Complaisances élastiques	ε^T	Déformation de transformation
S_{12}	indépendantes pour une symétrie cubique	θ	Angle polaire
S_{44}		κ	Orientation du cristal
T	Température ambiante	μ	Module de cisaillement
T_0	Température d'équilibre	ν	Coefficient de Poisson
u_x	Déplacement élastique dans la direction x	ν_i	Coefficient de Poisson de l'indent
u_y	Déplacement élastique dans la direction y	ν_s	Coefficient de Poisson de l'échantillon
u_z	Déplacement élastique dans la direction z	$\nu_{<100>}$	Coefficient de Poisson dans la direction <100>
(v)	Variante	ρ	Distance
W_e	Travail élastique		
W_p	Travail plastique		
W_t	Travail total		

σ_{ij}	Composante ij du tenseur de contraintes	ω'	Déviations entre l'angle de pointe réel d'un indent Berkovich et sa valeur théorique
σ_x	Contrainte dans la direction x	ω_T	Angle de pointe d'indent
σ_y	Contrainte dans la direction y	ω_0	Angle de pointe d'indent théorique pour un Berkovich
σ_z	Contrainte dans la direction normale au contact		
$\tilde{\sigma}_{xx}$	Composantes de la contrainte due à un contact ponctuel		
$\tilde{\sigma}_{yy}$			
$\tilde{\sigma}_{zz}$			
Σ	Contrainte macroscopique		
τ_c	Cission critique		
τ_R	Cission résolue		
τ_{th}	Résistance théorique à l'écoulement		
τ_{xy}	Composantes de la contrainte de cisaillement		
τ_{yz}			
τ_{zx}			
$\tilde{\tau}_{xy}$	Composantes de la contrainte de cisaillement due à un contact ponctuel		
$\tilde{\tau}_{yz}$			
$\tilde{\tau}_{zx}$			
φ_1	Angles d'Euler		
ϕ			
φ_2			
ψ	Fonctions potentiel de Bousinesq		
ψ_1			
ω	Angle entre une face et l'axe de l'indent		

Introduction Générale

Les Alliages à Mémoire de Forme (AMF) sont des métaux présentant des comportements particuliers complexes leur donnant des applications dans l'aéronautique, le biomédical ou encore la micro-électronique. Cependant l'intégration industrielle de ces matériaux requiert de pouvoir prédire leur comportement sous différents types de chargements thermomécaniques. De nombreux modèles ont été développés jusqu'à présent afin de décrire la réponse des AMF pour tout type de sollicitations mécanique multiaxiale ou thermomécanique. Cependant la plupart de ces modèles sont des approches à « champs moyens » basées sur des descriptions phénoménologiques de l'activation de la transformation martensitique, moyennant ainsi la transformation à l'échelle granulaire.

L'objectif de ce travail de thèse est double. Il consiste en premier lieu à développer un nouveau critère d'activation de la transformation de phase, basé sur des considérations micromécaniques à l'échelle de la variante de martensite afin, à terme, de venir enrichir les modèles déjà existants. Le second objectif de ce travail est de caractériser par nanoindentation les prémices de la transformation de phase, autrement dit l'activation des premières variantes de martensite.

Au vu de la difficulté de l'étude, aussi bien expérimentale que théorique, et du peu de références bibliographiques sur le sujet, le modèle aussi bien que la procédure expérimentale ont fait l'objet d'une validation sur un matériau de référence : le nickel. Ce matériau ne présentant pas de transformation martensitique, nous nous sommes intéressés dans ce cas à l'activation de la plasticité cristalline.

La nanoindentation étant une technique relativement récente, le premier chapitre se concentre sur la présentation de cette technique et de différentes méthodes d'analyse des courbes effort-déplacement résultantes. Les principales difficultés techniques et méthodologiques pouvant être rencontrées en nanoindentation sont reportées et discutées à la lumière de la littérature. Enfin sont présentées rapidement différentes utilisations possibles de la technique de l'indentation instrumentée déviant des classiques calculs du module d'élasticité local et de la dureté locale.

Le deuxième chapitre présente la méthodologie du modèle numérique, en commençant par la théorie du contact élastique de Hertz, puis la théorie de la mécanique du contact de Johnson, adapté à l'indentation. Le calcul du facteur de Schmid caractérisant

l'activation de la plasticité cristalline dans les matériaux CFC sous sollicitation uniaxiale est rappelé avant d'être étendu à un chargement de nanoindentation, sous le nom de facteur de Schmid d'indentation. La transformation martensitique subie par les AMF est ensuite rapidement présentée, ainsi que le critère de Patel et Cohen caractérisant l'activation de cette transformation sous un chargement homogène. Le nouveau critère développé dans cette étude, le critère Patel-Cohen d'indentation, décrivant les prémices de l'activation de la transformation martensitique sous l'indent, est détaillé. Le chapitre se clos sur la présentation des organigrammes du programme développé dans cette étude pour le cas de l'activation de plasticité cristalline et de la transformation martensitique.

Le troisième chapitre se concentre sur l'étude de l'activation de la plasticité cristalline dans le nickel. La procédure expérimentale est détaillée, et les courbes de nanoindentation présentées puis analysées à la lumière de la théorie élastique de Hertz et du facteur de Schmid d'indentation. L'activation de la plasticité se caractérisant, dans le cas du nickel, par la formation d'une excursion en déplacement, appelée « pop-in » pendant la phase de chargement. Ici, une attention toute particulière est posée sur cet évènement inélastique. L'influence de l'orientation cristallographique sur différents paramètres de l'activation de la plasticité est aussi étudiée.

Le quatrième chapitre détaille l'étude menée sur le CuAlBe afin de caractériser les prémices de la transformation martensitique dans cet AMF. Cette activation de la transition de phase est caractérisée par la formation d'excursions en déplacement durant la charge (« pop-ins ») et pendant la décharge (« pop-outs ») lors d'un essai de nanoindentation. Ces courbes sont étudiées puis analysées à la lumière de la théorie de Hertz et du critère de Patel-Cohen d'indentation développé pour cette étude. Encore une fois, l'accent est porté sur l'influence de l'orientation cristallographique sur l'activation de la transformation de phase en termes notamment de charge critique d'activation, de position de la formation de la première variante de martensite ou encore de détermination de cette variante. . Un effet d'hystérésis à l'échelle des variantes est alors caractérisé expérimentalement grâce au « pop out » et théoriquement grâce à une étude thermodynamique.

Cette étude (notamment les principaux résultats reportés dans les chapitres 3 et 4 présentant un caractère nouveau) a fait l'objet d'une publication dans Materials Science and Engineering A en 2013 [Cae13].

I. Revue bibliographique

La nanoindentation est une technique d'indentation instrumentée permettant l'étude expérimentale des propriétés des matériaux aux échelles fines. Développée initialement pour l'étude des films minces, cette technique a subi de nombreux développements ces vingt dernières années, et permet à présent de déterminer les propriétés mécaniques des matériaux à l'échelle locale telles que la dureté, le module d'Young ou encore l'écroutissage. Ce chapitre constitue un état de l'art de la nanoindentation, présentant dans un premier temps le principe de cette technique, puis détaillant les trois méthodes d'analyse des courbes les plus utilisées au cours de ces vingt dernières années. Cependant la nanoindentation étant une technique expérimentale opérant dans des gammes d'effort et de déplacement très faibles, de nombreuses difficultés aussi bien expérimentales qu'analytiques interviennent lors des essais. Les principales limitations sont ainsi présentées et quelques solutions sont détaillées à la lumière de la littérature actuelle. Dans une dernière section, ce chapitre donne un aperçu de l'étendue des possibilités d'études offertes par cette technique.

I.1. Indentation instrumentée

Les tests de dureté sont un des moyens les plus utilisés pour déterminer les propriétés mécaniques d'un matériau. Un test d'indentation traditionnel consiste à mesurer la résistance locale d'un matériau à la déformation plastique. La dureté n'est pas une propriété mécanique intrinsèque du matériau mais une grandeur conventionnelle. Il existe différentes conventions de tests dureté (Vickers, Brinell, Knoop, Rockwell...) basés sur le même principe consistant à enfoncer un poinçon (généralement en diamant) dans un milieu en appliquant un effort F connu, puis de le retirer après un certain temps. Après suppression de la charge, une empreinte résiduelle subsiste dans le matériau. La dureté conventionnelle (au sens de Vickers ou Brinell) est définie comme l'équivalent de la pression moyenne sous l'indent c'est à dire comme le rapport de l'effort maximal appliqué F_m et de l'aire de contact A' entre l'indent et la surface :

$$H = \frac{F_m}{A'} \quad (I-1)$$

Dans des tests de dureté et de microdureté conventionnels (Vickers, Brinell), cette aire de contact développée est déterminée en mesurant les diagonales ou le diamètre de l'empreinte résiduelle par observation au microscope optique. Aux éventuelles erreurs

dues à l'appareillage, vient donc s'ajouter une potentielle erreur de mesure de l'utilisateur, notamment lorsque la taille de l'empreinte devient trop faible pour être observée au microscope optique. Une nouvelle technique a ainsi vu le jour, permettant la mesure de la dureté sans recourt à l'imagerie optique. La nanoindentation instrumentée a été développée depuis les années 1980 du fait de l'apparition de nouveaux matériaux liés aux NEMS et MEMS (respectivement Nano et Micro Electro-Mechanical Systems), et notamment des films minces, requérant des profondeurs d'indentation très faibles.

I.1.1. Caractéristiques principales

I.1.1.1. Principe de l'indentation instrumentée

Le principe de la nanoindentation est basé sur celui des essais de dureté usuels dans le sens où l'on vient enfoncer un indent dans la surface de l'échantillon avant de le retirer. Les différences majeures entre essais de dureté et de nanoindentation, sont que la nanoindentation présente des gammes d'effort et de profondeur de pénétration bien inférieures à un essai de dureté ou de microdureté (pouvant atteindre la dizaine de micronewtons pour l'effort et l'ordre du nanomètre pour la profondeur de pénétration).

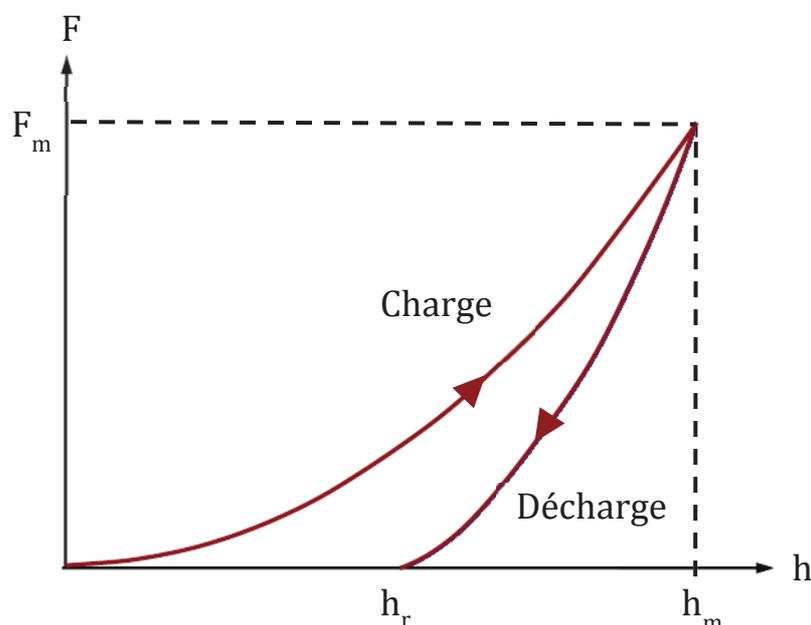


Figure (I-1) : Courbe typique d'un cycle charge-décharge de nanoindentation

De plus, lors d'un essai de nanoindentation, la profondeur de pénétration h et l'effort F sont mesurées dynamiquement lors d'un cycle de charge-décharge ce qui permet de tracer la courbe force-déplacement résultante, généralement appelée courbe

d'indentation. La figure (I-1) montre un exemple typique de courbe d'indentation d'un matériau élastoplastique homogène pénétré par un indent pointu (i.e. non-sphérique).

Nous noterons dans cette étude F_m l'effort maximal, h_m la profondeur d'indentation maximale et h_r la profondeur résiduelle définie comme la profondeur de l'empreinte résiduelle subsistant une fois la décharge achevée. De cette courbe d'indentation, il est possible de déterminer le module d'élasticité local ainsi que la nanodureté sans recourir à l'image de l'indent. Il faut noter que les concepts de dureté et de module d'Young local définis d'après les méthodes décrites par la suite sont des paramètres manufacturés fortement dépendants de la géométrie de la pointe, du comportement élastique et/ou inélastique du matériau et des conditions aux limites de l'étude. C'est pourquoi dans la suite de cette étude le module d'Young local sera désigné par l'expression plus rigoureuse de « module d'indentation ».

La détermination des propriétés mécaniques nécessite le calcul de l'aire de contact pour toute profondeur d'indentation h . Pour cela, la géométrie de la pointe d'indent doit être parfaitement définie comme une fonction de h (fonction d'aire). L'aire de contact peut être définie de deux façons, soit comme la surface de l'indent en contact avec l'échantillon (aire de contact développée A_d), soit comme la surface correspondant à la projection de l'aire de contact développée sur la surface de l'échantillon (aire de contact projetée A_p) (figure (I-2)).

En exprimant l'aire de contact en fonction de la profondeur maximale d'indentation h_m on est conduit à une surestimation de l'empreinte résiduelle, c'est pourquoi l'aire de contact est plus rigoureusement exprimée en fonction de h_c , la profondeur de contact entre l'indent et l'échantillon.

On observe sur la figure (I-2) une déflexion de la surface sous la charge d'indentation qui correspond à un phénomène d'enfoncement (ou « sink-in »), le phénomène inverse, apparition de bourrelets (ou « pile-up ») au voisinage de l'indent, peut subvenir, en fonction du rapport E_s/H (module d'indentation sur dureté) du matériau testé.

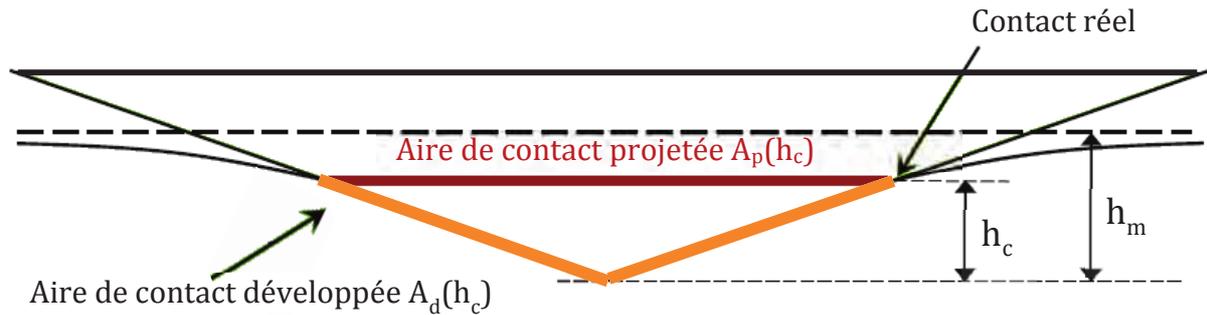


Figure (I-2) : Illustration schématique des définitions d'aire de contact développée et projetée lors d'un essai de nanoindentation

La détermination précise de l'aire de contact réelle est fondamentale lors d'un essai de nanoindentation [Her00], car elle a une forte influence sur les calculs de dureté et de module d'indentation. Cela requiert une bonne connaissance de la géométrie de l'indenteur donnée par une méthode de calibration spécifique prenant en compte la déviation de la géométrie réelle de l'indenteur par rapport à celle de l'indenteur idéal (un exemple de telle calibration sera montré dans un prochain paragraphe).

Du fait des faibles efforts auxquels sont réalisés les essais de nanoindentation, le déplacement total mesuré est la somme du déplacement de l'échantillon et de celui de l'indenteur. Cela induit que la raideur calculée lors des essais prend en compte la rigidité de l'échantillon et celle de la machine. C'est pourquoi la rigidité de la machine doit être un paramètre parfaitement connu.

De la même façon, le module E_r ainsi calculé est un module global comprenant l'élasticité de l'indenteur et celle du matériau testé. On définit donc en nanoindentation le module réduit E_r de la façon suivante :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu_s^2}{E_s} \quad (I-2)$$

Où E_i et ν_i sont respectivement les modules d'élasticité et le coefficient de Poisson de l'indenteur (généralement en diamant et bien connus). En supposant le coefficient de Poisson ν_s de l'échantillon connu, il est donc possible de remonter au module d'indentation E_s du matériau (« s » faisant référence à « sample » ou « specimen » en anglais, ce qui signifie éprouvette en français).

1.1.1.2. Indents utilisés en nanoindentation

L'indent est en général fabriqué en diamant du fait de la haute dureté et du haut module d'élasticité de ce matériau, ce qui permet d'éviter que la pointe soit endommagée par des phénomènes irréversibles tels que la plasticité durant l'essai. L'importance de la détermination exacte de la fonction d'aire a été évoquée plus tôt, or il faut noter que l'aire de contact dépend de la profondeur d'indentation mais aussi et surtout de la géométrie de la pointe. L'utilisation d'un indent de type Berkovich est préconisée en nanoindentation, cependant l'utilisation de pointes sphérique ou conique peut être pertinente en fonction des besoins.

a. Indent de type Berkovich

Un indent de type Berkovich est une pyramide à base triangulaire ayant la particularité d'avoir la même fonction d'aire, soit la même relation entre l'aire de contact projetée A_p et la profondeur de contact h_c , qu'un Vickers (figure (I-3)).

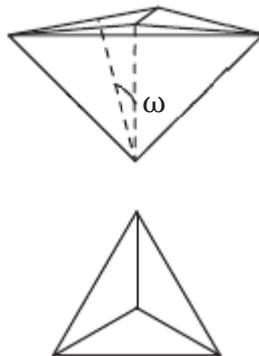


Figure (I-3) : Géométrie d'une pointe d'indentation de type Berkovich et de l'empreinte résiduelle due à ce type d'indent.

Larsson et al. [Lar96] ont comparé grâce à une étude par éléments finis l'utilisation de pointes Berkovich et Vickers pour des calculs de dureté en nanoindentation instrumentée. Ils ont ainsi démontré que les deux types d'indent donnaient des résultats proches, ce qui valide l'utilisation de pointes Berkovich en nanoindentation. L'indent Berkovich est préféré à une pointe Vickers en indentation instrumentée car, à faible échelle, il est plus aisé de manufacturer une pyramide à base triangulaire qu'une pyramide à base carrée.

L'angle total de pointe ω_T d'un indente Berkovich est de $142,3^\circ$, et ω , l'angle entre l'axe de la pyramide et les 3 faces, est égal à $65,3^\circ$. L'aire de contact projetée s'écrit de la façon suivante :

$$A_p = 3\sqrt{3}h_c^2 \tan^2 \omega \quad (I-3)$$

Ce qui donne, dans l'hypothèse d'un indente Berkovich parfait :

$$A_p = 24,5h_c^2 \quad (I-4)$$

b. Indente sphérique

Les indentations sphériques sont généralement préférées dans le cas de matériaux mous. Si l'effort appliqué est faible, ils produisent majoritairement des déformations élastiques (figure (I-4)). A plus fortes charges d'indentation, les déformations produites sont plutôt de type élasto-plastique, permettant l'étude de la plasticité ou de l'écrasement dans la transition élastique-plastique.

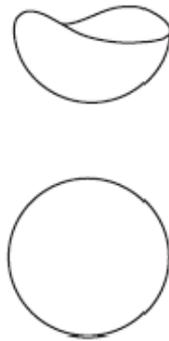


Figure (I-4) : Géométrie d'une pointe d'indentation sphérique et de l'empreinte résiduelle due à ce type d'indent.

Leur fonction d'aire est simple, elle dépend de R , le rayon de pointe de l'indente :

$$A_p = 2\pi R h_c \quad (I-5)$$

Il est cependant difficile de fabriquer des indentations sphériques de faible diamètre ($<1\mu\text{m}$), c'est pourquoi il est fréquent d'utiliser des indentations Berkovich émoussées, en émettant l'hypothèse que l'usure rend la pointe sphérique.

c. Indente conique

Ce sont aussi des indentations très difficiles à fabriquer à faible échelle. Ils sont principalement utilisés en modélisation de la nanoindentation, du fait de leur axisymétrie et qu'à la différence des Berkovich, ces indentations ne créent pas de

complications dues à des concentrations de contrainte au périmètre de l'indent (figure (I-5)).

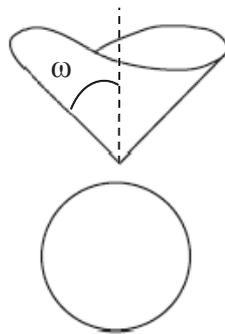


Figure (I-5) : Géométrie d'une pointe d'indentation conique et de l'empreinte résiduelle due à ce type d'indent.

Ils sont caractérisés par l'angle de pointe ω entre l'axe de l'indent et la surface extérieure. L'aire de contact projetée pour un indent sphérique s'exprime alors comme suit :

$$A_p = \pi h_c^2 \tan^2 \omega \quad (I-6)$$

Il a été mentionné plus tôt que les propriétés mécaniques locales des matériaux testés peuvent être déduites de la courbe d'indentation. Différentes méthodologies d'analyse des courbes ont ainsi vu le jour, trois d'entre elles sont présentées ici.

I.1.2. Méthodologies d'analyse des courbes

I.1.2.1. Méthode de Doerner et Nix

La méthode de Doerner et Nix [Doe86] propose un modèle de calcul de la dureté et du module d'indentation à partir de la courbe de décharge. Cette méthode repose sur la décomposition du déplacement total de l'indent dans le matériau en un déplacement élastique et un déplacement plastique. Ce modèle a été développé pour une pointe Berkovich, la dureté calculée par cette méthode pourra donc être comparée à une dureté Vickers. Pour ce calcul, il est nécessaire de déterminer ce que les auteurs nomment « profondeur plastique » définie comme la profondeur de l'indent en contact avec le matériau sous chargement et qui correspond donc au h_c défini précédemment (figure (I-6)).

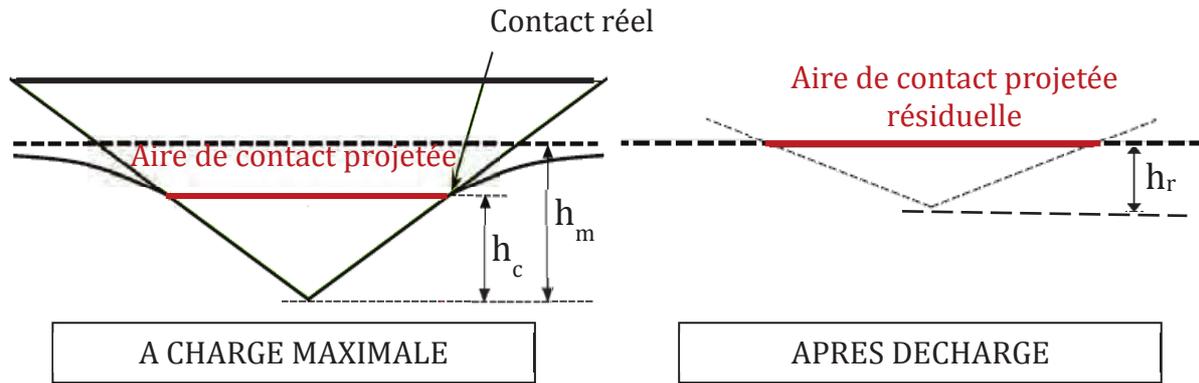


Figure (I-6) : Représentation schématique du processus d'indentation illustrant le recouvrement de déformation après décharge.

La profondeur plastique peut être obtenue graphiquement à partir de la courbe d'indentation. Le principe est de tracer une droite tangente au premier tiers de la courbe de décharge à partir de la charge maximale F_m et de l'extrapoler jusqu'à charge nulle (figure (I-7)). L'intersection de cette droite avec l'axe des abscisses est définie comme la profondeur plastique h_c . Cette méthode suppose que l'aire de contact entre l'indent et le matériau reste constante durant l'initiation de la décharge.

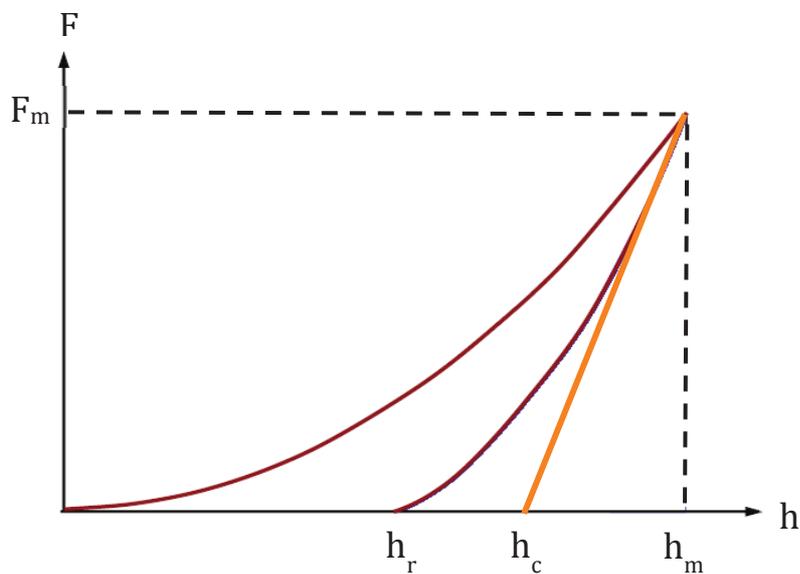


Figure (I-7) : Courbe de charge-décharge typique issue d'indentation, méthode de Doerner et Nix.

La dureté selon la méthode de Doerner et Nix est calculée selon l'équation (I-1), en considérant F_m l'effort maximal, facilement obtenu à partir de la courbe de charge-décharge et A_p l'aire de contact projetée. La fonction d'aire considérée est celle d'un indenteur Berkovich idéal (équation (I-4)).

Concernant le calcul du module d'indentation, ce modèle repose sur l'hypothèse suivante : si l'indent reste en contact avec l'échantillon durant les premières étapes de la décharge, le comportement élastique peut être modélisé comme celui d'un poinçon cylindrique à bout plat indentant un solide élastique. Ceci permet d'adopter la solution de Sneddon [Sne65] pour la déformation élastique d'un matériau élastique isotrope sous l'action de ce type d'indent. En rapportant l'aire projetée en contact avec l'indent à l'aire du poinçon plat, on obtient une relation entre le module d'indentation et la raideur à la décharge C_d :

$$C_d = \frac{dF}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_p} \quad (I-7)$$

Où A_p est l'aire projetée pour indent Berkovich idéalement parfait, E_r le module réduit, prenant en compte la non-rigidité de l'indent (cf. équation (I-2)).

Cette méthode permet donc de remonter au module d'indentation de l'échantillon E_s depuis la courbe de décharge, sous l'hypothèse que l'indent reste en contact avec l'échantillon durant le premier tiers de la décharge. Cela a pu sembler réaliste lors de l'indentation des métaux, mais cette hypothèse n'est pas valable pour tous types de matériaux.

1.1.2.2. Méthode d'Oliver et Pharr

La méthode d'Oliver et Pharr [Oli92] est sans doute la plus utilisée des trois méthodes d'analyse présentées ici, elle propose une amélioration de la méthode de Doerner et Nix. Les auteurs ont remarqué que, lors d'un essai de nanoindentation, la courbe de décharge est rarement, voire jamais, linéaire mais que le comportement lors de la décharge était mieux décrit par une loi de type puissance :

$$F = B_{OP}(h - h_r)^{m_{OP}} \quad (I-8)$$

où F est la charge instantanée, h la profondeur d'indentation, h_r la profondeur résiduelle d'indentation (profondeur de l'empreinte résiduelle) et B_{OP} une constante ajustable en fonction des données expérimentales. Le paramètre m_{OP} est obtenu en fittant le stade initial de la courbe de décharge (entre 98% et 40% de la charge maximale) par la loi de type puissance donnée par l'équation (I-8). Ces observations mettent en cause l'hypothèse d'assimilation de la géométrie du Berkovich à celle du poinçon plat faite par Doerner et Nix.

Il est nécessaire, préalablement à l'étude, de définir les déplacements particuliers considérés (cf. figure (I-8)).

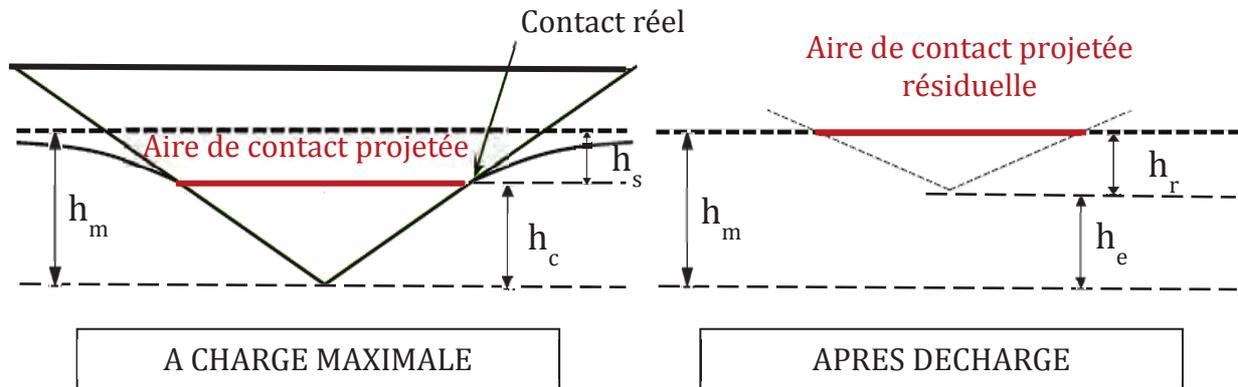


Figure (I-8) : Représentation schématique du processus d'indentation illustrant les différents déplacements considérés par la méthode de Oliver et Pharr.

On considère que la profondeur totale de pénétration h_m est la somme de h_c , la profondeur de contact, et de h_s , le déplacement de la surface autour de l'indenteur (déflexion élastique).

$$h_m = h_c + h_s \quad (I-9)$$

Après décharge, on note h_r la profondeur finale de l'empreinte résiduelle et h_e le déplacement dû à la réponse élastique du matériau, la somme de ces deux déplacements étant égale à la profondeur maximale atteinte lors de l'indentation :

$$h_m = h_r + h_e \quad (I-10)$$

Le principe de cette méthode est de calculer la raideur S non plus durant le premier tiers de la décharge mais en un point, à la charge maximale (Figure I-9). La raideur C_d est donc obtenue en dérivant l'équation (I-5) et en l'évaluant à la profondeur maximale d'indentation h_m :

$$C_d = \left(\frac{dF}{dh} \right)_{h=h_m} = m_{OP} B_{OP} (h_m - h_r)^{m_{OP}-1} \quad (I-11)$$

Les auteurs font l'hypothèse que les déformations apparaissant lors la charge sont de nature élasto-plastiques, mais que lors de la décharge seuls les déplacements élastiques sont recouverts, la profondeur résiduelle correspond donc au déplacement plastique généré par l'indentation. La méthode ne devrait donc pas être valable pour des matériaux présentant de la plasticité inverse, cependant Pharr et Bolshakov [Pha02] ont montré via des simulations éléments finis que les déplacements dus à la plasticité inverse sont généralement négligeables.

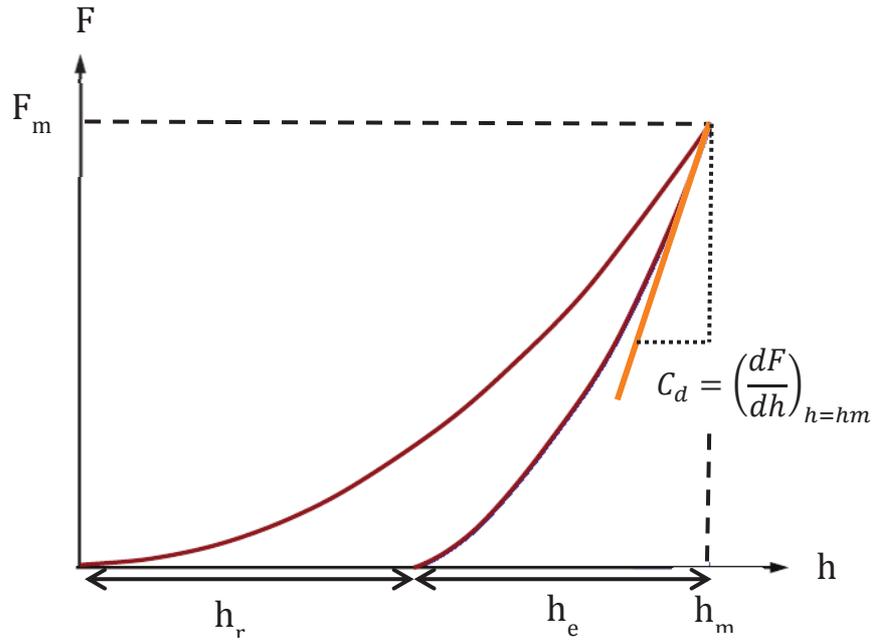


Figure (I-9) : Courbe de charge-décharge typique issue d'indentation, méthode de Oliver et Pharr.

L'expression de la fonction d'aire (dont la détermination sera détaillée par la suite) est nécessaire aussi bien au calcul du module d'indentation que de la dureté. Or celle-ci varie en fonction de la profondeur de contact h_c . Cette profondeur n'étant pas directement mesurable, il faut donc l'exprimer en fonction de grandeurs qui le sont. A partir des équations (I-9) et (I-10), il est possible de réexprimer la profondeur de contact h_c nécessaire au calcul de l'aire de contact :

$$h_c = h_m - h_s \quad (I-12)$$

Seule la profondeur maximale étant mesurable expérimentalement, il faut donc déterminer h_s . Pour cela Oliver et Pharr considèrent que la déflexion h_s de la surface à l'extérieur de la zone de contact est purement élastique. On se place donc ici dans le cas d'un matériau homogène, élastoplastique, linéaire. A partir des équations de Sneddon [Sne65], et en supposant l'effet de « pile-up » négligeable, les auteurs établissent la formule suivante :

$$h_c = h_m - \varepsilon \frac{F_m}{C_d} \quad (I-13)$$

où ε est un terme lié à la géométrie de la pointe : $\varepsilon = 2(\pi - 2)/\pi$, soit $\varepsilon = 0,72$, pour un indent conique, $\varepsilon = 0,75$ pour un parabolôide de révolution (valeur devenue standard pour les pointes Berkovich) et $\varepsilon = 1$ pour une sphère ou un poinçon plat. Par la suite le terme ε a été relié au paramètre m_{OP} [Woi98a].

Oliver et Pharr reprennent l'expression du module réduit utilisé par Doerner et Nix (cf. équation (I-7)) en y ajoutant un paramètre β représentant la non-axisymétrie de l'indent:

$$E_r = \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{C_d}{\sqrt{A_p}} \quad (\text{I-14})$$

Il faut noter que le terme β n'apparaît que dans la revue publié en 2004 [Oli04], les auteurs n'en faisant pas mention dans l'article original de 1992. Ce terme sans unité, préconisé par King [Kin87], est égal à 1 dans le cas des petites déformations d'un matériau élastique indenté par un poinçon rigide axisymétrique de profil homogène. En réalité les pointes ne sont jamais parfaitement axisymétriques, et de nombreuses valeurs de β ont été proposées dans la littérature pour un indent Berkovich la plus utilisée étant celle évaluée par King : $\beta = 1,034$.

Les auteurs montrent que l'équation (I-14) est valable pour toute géométrie d'indent, dans le cas de contact élastiques et élasto-plastiques, et que les phénomènes de « pile-up » ou de « sink-in » n'ont aucune influence sur cette expression.

La définition de la dureté par Oliver et Pharr est la même que celle proposée par Doerner et Nix (cf. paragraphe I.1.2.1.). La dureté obtenue par ce calcul peut dévier d'un traditionnel calcul de dureté Vickers, notamment dans le cas d'un important recouvrement élastique durant la décharge. En effet l'aire considérée ici est l'aire de contact projetée sous charge, et non l'aire de l'empreinte résiduelle après chargement. La dureté au sens de Oliver et Pharr (et Doerner et Nix) prend en compte les déformations élastiques et plastiques, elle tient donc plus d'une pression élastoplastique moyenne du contact d'indentation que de la dureté macroscopique classique.

1.1.2.3. Méthode de Field et Swain

L'année où Oliver et Pharr publiaient la première version de la méthode présentée précédemment, Field et Swain soumettaient une autre méthode d'analyse des courbes d'indentation, développée pour un indent sphérique [Fie93]. Au lieu de considérer la pente au stade initial de la décharge, les auteurs proposent une méthode consistant en une succession de décharges partielles espacées par des pas discrets tout au long de l'indentation.

Field et Swain présentent leur modèle comme applicable à tout type de matériau présentant un comportement élastique, plastique ou élasto-plastique. Ce modèle est seulement limité par le fait que le rayon de contact entre l'indent et l'échantillon doit être inférieur au rayon de pointe de l'indent. Le principe de la technique de décharges partielles consiste en la distinction entre les comportements élastique et plastique du matériau, de façon à se placer dans des conditions où l'approximation élastique est possible. Cela afin d'utiliser la théorie de Hertz et d'en déduire les contributions élastique et plastique. . L'équilibre des forces est supposé à chaque pas d'indentation, dû aux forces de réaction de la déformation élastique du matériau entourant l'indent. Cette technique permet de plus de calculer la dureté et le module d'indentation à chaque pas (à chaque décharge) en fonction de la profondeur de pénétration

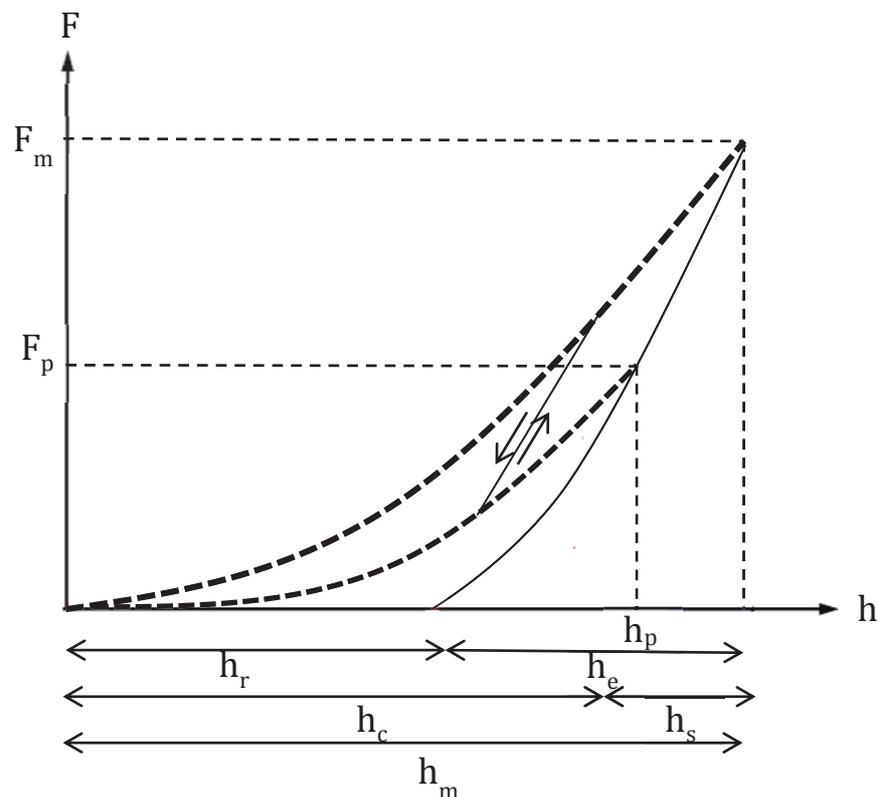


Figure (I-10) : Représentation schématique d'une courbe typique de décharges partielles pour un matériau élastoplastique

Les auteurs considèrent l'application d'un effort F_m par un indent sphérique, entraînant une réponse élastique aux faibles charges, et des déformations élastoplastiques pour des efforts plus élevés. En considérant qu'il n'y a aucune relaxation plastique durant la décharge d'une indentation ayant entraîné des déformations plastiques, une empreinte résiduelle de profondeur h_r demeure à la surface du matériau, une fois la décharge

achevée (figure (I-10)). Si l'effort F_m est appliqué à nouveau, le chargement est purement élastique avec une profondeur élastique h_e :

$$h_e = h_m - h_r \quad (I-15)$$

L'empreinte résiduelle due à un indenteur sphérique est elle aussi sphérique avec un rayon R_r légèrement supérieur au rayon R de l'indenteur [Tab48] (figure (I-11)).

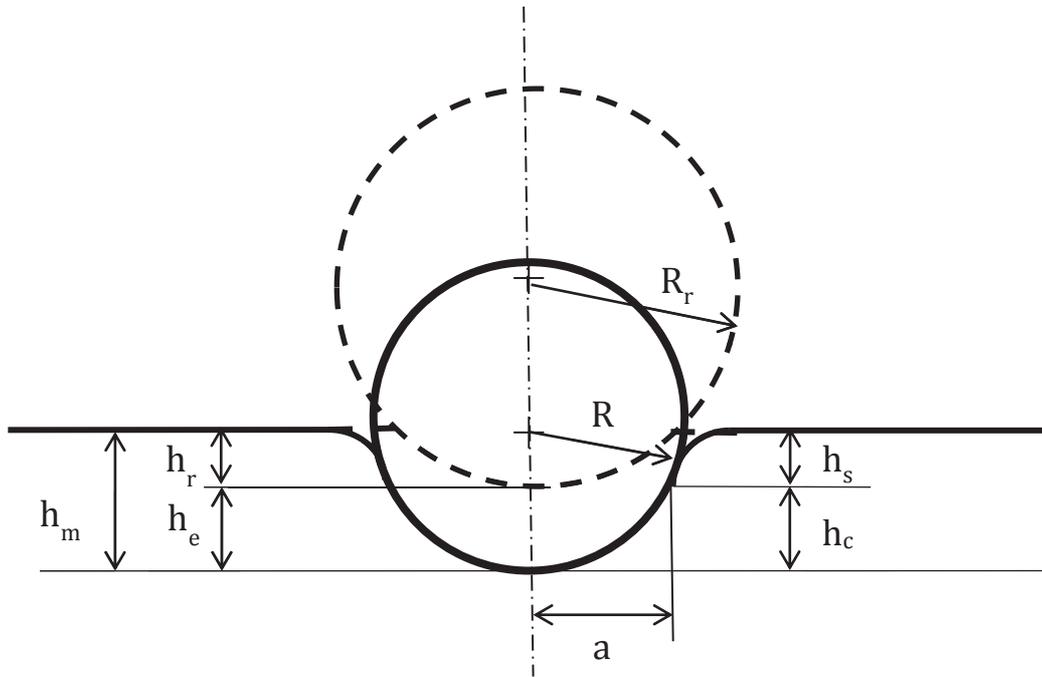


Figure (I-11) : Représentation schématique d'une indentation réalisée à l'aide d'un indenteur sphérique et de l'empreinte résiduelle correspondante.

Field et Swain considèrent que cette empreinte résiduelle est déjà présente à la fin de la décharge partielle, et que la charge partielle suivante a lieu sur cette empreinte préformée. La charge partielle a lieu depuis la fin de la décharge jusqu'à une charge F_m , charge partielle maximale. A cet effort F_m , les auteurs décomposent la profondeur de pénétration maximale h_m en une déflexion élastique h_s et une profondeur de contact h_c (figure (I-11)):

$$h_m = h_c + h_s \quad (I-16)$$

Les auteurs font l'hypothèse que la distance séparant la surface de l'échantillon au cercle de contact (profondeur h_s) est égale à la moitié de la profondeur élastique h_e (résultat retrouvé par Oliver et Pharr [Oli04] dans le cas d'une indentation sphérique) :

$$h_s = \frac{h_e}{2} \quad (I-17)$$

Les expressions du module d'indentation et de la dureté dépendent du rayon de contact a avec :

$$a = \sqrt{2Rh_c - h_c^2} \quad (I-18)$$

Il est donc nécessaire de déterminer la profondeur de contact h_c , or, d'après les équations (I-15), (I-16) et (I-17), la profondeur de contact dépend de la profondeur totale d'indentation et de la profondeur résiduelle de l'empreinte :

$$h_c = \frac{h_m + h_r}{2} \quad (I-19)$$

Le paramètre h_c ne pouvant pas être déterminé expérimentalement, Field et Swain proposent de le calculer à partir de deux paramètres obtenus à partir de la courbe de charge-décharge: h_m et h_d (profondeur à la fin de la décharge partielle). On considère deux points expérimentaux : F_m et F_d , et on suppose que la décharge entre ces deux points est purement élastique, la théorie de l'élasticité de Hertz peut donc être appliquée :

$$h_m - h_r = \left(\frac{3}{4RE_r^2} \right)^{1/3} F_m^{2/3} \quad (I-20)$$

et :

$$h_p - h_r = \left(\frac{3}{4RE_r^2} \right)^{1/3} F_p^{2/3} \quad (I-21)$$

On obtient donc le rapport :

$$\frac{h_m - h_r}{h_p - h_r} = \left(\frac{F_m}{F_p} \right)^{2/3} \quad (I-22)$$

d'où :

$$h_r = \frac{h_s \left(\frac{F_m}{F_p} \right)^{2/3} - h_m}{\left(\frac{F_m}{F_p} \right)^{2/3} - 1} \quad (I-23)$$

Connaissant h_r , il est possible de calculer la profondeur de contact (cf. équation (I-19)), d'en déduire l'aire de contact A_p et donc de déterminer :

- La dureté Meyer, calculée comme la pression moyenne sur l'aire de contact projetée :

$$HM = \frac{F_m}{\pi a^2} \quad (I-24)$$

- Le module réduit :

$$E_r = \frac{3}{4} \frac{F_m}{a(h_m - h_r)} \quad (I-25)$$

La méthode de Field et Swain permet donc le calcul de la dureté et du module d'indentation dans le cas d'une pointe sphérique. Il a été montré [Oli04] [Fis00] que dans le cas d'un contact élastique avec un indent sphérique les modèles d'Oliver et Pharr et de Field et Swain sont équivalents. La principale différence entre ces deux méthodes est que Field et Swain modélisent seulement un couple de données (la charge maximale et un pourcentage de la décharge) en se basant sur l'équation de Hertz alors qu'Oliver et Pharr fittent une série de données par la pente initiale de décharge. Cette dernière méthode est donc plus chronophage mais plus stable que celle de Field et Swain.

1.1.2.4. Limitations des méthodes présentées

Les méthodes présentées par Oliver et Pharr [Oli92], Doerner et Nix [Doe86], et Field et Swain [Fie93] donnent différentes méthodologies d'analyse des courbes d'indentation pour l'extraction des propriétés mécaniques. Cependant ces modèles présentent des limites, dont les principales sont développées ici.

Une des hypothèses constitutives du modèle de Oliver et Pharr [Oli92] est que le comportement du matériau est de type « sink-in » : le matériau s'enfonce autour de l'indent sous la pression exercée par celui-ci, autrement dit la profondeur de contact est inférieure à la profondeur maximale de pénétration. Cependant, en fonction du rapport E_s/H du matériau, celui-ci peut présenter un comportement de type « pile-up », soit la formation de bourrelets dus à de la plasticité autour de la pointe. Dans ce cas, la profondeur de contact entre l'indent et le matériau est supérieure à la profondeur maximale d'indentation. L'utilisation de la méthode de Oliver et Pharr [Oli92] dans ce cas induit une sous-estimation de la profondeur de contact résultant en une surestimation de la dureté et du module d'indentation. Le phénomène de « pile-up » sera discuté plus en détail.

Il a été mentionné plus tôt l'introduction dans l'équation (I-14) du modèle de Oliver et Pharr [Oli04] d'un paramètre β représentant la non-axisymétrie de l'indent. Il été montré que le paramètre β peut dévier de l'unité même pour un indent conique rigide et axisymétrique [Hay99], d'où l'importance de l'évaluation de ce paramètre. King [Kin87] a évalué ce paramètre à $\beta=1,034$ pour un indent de type Berkovich au moyen de

simulations par éléments finis d'une indentation élastique. Par la suite, afin de déterminer au mieux ce paramètre, des études de simulation numérique [Vla94] [Hen95] et de simulation par éléments finis [Lar96] [Che98] [Che99] ont été menées. Ces études ont résulté en la détermination d'un encadrement de valeurs possibles pour β compris entre 1,0226 et 1,085. Oliver et Pharr [Oli04] préconisent la valeur de $\beta=1,05$ (valeur médiane) de façon quelque peu arbitraire. Ainsi la question relative à la valeur du paramètre β représentant la non-axisymétrie de l'indent n'est toujours pas résolue.

La méthode de Field et Swain [Fie93] utilise les équations de Hertz à la décharge afin d'en déduire les propriétés mécaniques du matériau. Ces équations sont basées sur l'hypothèse que la profondeur de pénétration est très inférieure au rayon de contact, hypothèse qui n'est pas toujours prise en compte. Or plus le rapport de la profondeur d'indentation sur le rayon de contact h/a augmente, plus la valeur calculée du module réduit est faussée, dû à la non validité des équations de Hertz.

De plus la méthode de Field et Swain [Fie93] ne s'applique qu'à des indents de type sphérique, alors que Oliver et Pharr ont étendu la portée de leur étude à tous types d'indents.

Une autre limitation importante de l'approche de Field et Swain [Fie93] réside dans la détermination de l'amplitude de la décharge. Une faible décharge minimise les erreurs dues à l'hypothèse qu'il n'y a pas de plasticité inverse, aux variations de l'aire de contact avec la profondeur de contact et aux variations du module d'indentation avec la profondeur. Cependant choisir une faible amplitude de décharge conduit à augmenter l'influence des erreurs dues aux incertitudes de mesure.

I.1.3. Difficultés expérimentales

Aux limitations des méthodes d'analyse viennent s'ajouter des difficultés théoriques et expérimentales dont les principales sont présentées ici.

I.1.3.1. Détection du point de contact

Un des points les plus importants dans un essai de nanoindentation est la détection du point initial de contact entre l'indent et le matériau. Ce point initial de contact sera la position de référence de l'indent durant la série d'essais. Une détermination précise du point de contact est fondamentale en nanoindentation notamment dans le cas d'essais à

faible profondeur de pénétration, ou encore dans le cas de matériaux mous où il a été montré qu'un problème de détection de surface entraîne une surestimation du module d'indentation [Kau09]. De plus, une erreur due à une mauvaise détermination du point de contact prend le pas sur une erreur due à la rugosité de surface, ou à de la dérive thermique [Deu07]. Il existe différentes méthodes de détermination du point de contact, dont certaines sont présentées ci-dessous.

La méthode la plus courante est de définir une valeur de précharge à laquelle le processus de charge-décharge commence et la valeur du déplacement est définie comme nulle. Cette méthode requiert une connaissance des propriétés mécaniques du matériau afin de choisir une valeur de précharge adéquate. Il faut remarquer que lors de l'indentation, une fois la précharge atteinte, le déplacement est mis à zéro mais la charge reste égale à la précharge, s'ensuit donc une erreur dans le calcul de la profondeur et de l'aire de contact. Plus la valeur de précharge est élevée, plus l'erreur induite est importante [Kau09].

La seconde méthode s'affranchit du logiciel de nanoindentation pour la détection du contact. L'indent est placé manuellement à une distance de quelques microns de la surface, puis, en fonction des méthodes, la pointe ou l'échantillon est déplacé très lentement, en contrôle en déplacement, jusqu'à ce que le contact soit détecté par une augmentation de l'effort. Cette technique est limitée par la sensibilité du capteur d'effort, cependant plus le capteur est sensible, plus il sera influencé par le bruit du système électronique et les vibrations mécaniques environnantes [Gao00].

Une autre méthode consiste à effectuer un cycle de charge-décharge indépendant des essais, à une vitesse de chargement élevée. Le point de contact est ensuite déterminé, soit par le logiciel, soit par l'utilisateur, par une augmentation importante des données issues de la mesure de l'effort.

Dans le cas des trois méthodes précédentes, une fois le point de contact déterminé, une courbe fittant les données force-déplacement mesurées est tracée et extrapolée à effort nul. Cela permet d'obtenir la profondeur initiale de contact h_i , qui s'applique à la totalité des déplacements mesurés afin de donner une profondeur de pénétration corrigée h' :

$$h' = h + h_i \quad (I-26)$$

où h est la profondeur mesurée par l'instrument. L'importance de l'erreur sur la profondeur initiale de pénétration dépend du rapport entre l'amplitude de l'effort maximal appliqué par la machine et l'effort initial de contact. La capacité minimale d'une machine de nanoindentation classique est de 2 à 5 μN pour la détection d'effort et de quelques nanomètres en déplacement [Fis06].

Oliver et Pharr [Oli04] remarquent que les méthodes précédemment décrites négligent les forces d'interaction à la surface, notamment la force d'adhésion entre l'indent et l'échantillon. Les auteurs préconisent de déterminer le point de contact une fois l'essai terminé. Ils conseillent de mener l'essai en enregistrant les données force-déplacement avant, pendant et après le contact puis de déterminer le point de contact en examinant le comportement complet.

Une technique récente, le CSM (Continuous Stiffness Measurement) a été proposée afin de faciliter la détermination du point de contact. Cette méthode consiste à soumettre la pointe à des vibrations rapides et d'amplitude faible lorsqu'elle est en déplacement. Il est ainsi possible de remonter aux propriétés mécaniques du matériau de façon quasi-continue lors d'un cycle complet de charge décharge. Deuschle et al. [Deu07] proposent une méthode d'utilisation de cette technique afin de déterminer le point de contact. Les auteurs ont mis en avant qu'en traçant l'évolution de la raideur de contact en fonction du déplacement au voisinage de la surface, un changement de pente très net caractérise le contact entre l'indent et le matériau.

De nombreuses études ont été menées sur la détection du point de contact dans le cas de matériaux mous [Cao05] [Ode05] où cette opération s'avère bien plus difficile que dans des matériaux à plus faible complaisance.

1.1.3.2. Prise en compte de la rigidité de la machine

La prise en compte de la rigidité de la machine est fondamentale dans des essais de nanoindentation. En effet, lors d'un essai, la force de réaction induit une déflexion de la machine qui est enregistrée par le capteur de déplacements. Si cette déflexion n'est pas prise en compte, elle induit une erreur proportionnelle à la force appliquée dans la mesure du déplacement. La machine d'indentation et l'échantillon sont généralement modélisés comme deux ressorts en série :

$$S_T = S_i + S_s \quad (I-27)$$

où S_T est la complaisance totale, inverse de la raideur mesurée, S_i la complaisance du nanoindenteur et S_s la complaisance de l'échantillon. En remplaçant la complaisance de l'échantillon par l'inverse de sa raideur donnée par l'équation (I-7), on obtient :

$$S_T = S_i + \frac{\sqrt{\pi}}{2E_r} \frac{1}{\sqrt{A_p}} \quad (I-28)$$

L'hypothèse est alors faite que la complaisance de la machine est constante quel que soit la charge appliquée. A faible profondeur de pénétration, soit à faible aire de contact, la complaisance de contact S_s est grande et domine la complaisance totale. A forte profondeur au contraire, la complaisance de contact diminue jusqu'à devenir négligeable devant la complaisance de la machine.

A partir de cette constatation, Oliver et Pharr [Oli92] [Oli04] ont proposé une méthode de calcul de la complaisance de la machine. En émettant l'hypothèse que le module d'indentation est indépendant de la profondeur d'indentation, S_T varie linéairement en fonction de $1 / \sqrt{A_p}$. Afin de déterminer la raideur de la machine, des indentations à forte charge sont réalisées dans un matériau de référence. Ces indentations sont réalisées à charge élevée de façon à pouvoir se placer dans l'hypothèse d'un Berkovich parfait, en s'affranchissant de l'usure de pointe. Par la mesure de la profondeur maximale et de la raideur pour chacun des essais (équation (I-7)), il est possible de remonter à l'aire de contact projetée, et donc de tracer S_T en fonction de $A_p^{-1/2}$. Cette courbe est une droite dont l'intersection avec l'axe des ordonnées donne la complaisance de la machine. De plus la pente de cette droite peut donner une estimation du module d'élasticité réduit E_r . La méthode proposée par Oliver et Pharr [Oli04] requiert un grand nombre d'essais afin d'arriver à la convergence des résultats. Sukanuma et Swain [Sug04] ont montré que seuls deux indentations à fortes charges étaient suffisantes pour la détermination de la rigidité de la machine. Cette méthode est aussi limitée par le fait qu'elle suppose la linéarité du comportement lorsque S_s tend vers 0 (ou A_p tend vers l'infini) et par la taille maximale des empreinte autorisée par l'instrument utilisé (limitation par les charges et déplacements maximaux de la machine).

1.1.3.3. Détermination de la fonction d'aire

La caractérisation de l'aire de contact est déterminante aussi bien dans le calcul du module d'indentation que dans celui de la dureté. On appelle fonction d'aire la fonction

$A_p = f(h_c)$ représentant l'évolution de l'aire de contact projetée en fonction de la profondeur de contact. L'aire de contact projetée dépend donc de la profondeur de contact entre l'indent et l'échantillon, mais aussi de la géométrie de la pointe. Or du fait de l'usure de la pointe mais aussi de limites technologiques dans la mise en forme des indents, la géométrie de l'indent dévie de celle du Berkovich idéal, notamment à faible profondeur. Il est généralement estimé qu'une pointe neuve possède un rayon de pointe d'environ 100 nm. Différentes méthodes ont été proposées pour la détermination de la fonction d'aire, deux d'entre elles sont présentées ici dans le cas d'une pointe Berkovich.

La méthode de Oliver et Pharr [Oli92] [Oli04], est sans nul doute la plus utilisée malgré les limitations reportées en I.1.2.4. Les auteurs ont développé une technique de calcul de la fonction $A_p=f(h_c)$, basée sur une calibration calcul/expérience. La méthode de calcul de la fonction d'aire présentée ici repose sur une série d'indentations réalisées dans le matériau de référence à différentes charges maximales, soit à différents déplacements maximaux. Pour chacune des indentations, la raideur peut être calculée grâce à l'équation (I-8), les paramètres B_{OP} et m_{OP} étant supposés connus, et la profondeur de l'empreinte résiduelle étant obtenue expérimentalement par l'intersection entre la fin de la courbe de décharge et l'axe des abscisses (déplacements). Connaissant la profondeur maximale d'indentation ainsi que l'effort maximal pour chacun des essais réalisés, il est possible, d'après l'équation (I-13) de placer les points expérimentaux sur un graphe $C=f(h_c)$. La raideur C étant liée à l'aire de contact projetée par l'équation (I-14), chaque essais réalisé sera représenté par un point sur un graphe $A_p = f(h_c)$, représentant l'évolution réelle de l'aire de contact en fonction de la profondeur de contact. La méthode d'Oliver et Pharr propose de fitter cette courbe par une fonction d'aire de la forme suivante :

$$A(h_c) = c_0 h_c^2 + c_1 h_c^1 + c_2 h_c^{1/2} + c_3 h_c^{1/4} + \dots + c_8 h_c^{1/128} \quad (I-29)$$

Où les paramètres c_0 à c_8 sont des constantes n'ayant aucune signification physique mais permettant de fitter au mieux la courbe $C=f(h_c)$ sur un large gamme de mesures de h_c . Cette méthode requiert cependant un grand nombre d'essais, chaque point de la courbe $C=f(h_c)$ correspondant à un essai de charge-décharge.

Une alternative à cette méthode chronophage est celle de l'indent tronqué, consistant à modéliser l'aire de contact projetée en 2 parties, une partie sphérique et une partie correspondant au Berkovich idéal. On considère qu'à faibles profondeurs l'usure de la

pointe la rend sphérique de rayon effectif R , le contact résultant est donc purement élastique, les équations de Hertz peuvent être utilisées. Le rayon de contact s'exprime donc de la façon suivante :

$$a = \sqrt{2Rh_c} \quad (I-30)$$

L'aire de contact projetée A_H résultant du contact sphérique à faible profondeur s'exprime donc :

$$A_H = \pi a^2 = 2\pi R h_c \quad (I-31)$$

Une fois que la pointe de l'indent a pénétré le matériau les bords acérés de l'indent entrent en contact avec la surface. La fonction d'aire n'a donc plus la forme de l'équation (I-31), mais plutôt une forme quadratique, proche de celle de l'indent idéal. Cependant dû à l'usure de pointe, l'aire projetée est plus large que celle de l'indent parfait, s'exprimant de la façon suivante :

$$A_T = \omega'(h_c + \Delta h)^2 \quad (I-32)$$

Où Δh est un paramètre ajustable en fonction de la troncature de pointe et le facteur ω' est une constante prenant en compte une possible déviation entre l'angle au sommet réel et sa valeur théorique ($\omega_0 = 24,5$). Si l'on superpose les graphes $A_T = f(h_c)$ et $A_H = f(h_c)$, les deux courbes se superposent pour une certaine valeur de h_c , il y a donc continuité entre les deux modèles. Des études ont exprimé le paramètre ω' et la profondeur Δh en fonction de l'angle au sommet afin de pouvoir déterminer A_T à partir de données expérimentales [Sug04] [Thu02].

Il faut cependant noter que l'aire de contact à une profondeur donnée ne dépend pas seulement de la géométrie de l'indent mais aussi de la réponse élasto-plastique du matériau indenté.

1.1.3.4. Effet de pile-up

Cette réponse élasto-plastique peut se traduire par la présence de phénomènes de « pile-up » ou « sink-in ». Dans le premier cas, le volume de matière déplacé par l'indentation forme un bourrelet dû à la plasticité au voisinage de la pointe (entassement des dislocations), l'aire de contact projetée réelle est ainsi supérieure à la section de l'indent à la profondeur considérée. Dans le cas d'un phénomène de type « sink-in », le volume déplacé lors de l'indentation est accommodé par des champs de déplacements élastiques, le matériau a alors tendance à s'enfoncer autour de l'indent. L'aire de contact

projetée est, dans ce cas, inférieure à la section de l'indent à la profondeur considérée (figure (I-12)).

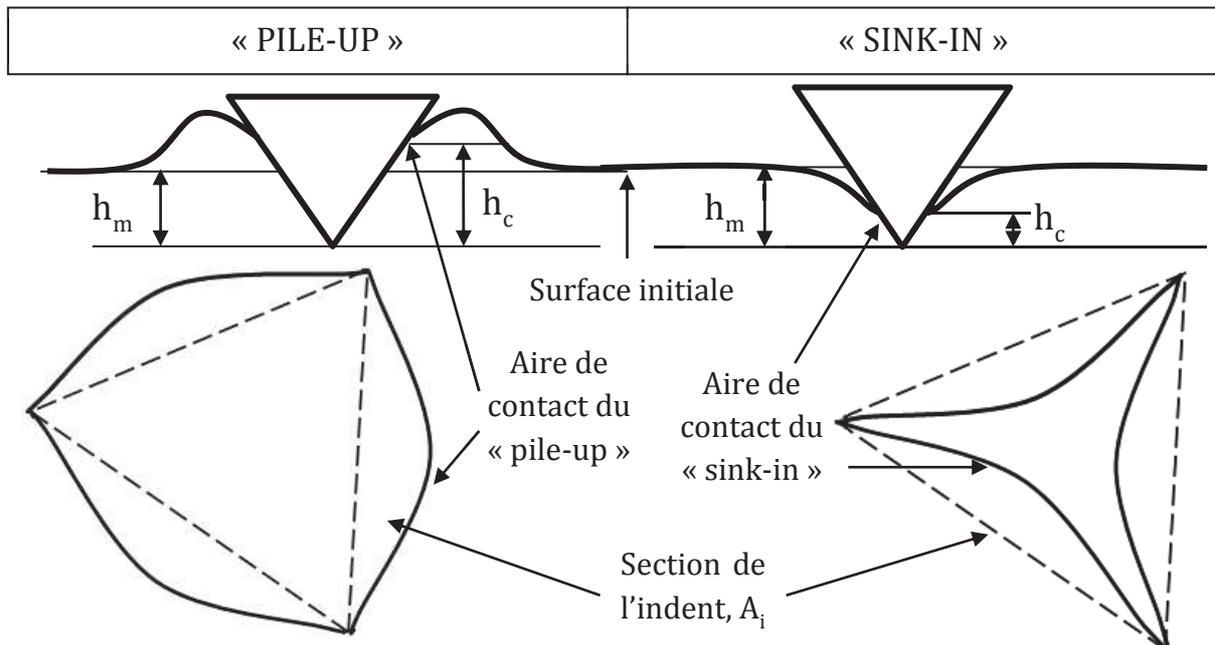


Figure (I-12) : Représentation schématique des effets de « pile-up » et de « sink-in » pendant et après l'indentation.

Il a été mentionné plus tôt que le modèle initial de Oliver et Pharr [Oli92] considère que le matériau indenté a un comportement de type « sink-in ». Or le comportement élastoplastique du matériau influe sur l'aire de contact projetée et donc sur le calcul de la dureté et du module d'indentation, il faut donc prendre en compte le comportement du matériau lors du calcul de l'aire de contact projetée.

Les types de matériaux et les conditions dans lesquelles un évènement de type « pile-up » est observable ont été étudiés par Bolshakov et Pharr [Bol98] dans une étude par éléments finis. Les auteurs ont conclu que l'apparition de phénomènes de « pile-up » ou « sink-in » dépend du rapport h_r/h_m (profondeur résiduelle de l'empreinte sur profondeur maximale) et de la capacité du matériau à l'écroutissage. Si le rapport h_r/h_m est inférieur à 0,7 ou que le matériau a une certaine capacité à l'écroutissage, le matériau s'enfonce autour de la pointe lors de l'indentation, et la théorie de Oliver and Pharr [Oli92] peut être appliquée. Si par contre le rapport h_r/h_m est supérieur à 0,7 et que le matériau n'a pas tendance à s'écrouter, des bourrelets se forment autour de la pointe lors de l'indentation. Dans ce cas, l'aire de contact déduite des données expérimentales peut être sous-estimée jusqu'à 60%. Le problème de cette méthode consiste en la prédiction de la capacité d'un matériau à l'écroutissage.

Afin de considérer les effets de « pile-up » et « sink-in » dans le calcul des propriétés mécaniques, McElhaney et al. [McE98] ont proposé l'introduction d'un paramètre α_A dans l'équation reliant l'aire de contact projetée à la complaisance de l'échantillon (équation (I-7)). Ce paramètre α_A correspond au rapport de l'aire de contact projetée A_p sur la section correspondante de l'indent A_i :

$$\alpha_A = \frac{A_p}{A_i} \quad (I-33)$$

Dans le cas d'un comportement de type « sink-in », $\alpha_A < 1$ et dans le cas d'une indentation où il y a formation de bourrelets, $\alpha_A > 1$. En remplaçant l'aire de contact projetée dans l'équation (I-7) par l'équation (I-33), on obtient une estimation de la section de l'indent :

$$A_i = \frac{1}{\alpha_A} \frac{\pi}{4} \frac{1}{E_r^2 C_\xi^2} \quad (I-34)$$

En considérant que la géométrie de la pointe est « constante » à toute profondeur (i.e. que arrêtes sont droites et que la section varie proportionnellement à la profondeur), et dans le cas d'un matériau homogène, le paramètre α_A doit être indépendant du déplacement de l'indent.

Une méthode semi-empirique a été développée par Keese et al. [Kee05] afin de prendre en compte l'effet de « pile-up » dans le calcul de l'aire de contact projetée. Chaque bourrelet est assimilé à une demi-ellipse de demi-petit axe a_b et de grand axe b_b (mesurables par AFM), comme montré sur la figure (I-13).

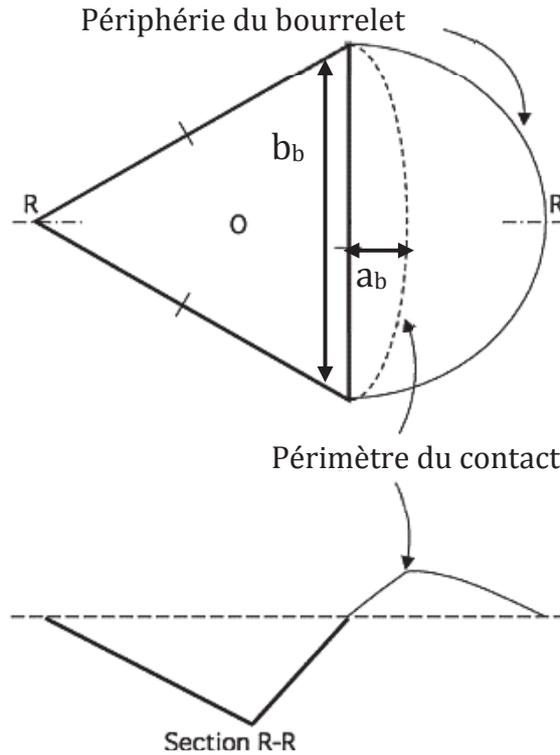


Figure (I-13) : Schéma représentant la détermination des dimensions d'un bourrelet d'après [Kee05].

L'aire projetée de chaque bourrelet s'écrit $\pi b_b a_b / 4$ ce qui donne une aire projetée A_{PU} pour les 3 bourrelets (somme des aires projetées des 3 bourrelets notés i):

$$A_{PU} = \frac{\pi b_b}{4} \sum_{i=1}^3 a_{bi} \quad (I-35)$$

L'aire de contact totale A_P dans le cas d'un effet de « pile-up » s'exprime alors comme la somme de l'aire de contact projetée A_{OP} obtenue par la méthode de Oliver et Pharr et de l'aire de contact projetée A_{PU} due aux 3 bourrelets :

$$A_P = A_{OP} + A_{PU} = A_{OP} + 5,915 \sum a_b \quad (I-36)$$

La prise en compte des effets de « pile-up » dans l'estimation de l'aire de contact reste un des enjeux majeurs de l'analyse des courbes d'indentation.

1.1.3.5. Dérive thermique

Lors d'un essai de nanoindentation, les profondeurs d'indentation sont tellement faibles que la moindre dilatation thermique peut être prise en compte lors de la mesure continue de l'effort (ou du déplacement). Le terme « dérive thermique » se réfère aux variations du signal de mesure de l'effort (ou du déplacement) résultant de la dilatation ou de la contraction thermique de l'échantillon et/ou de l'indent lors de l'essai de

nanoindentation. Dans le cas où ces variations ne sont pas minimisées ou corrigées, elles sont interprétées comme un déplacement réel de la pointe dans le matériau et viennent donc influencer sur la validité des résultats [Fis09]. Il est donc requis en nanoindentation de travailler dans un environnement clos afin de limiter les échanges thermiques à 0,5°C/h. Deux techniques sont généralement utilisées afin de mesurer la dérive thermique [Noh08].

La première consiste à supposer la dérive thermique constante durant tout l'essai [Ant02] [Sch06], la mesurer et corriger les données de sortie en fonction de cette mesure (cette méthode n'est pas viable pour des matériaux présentant des propriétés dépendantes du temps telles que fluage ou viscoélasticité). De plus l'hypothèse d'une dérive thermique constante n'est pas toujours vraie, en général celle-ci oscille.

La seconde méthode est d'effectuer l'essai de façon très rapide, ce qui permet de minimiser l'effet de la dérive thermique sur les données expérimentales. Cette méthode n'est pas viable pour tous types de matériaux, en effet, les mesures de propriétés de certains matériaux sont influencées par le taux de chargement. De plus certains types de tests requièrent un long temps de pause à charge maximale, ce qui n'est pas compatible avec ce type d'essai.

Les deux approches présentées ci-dessus réduisent l'erreur due à la dérive thermique, mais ne la supprime pas, d'autres étapes sont ensuite nécessaires pour la prendre en compte. La plupart des machines de nanoindentation demandent un temps d'attente de stabilisation du signal de déplacement avant l'indentation, où l'indent reste immobile dans l'air. Le taux de dérive thermique est ensuite calculé à partir de ces données. Cette technique présente de nombreux désavantages : cette opération peut durer plusieurs heures, le taux de dérive thermique est considéré comme étant constant alors qu'il ne l'est pas forcément, et le fait de tenir l'indent immobile dans l'air n'est pas représentatif de son comportement lors de l'indentation du matériau.

Une technique permettant d'éviter l'effet de dérive thermique a été proposée par Randall et al. [Ran97]. Il s'agit d'utiliser une machine de nanoindentation présentant une dérive thermique très faible, venant prendre sa référence en déplacement directement à la surface de l'échantillon. Le déplacement de l'indent est ainsi mesuré par rapport à la

surface du matériau, évitant ainsi toute mesure d'une possible dilatation thermique de l'échantillon ou de la machine.

1.1.3.6. Préparation de surface

En plus des difficultés liées à la machine de nanoindentation et aux interactions machine/échantillon, l'état de surface de l'échantillon a une grande influence sur les courbes de charge-décharge résultantes. Lorsqu'un échantillon est exposé à l'air libre, une couche d'oxyde se forme à la surface, et, plus le temps d'exposition de la surface est long, plus la couche est épaisse. Durant un essai de nanoindentation, la couche d'oxyde, qui ne présente pas les mêmes propriétés mécaniques que le matériau, sera indentée avant le substrat, cela viendra donc influencer sur la courbe résultante. L'influence de cet oxyde sur la courbe de nanoindentation peut se caractériser par la formation d'excursions en déplacement, une variation de la force et/ou de la longueur de ces excursions ou même un changement de pente initial. Afin de caractériser un matériau de façon optimale il est donc important d'éviter la formation d'une couche d'oxyde à la surface de l'échantillon avant tout essai de nanoindentation.

Le polissage mécanique, préalable à toute opération de polissage de finition, induit un écrouissage de la surface. En effet, le polissage mécanique résulte toujours en la formation d'une forte densité de dislocations à la surface de l'échantillon. Dans le cadre de cette étude, la nanoindentation est utilisée afin d'étudier les prémices de la formation de dislocations et de la transformation martensitique. La présence initiale de densités de dislocations importantes en surface interférerait donc avec l'une et l'autre. Dans le premier cas, il serait impossible d'observer la formation des premières dislocations, des dislocations préexistant déjà à la surface de l'échantillon, dans l'autre cas, la présence initiale des dislocations pourrait piéger la martensite et ainsi venir empêcher le comportement superélastique. Il est donc nécessaire, avant tout essai de nanoindentation, de supprimer cet écrouissage à la surface de l'échantillon.

Les surfaces réelles ne sont jamais idéalement planes. Il est cependant important de réduire au maximum la rugosité, une rugosité trop importante induisant une erreur significative dans le calcul de l'aire de contact. En effet, les méthodes d'analyse du nanoindenteur sont basées sur le modèle de contact élastique de Sneddon [Sne65], prenant pour hypothèse qu'il n'existe qu'un seul point de contact entre l'indent et la

surface. Une rugosité trop élevée entraînerait la présence de plusieurs points de contact, localisant la contrainte en ces points d'intersection et modifiant ainsi le champ de contraintes local sous l'indent. Il a d'ailleurs été montré que lors d'un essai d'indentation la rugosité influence fortement les mesures de dureté [Bob99] [Bob96] et de module d'indentation [Qas06]. La norme internationale ISO 14577-4 [ISO14] stipule que la rugosité de la surface indentée doit être inférieure à 5% de la profondeur de pénétration maximale.

La préparation de surface est donc une étape préliminaire indissociable de tout essai de nanoindentation. Un bon polissage mécanique et/ou électrolytique permet donc de s'affranchir d'une éventuelle couche d'oxyde, de contraintes internes en surface et de suffisamment diminuer la rugosité.

La section suivante donne un aperçu des grandeurs mesurables et des phénomènes observables en nanoindentation.

I.2. Phénomènes observés en nanoindentation

Les méthodes d'analyse présentées précédemment permettent d'extraire la dureté et le module d'indentation à partir des courbes d'indentations. Les courbes effort-déplacement étant relativement complexes, de nombreuses informations (autres que le module d'indentation et la dureté) caractérisant le matériau peuvent en être extraites.

I.2.1. Caractérisation de grandeurs macroscopiques

Outre la détermination du module d'indentation et de la dureté, la nanoindentation permet, dans le cas d'un matériau présentant un comportement élasto-plastique, de quantifier les travaux de nature élastique et plastique générés par la pénétration du matériau. Le travail total W_t produit lors de l'indentation est la somme du travail plastique W_p et du travail élastique W_e :

$$W_t = W_p + W_e \quad (I-37)$$

Ces travaux peuvent être déduits directement de la courbe d'indentation. En effet, les aires définies par les courbes de charge et de décharge correspondent respectivement au travail total produit lors de la charge et au travail élastique de la décharge

(cf. figure (I-14)). Autrement dit, l'aire définie par la courbe d'indentation correspond au travail plastique produit par le processus d'indentation.

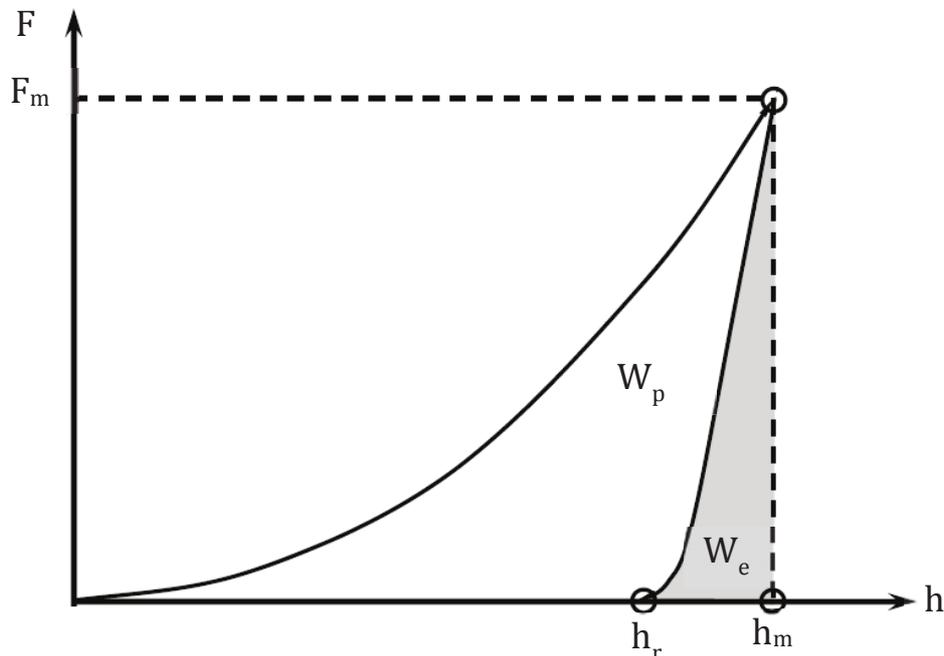


Figure (I-14) : Représentation schématique des travaux élastique et plastique produits lors de l'indentation.

La figure (I-14) montre qu'il est aisé de dissocier graphiquement le travail élastique du plastique sur la courbe d'indentation. Cependant cette courbe ne permet pas d'identifier clairement la transition élastique-plastique, telle qu'elle peut l'être pour un essai de traction ou de compression.

Le développement des techniques d'analyse des données issues de la nanoindentation ont ainsi vu naître le besoin de tracer la courbe d'indentation (force-déplacement) dans l'espace contrainte-déformation. Du fait, notamment, des difficultés de mesure de l'aire de contact réelle et de la variation de cette aire de contact en fonction de la profondeur de pénétration, cette détermination n'est pas tâche aisée. Deux méthodes permettant de déterminer la transition élasto-plastique ont ainsi émergé. La première, proposée par Dao et al. [Dao01] est un algorithme d'identification directe et inverse des propriétés élastiques et plastiques (module d'indentation, limite d'élasticité et coefficient d'écroutissage) à partir d'une unique courbe d'indentation réalisée avec un indent Berkovich [Cho03] [Buc03]. Ce modèle de fonctions analytiques est basé sur une analyse par éléments finis sous hypothèses de grandes déformations et d'axisymétrie (un indent

Berkovich y est donc modélisé par un indent conique arrondi à son extrémité). Il a ensuite été adapté à l'indentation sphérique [Cao04] [Lee05] [Zha05].

La seconde méthode combine la théorie de Hertz et des résultats d'indentation sphérique utilisant la technique de CSM (Continuous Stiffness Measurements, en anglais) [Her01] [Bas06]. La contrainte et la déformation sont ici exprimées en fonction de données expérimentales (effort appliqué, rayon de contact et rayon de l'indent) et la technique de CSM permet d'évaluer ces données de façon continue lors du cycle de charge-décharge. La limite d'élasticité est alors déterminée graphiquement par un changement de pente de la courbe dans l'espace contrainte-déformation, indiquant la transition élasto-plastique [Pat09].

La nanoindentation instrumentée a aussi offert l'opportunité d'obtenir des informations sur les propriétés viscoélastiques des matériaux [Whi05][Ode05] mais on n'étudiera pas dans ce manuscrit la plasticité dépendante du temps (fluage, sensibilité à la vitesse de déformation).

1.2.2. Effets de taille

L'échelle de la nanoindentation se rapprochant de celle de la microstructure du matériau, de nombreux effets de taille peuvent intervenir lors d'un essai. En nanoindentation, un effet de taille particulier a été relevé que l'on retrouve généralement dans la littérature sous le nom d'effet de taille d'indentation ou ISE (« Indentation Size Effect », en anglais) [Nix98] [Dur06] [Mir04]. Il a été observé aussi bien sur des monocristaux que sur des polycristaux (notamment sur les métaux, mais aussi sur des céramiques [Ebi10]) que la dureté augmente avec la diminution de la profondeur d'indentation (autrement dit du volume affecté par l'indentation) [Gra08] [Tym01] [Ste12]. Ce phénomène a été expliqué par le fait que l'échelle dominante des déformations dues à l'indentation s'approche des échelles critiques microstructurelles de l'espacement entre boucles de dislocations [Gou07]. D'autres effets de taille relatifs à la dureté ont aussi été observés, comme l'influence de la distance entre la pointe d'indent et le joint de grain [Soe05] ou l'influence de la géométrie de l'indent sur la dureté [Li10] [Mir04].

Gouldstone et al. [Gou07] ont observé que cet effet de taille apparait généralement à des profondeurs d'indentation comprises entre 400 et 10000 nm, mais que pour des

profondeurs de pénétration inférieures à 400 nm, un autre type d'ISE est majoritairement observé. Il s'agit de la discrétisation de la déformation en ses composantes élastiques et plastiques qui résulte, si l'essai est piloté en effort, en une excursion en déplacement durant la phase de charge. Ce phénomène sera étudié plus en détail dans la prochaine section dédiée à l'étude des inélasticités aux échelles fines par nanoindentation. Un autre effet de taille relatif à ces excursions a été observé consistant en la dépendance au rayon de pointe d'indent de la charge critique d'activation de ces excursions [Li10] [Shi08].

I.2.3. Inélasticités aux échelles fines

Cette section se concentre sur l'étude des excursions en déplacement pouvant apparaître pendant la charge et/ou la décharge sur les courbes d'indentations dans une gamme de force peu élevée.

I.2.3.1. Phénomène de « pop-in »

La présence d'excursions en déplacement durant la phase de charge (communément appelés « pop-ins ») est généralement accompagnée d'un important déplacement résiduel (figure (I-15)). Deux écoles de pensée se distinguent dans l'explication de ce phénomène [Chi02] [Bah98], l'une attribue le « pop-in » au perçage de la couche d'oxyde préexistant à la surface du matériau avant l'indentation, la seconde considère ce phénomène comme résultant de l'activation de dislocations mobiles.

Pethica et Oliver [Pet87] ont montré qu'à très faibles charges le contact entre la pointe d'indent (en diamant) et une surface de saphir est élastique. Or il a été montré par [Ger95], [Bah98] et [Ven93] sur du Fe₃%-Si que le matériau montre un comportement élasto-plastique avant l'apparition du premier « pop-in ». Les auteurs en ont donc déduit que le premier « pop-in » observé ne correspond pas à l'activation de dislocations mais au perçage de la couche d'oxyde (la plasticité observée avant le « pop-in » correspondrait donc à la plasticité du film d'oxyde). Gerberich et al. [Ger96] ont proposé un modèle de l'apparition de « pop-in » dû au perçage de la couche d'oxyde. D'après les auteurs lorsque la plasticité induite par les dislocations atteint un certain niveau, le film d'oxyde se rompt soudainement dû à une forte contrainte générée par les dislocations accumulées dans la couche d'oxyde. Les dislocations peuvent alors se déplacer vers la surface libre créant ainsi le « pop-in » observé sur la courbe d'indentation.

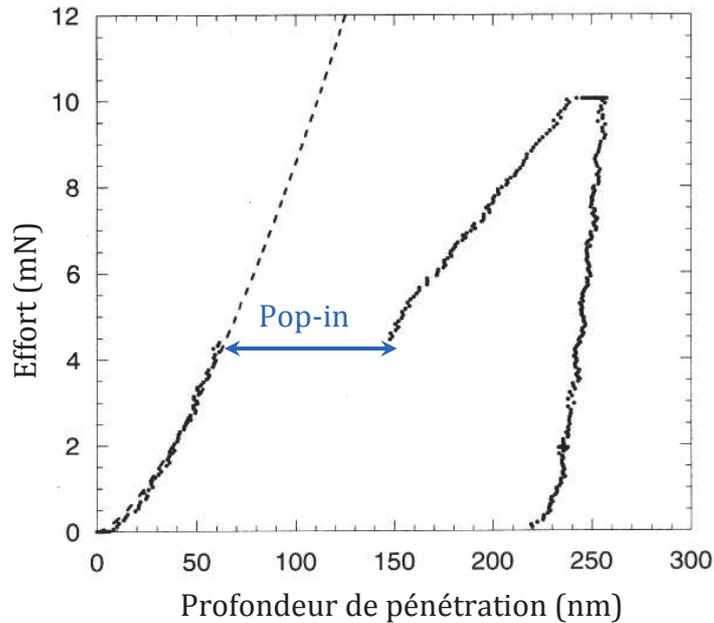


Figure (I-15) : Courbe d'indentation d'un monocristal de tungstène, un évènement de « pop-in » apparaît lors la charge. La portion élastique initiale est comparée à la théorie élastique de Hertz (en pointillés) [Bah98].

La seconde école de pensée concernant la nature des excursions en déplacement attribue le « pop-in » à la seule activation de dislocations [Vad06] [Sur99] [Sch04] et considère que le perçage de la couche d'oxyde n'est pas un facteur influant grandement dans le processus. Des essais de maintien à charge constante ont été réalisés sous CSM (« Continuous Stiffness Measurement ») avant et après l'apparition du « pop-in » [Sye97]. Les auteurs ont ainsi montré qu'avant le « pop-in » la raideur n'évolue pas sous charge constante maximale, alors qu'une fois l'excursion en déplacement passée, la raideur du contact augmente lors du maintien à charge maximale (indiquant que l'indent déforme plastiquement le matériau). Les auteurs ont donc conclut que des dislocations mobiles avait été activée pendant le « pop-in ». De plus, des observations au microscope électronique à transmission ont montré des boucles de dislocations après l'apparition du « pop-in » [Pag92]. Les auteurs avaient noté, au préalable, qu'en appliquant une charge inférieure à la charge d'activation du « pop-in » le comportement du matériau était purement élastique. Le « pop-in » correspondrait donc, dans ce cas, à la génération de dislocations mobiles. Puis Gouldstone et al. [Gou00] ont montré que la charge d'activation du « pop-in » était indépendante de l'épaisseur du film d'oxyde et que la première excursion en déplacement durant la charge apparaît lorsque la cission résolue maximale sous l'indent s'approche de la cission résolue théorique du matériau. Tous ces

éléments indiquent que les excursions en déplacement observées par ces auteurs sont dues à l'activation de dislocations.

La présence de « pop-ins » dûs à l'activation de plasticité sous l'indent a été observée sur de nombreux matériaux tels que des métaux [Die08] [Cor09] [Ger99] [Ger05], de l'oxyde magnésium [Gai06], et même des matériaux durs comme la céramique ZrB_2 [Gui10], ou le saphir [Mao12]. Cependant la présence de « pop-ins » sur la courbe d'indentation ne témoigne pas forcément de l'activation de la plasticité cristalline ou du perçage de la couche d'oxyde, mais peut aussi provenir de mécanismes inélastiques tels que le microfissurage [Mor04] [Ebi10], ou encore la transformation de phase induite par la contrainte [Ahn10].

1.2.3.2. Phénomène de « pop-out »

La présence d'excursions en déplacement apparaissant pendant la décharge, appelées couramment « pop-outs » a été majoritairement observée sur des monocristaux de silicium et interprétées comme témoignant d'une transformation de phase [Woi98b] [Ruf07]. En effet, il est reconnu que la variation d'une pression hydrostatique appliquée au silicium induit des transformations de phase [Vod04] [Hab06] [Rao07].

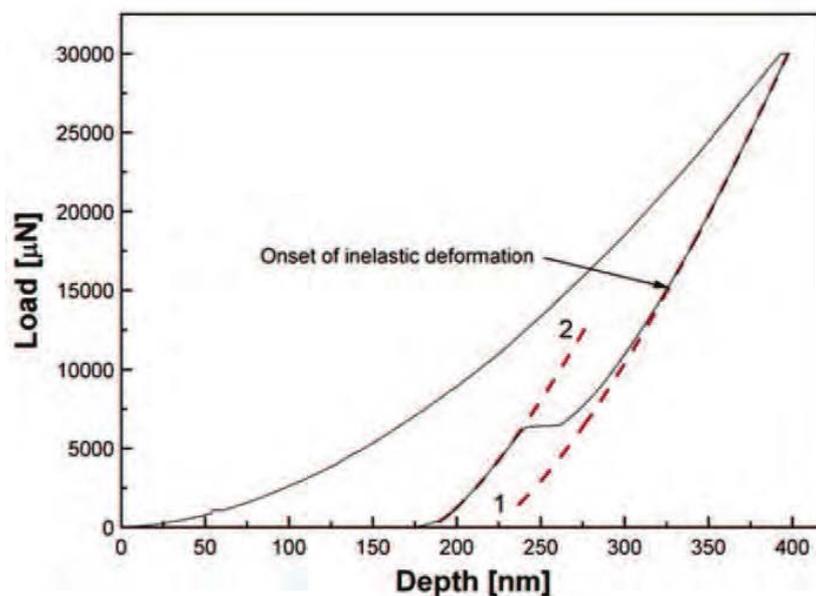


Figure (I-16) : Courbe d'indentation du silicium et fit de la décharge avant et après « pop-out » par l'équation (I-8), indiquant l'initiation de la déformation inélastique [Cha09].

Il est notamment admis que lors d'une décharge de nanoindentation à un taux de décharge suffisamment faible, la diminution de pression entraîne une transformation de

la phase Si-II formée lors de la charge en une ou des phases moins denses (Si-III et/ou Si-XII) [Hua13] [Jul04]. Il est courant, en fonction des conditions d'essai, qu'un « pop-out » apparaisse alors [Jul03] [Fuj08]. Cette excursion en déplacement est couramment attribuée à la transformation de phase décrite précédemment. Or Chang et al. [Cha09] ont montré que cette transformation de phase est observée sur la courbe de nanoindentation par une bifurcation de la courbe de décharge du matériau par rapport au comportement élastique correspondant à l'initiation de la décharge (figure (I-15)).

Le « pop-out », lorsqu'il apparaît, se situe toujours après cette bifurcation. Chang et al. [Cha09] ont donc montré que le « pop-out » ne correspond pas à l'activation de la transformation de phase mais à une soudaine dilatation du matériau résultant de cette même transition de phase. Une fois la transformation de phase achevée, le matériau reprend ensuite un comportement élastique (cf. figure (I-16)).

Il est donc généralement reconnu dans la littérature que la présence d'un « pop-out » sur la courbe d'indentation du silicium, témoigne d'une transformation de phase.

1.2.3.3. Présence d'évènements de type « pop-in » et « pop-out »

La présence d'excursions en déplacement durant la charge et la décharge a été observée par Frick et al. [Fri06] lors de l'indentation d'alliages de nickel-titane. Deux échantillons d'alliage à mémoire de forme ont été utilisés dans cette étude, le premier présentant un comportement effet mémoire et des précipités relativement larges mais espacés, et le second présentant un comportement superélastique et des précipités plus fins mais mieux répartis dans le volume de l'échantillon. Deux types d'essais ont été réalisés sur ces échantillons, le premier consiste en une simple charge-décharge avec un effort maximal appliqué très faible (6 et 12 μN , cf. figure (I-17 a et b)), le second consiste en une charge jusqu'à un effort appliqué plus important (respectivement 120 et 1200 μN , cf. figures (I-17c) et (I-17d)) suivi d'une décharge à 2 μN avant une nouvelle charge à 110% de l'effort maximal appliqué précédemment. Tous les essais ont été réalisés en contrôle en effort.

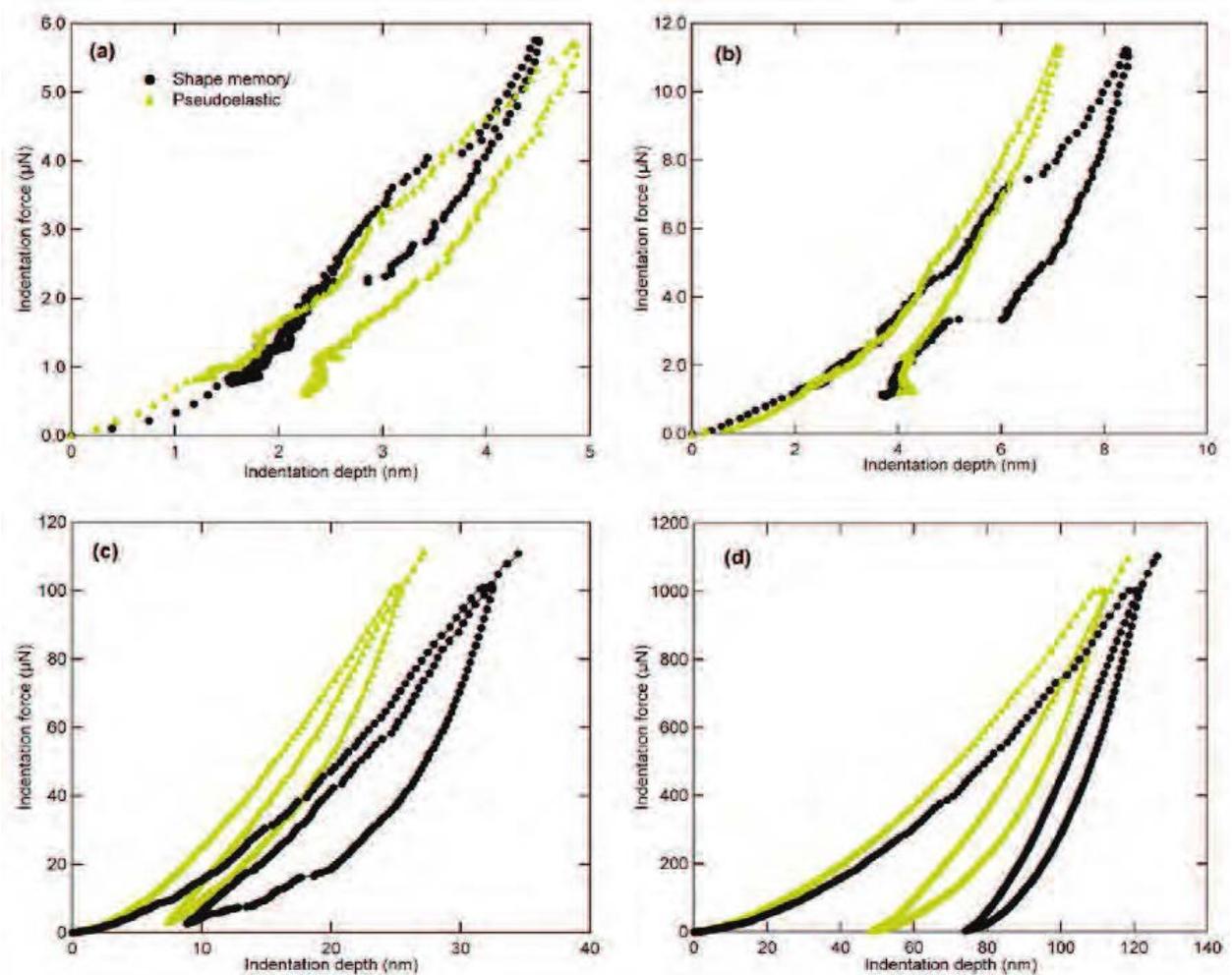


Figure (I-17) : Courbes effort-déplacement de NiTi présentant un comportement effet mémoire (en noir) et superélastique (en vert) [Fri06].

Pour tous les types de chargement, des excursions en déplacement apparaissent durant la charge et la décharge. Les auteurs ont montré que le début de la courbe d'indentation correspond à l'élasticité de Hertz, les « pop-ins » et « pop-outs » sont donc dus à une soudaine déformation inélastique du matériau. Les excursions apparaissant durant la charge et la décharge, elles sont interprétées comme témoignant d'un mécanisme direct puis inverse. L'hypothèse de l'activation de dislocations est donc exclue, aucun mécanisme n'étant connu comme permettant l'activité des dislocations pendant la décharge. De plus, dans le cas des essais à plus forte charge (figures (I-17c) et (I-17d)) une boucle d'hystérésis fermée est formée par la courbe de la première décharge et celle de la deuxième charge. Cette boucle d'hystérésis fermée n'est pas observée sur les essais à faible charge, cependant les auteurs ont montré qu'un chauffage de l'échantillon après indentation permettait de recouvrer la déformation. Les auteurs ont donc interprété ces « pop-ins » et « pop-outs » comme la propagation discrète dans le sens direct et inverse

d'une transformation martensitique thermoélastique induite par la contrainte. Les excursions en déplacement observables sur la figure (I-17) sont bien plus nettes dans le cas de l'échantillon présentant un comportement effet mémoire. Les auteurs ont attribué ces observations à la microstructure des deux échantillons. En effet, la fine répartition des précipités dans le NiTi superélastique modifie le champ de contraintes sous l'indent et entraîne une graduation de la transformation martensitique, alors que l'espacement des précipités de l'échantillon « effet mémoire » permet la propagation discrète de la transformation.

Il faut noter cependant que les gammes d'effort permettant la détection de ces mécanismes discrets sont faibles, i.e. inférieures à 10 μN (cf. figure I.16a et b), et sont donc difficiles à détecter.

I.3. Conclusions du chapitre

Ce chapitre a dressé un état de l'art de la technique d'indentation instrumentée. Les principales méthodes d'analyse des courbes effort-déplacement ont été présentées, ainsi que leurs limitations. Les principales difficultés expérimentales et analytiques relatives aux essais de nanoindentation et au traitement des données résultantes ont été détaillées. Une seconde partie s'est concentrée sur les études possibles grâce à cette technique, caractérisation de grandeurs macroscopiques, des effets de taille et observation de mécanismes élastiques aux échelles fines. Ces mécanismes sont observables grâce à l'apparition d'excursions en déplacement durant la charge et/ou la décharge. L'activation de la plasticité cristalline, qui fera le sujet de du chapitre III, se caractérise par la présence de « pop-ins » lors de la charge, alors que la transition de phase irréversible subie par le silicium se traduit par la présence d'un « pop-out » à la décharge. La transformation martensitique des alliages à mémoire de forme (AMF), dont l'étude sera détaillée au chapitre IV, devrait être caractérisée par la présence de « pop-ins » et de « pop-outs » sur la courbe de nanoindentation. Le chapitre suivant présente la partie théorique de cette étude, qui consiste en le calcul du champ de contrainte résultant de la nanoindentation et dans la détermination de critères d'activation de la plasticité cristalline et de la transformation martensitique pour un chargement hétérogène de type indentation.

II. Critères d'activation pour la plasticité et la transformation de phase sous un indent

Ce chapitre est dédié à la modélisation de l'indentation, de la réponse élastique initiale à l'activation de mécanismes inélastiques aux échelles fines. Il a été montré au chapitre précédent que la technique de l'indentation instrumentée permet la détection de mécanismes discrets. Le présent chapitre se concentre sur l'activation de deux phénomènes inélastiques particuliers pouvant être induits par nanoindentation : la plasticité cristalline dans les structures CFC et la transformation martensitique dans les Alliages à Mémoire de Forme (AMF). Lors d'un chargement uniaxial, la détermination de l'activation de plasticité cristalline passe par le calcul du facteur de Schmid (S), or cette grandeur n'a de sens que pour des sollicitations mécaniques homogènes de type traction ou compression. Li et al. [Li11] ont introduit la notion de facteur de Schmid d'indentation (S_{ind}) permettant la prédiction de l'activation de plasticité sous chargement de type indentation. De la même manière, pour un chargement homogène, l'activation de la transformation de phase dans les AMF est modélisée par le critère de Patel et Cohen [Pat53], or ce critère n'a été défini que pour ce type de sollicitations. Aucun critère n'a été développé jusqu'à maintenant pour modéliser l'activation de la transformation martensitique lors d'un chargement plus complexe comme celui généré par la nanoindentation. Ce chapitre propose un nouveau critère, dérivé du critère de Patel et Cohen, et permettant de prédire l'activation de la transformation de phase dans les AMF pour un chargement non-homogène.

Le calcul du facteur de Schmid d'indentation, comme celui du critère de Patel et Cohen repose sur la détermination du champ de contrainte généré par l'indentation. Ce champ de contrainte complexe est défini à partir de la mécanique du contact de Johnson [Joh85] comme égal à la somme sur l'aire de contact (entre l'indent et l'échantillon) d'efforts ponctuels normaux à la surface.

Dans un premier temps est présentée la théorie du contact élastique de Hertz (développée en élasticité isotrope) permettant la modélisation de la réponse élastique initiale du matériau à l'indentation, puis la mécanique du contact de Johnson pour décrire le champ de contrainte résultant de l'application d'un effort ponctuel sur un espace semi-infini. La détermination des forces motrices de la plasticité cristalline et de la transformation martensitique est ensuite étudiée à l'aide, respectivement, des notions

de facteur de Schmid d'indentation et de critère de Patel et Cohen d'indentation. Finalement, l'architecture des programmes développés dans cette étude permettant la caractérisation de l'activation de la plasticité cristalline dans les structures CFC et de la transformation de phase dans les AMF est introduite.

II.1 Calculs de Hertz et champs de contrainte sous l'indent en élasticité isotrope et anisotrope

L'indentation consiste à mettre deux corps en contact, un indent extrêmement rigide, dont les propriétés et la géométrie sont connues et un matériau que l'on veut analyser. Il a été montré au chapitre I que la réponse à l'effort appliqué par l'indent sur la surface de l'échantillon caractérise les propriétés mécaniques du matériau testé. Il a aussi été souligné que la réponse initiale du matériau au contact de l'indent est élastique. Ce comportement initial peut être décrit par la théorie du contact élastique de Hertz que nous présenterons dans un premier temps sous hypothèse d'un matériau élastiquement isotrope, puis deux méthodes de calcul seront présentées pour le cas anisotrope. Nous nous intéresserons ensuite à la répartition des contraintes générées par le contact dans le matériau testé en élasticité isotrope.

II.1.1 Théorie du contact élastique de Hertz

La théorie du contact a été problématisée en tout premier lieu par Hertz en 1882 [Her82], alors qu'il étudiait la déformation due au contact entre deux lentilles transparentes. Le fait de presser les lentilles l'une contre l'autre créait des franges d'interférence optique observables dans la lumière réfractée par les lentilles. Nous ne résumerons ici que les résultats principaux et utiles à l'étude, cependant de nombreux ouvrages détaillent les travaux de Hertz ([Joh85] [Fra93]).

Les hypothèses de Hertz au contact élastique entre deux sphères sont :

- Les surfaces des sphères sont continues
- Les déplacements générés par le contact sont faibles devant le rayon des sphères
- Les solides présentent des propriétés élastiques linéaires et isotropes
- Le frottement entre les sphères est négligé.

On considère alors que deux sphères 1 et 2 de rayons respectifs R_1 et R_2 sont pressées l'une contre l'autre par une force normale F . On note R le rayon de courbure équivalent des deux sphères :

$$R = \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right)^{-1} \quad (\text{II-1})$$

Appliquée à l'indentation d'une surface plane de rayon infini R_2 par un indent sphérique de rayon de courbure R_1 , l'équation (II-1) devient $R = R_1$. En effet, le rayon de courbure de la surface de l'échantillon étant quasiment infini devant celui de l'indent, il peut être négligé dans le calcul du rayon équivalent (équation (II-1)).

Le déplacement normal u_z dans la zone de contact s'exprime, en coordonnées cylindriques :

$$u_z(r) = u_{1z}(r) + u_{2z}(r) = \delta - \frac{r^2}{2R} \quad (\text{II-2})$$

Où R est le rayon de courbure équivalent, r la position axiale du point considéré dans la zone de contact et δ le déplacement normal sur l'axe de symétrie. u_{1z} et u_{2z} sont les déplacements normaux respectifs des points de la surface des sphères 1 et 2 contenus dans la zone de contact, au regard de la surface libre initiale de ces solides (cf figure (II-1)).

Le déplacement normal sur l'axe de symétrie δ s'écrit donc :

$$\delta = u_{1z}(0) + u_{2z}(0) \quad (\text{II-3})$$

Hertz [Her82] a démontré que le rayon de contact a est lié au rayon de courbure équivalent R , à l'effort appliqué F et au module réduit E_r :

$$a = \left(\frac{3FR}{4E_r} \right)^{1/3} \quad (\text{II-4})$$

Le module E_r est un module équivalent prenant en compte les interactions élastiques entre les solides 1 et 2. En considérant que les matériaux de l'indent et de l'échantillon se comportent comme des ressorts en série, le module réduit en élasticité isotrope s'exprime alors sous la forme :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2} \quad (\text{II-5})$$

Où E_1 , E_2 , ν_1 et ν_2 sont respectivement les modules d'Young et les coefficients de Poisson des deux solides en contact.

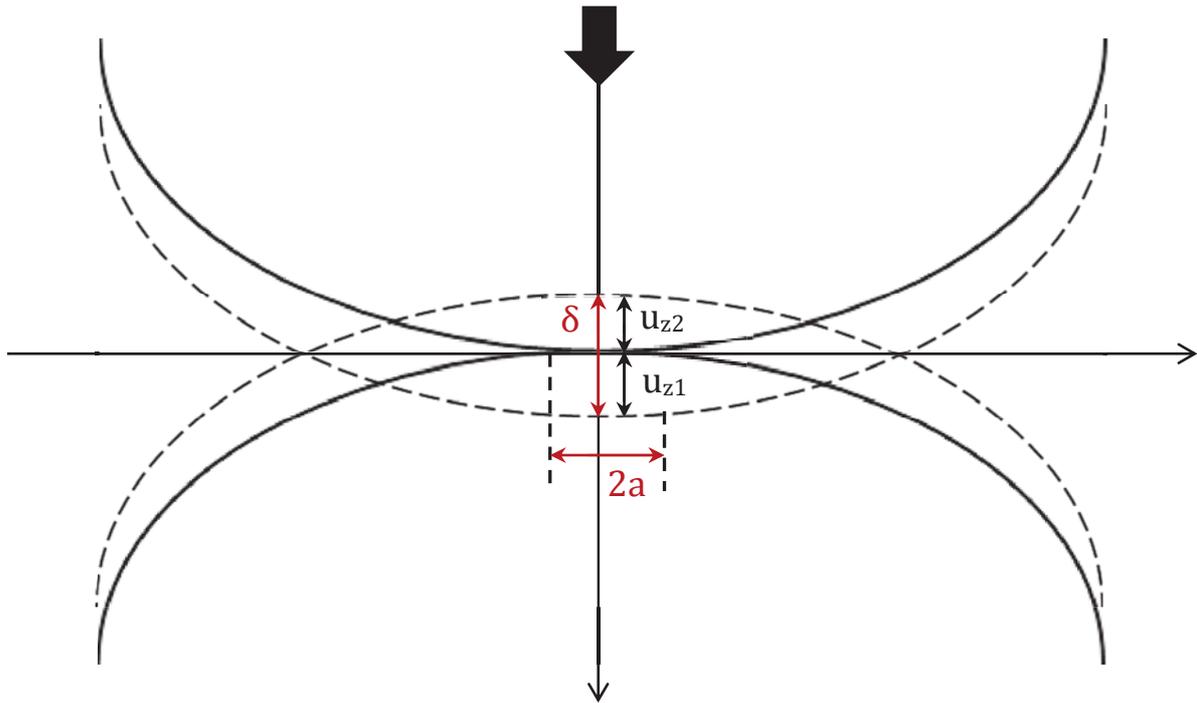


Figure (II-1) : Contact entre deux sphères, les lignes pleines représentent la position initiale du contact, et les lignes en pointillés la déformée des deux corps en contact sous l'action d'un effort normal F.

Hertz s'est aussi intéressé à la distribution des contraintes résultant du contact entre les deux solides. L'aire de contact entre les deux corps détermine la distribution des efforts dans les sphères. En considérant les hypothèses énoncées plus tôt et en supposant que la contrainte est nulle loin du point de contact, une distribution de pression elliptique satisfait aux conditions aux limites :

$$\frac{\sigma_z}{p_m} = -\frac{3}{2} \left(1 - \frac{r^2}{a^2}\right)^{1/2} \quad (\text{II-6})$$

Où σ_z est la contrainte dans la direction normale au contact, et p_m est la pression moyenne de contact définie par le rapport entre l'effort appliqué et l'aire de contact :

$$p_m = \frac{F}{\pi a^2} \quad (\text{II-7})$$

En substituant F/a^2 par l'équation (II-4), on obtient une expression de la pression moyenne indépendante de l'effort appliqué :

$$p_m = \left(\frac{4E_r}{3\pi}\right) \frac{a}{R} \quad (\text{II-8})$$

La pression normale au centre du contact, p_0 , égale à $1,5p_m$ dans le cas d'une indentation avec une pointe sphérique, est la pression normale maximale. Au niveau du contour de la surface de contact, la pression devient nulle. En dehors de l'aire de contact, la surface

est une surface libre, la pression normale y est donc nulle. La pression dans l'aire de contact, compatible avec les équations en déplacement (II-2) et (II-3) est donc définie comme suit pour $r \leq a$:

$$p = p_0 \left(1 - \frac{r^2}{a^2}\right)^{1/2} \quad (\text{II-9})$$

La pression normale p_0 est liée à l'effort appliqué F par l'équation suivante :

$$p_0 = \frac{3F}{2\pi a^2} \quad (\text{II-10})$$

En substituant les termes appropriés par l'équation (II-4), on obtient une expression de la pression normale maximale dépendant de l'effort appliqué F :

$$p_0 = \left(\frac{6FE_r^2}{\pi^3 R^2}\right)^{1/3} \quad (\text{II-11})$$

Pour de faibles déformations ($a \ll R$), la déformation élastique normale δ sur l'axe de symétrie peut s'exprimer sous la forme :

$$\delta = \frac{a^2}{R} \quad (\text{II-12})$$

En combinant les équations (II-7), (II-8) et (II-12), l'effort normal appliqué s'écrit :

$$F = \frac{4}{3} E_r \sqrt{R} \delta^3 \quad (\text{II-13})$$

Dans le cas de la nanoindentation, le déplacement normal sur l'axe de symétrie δ sera remplacé par h , la profondeur d'indentation. Appliquée à la nanoindentation, l'équation (II-13) montre que, pour un couple donné, rayon d'indent-matériau, on obtient $F = Dh^{3/2}$ (avec D une constante), ce qui est proche d'une parabole. De plus l'effort F dépend du rayon de la pointe de l'indent et du module réduit défini par l'équation (II-5). Le module réduit dépend quant à lui des propriétés élastiques (module d'élasticité et coefficient de Poisson) de l'indent et du matériau indenté. L'indent étant généralement fabriqué en diamant, ses propriétés élastiques sont connues et se retrouvent dans la littérature relative à la nanoindentation. Le second terme de l'expression (II-5) concerne les propriétés élastiques du matériau indenté. Il est courant de faire l'hypothèse que ces propriétés sont isotropes et de ne considérer que le coefficient de Poisson et le module d'élasticité longitudinal du matériau. Cette hypothèse est cependant réductrice, car négligeant tout effet d'anisotropie élastique du cristal. Il est donc important de pouvoir exprimer ce second terme de l'équation (II-5) en considérant à la fois l'orientation cristallographique et les effets d'anisotropie élastique

(élasticité pour un réseau de symétrie cubique) sur la courbe élastique de Hertz. Dans la suite de cette partie nous présentons deux approches permettant d'introduire l'effet de l'orientation cristallographique dans la détermination du module d'élasticité réduit.

La première méthode similaire à celle employée par Kang et al [Kan12] consiste à substituer le second terme de l'équation (II-3) par un module effectif où le module d'élasticité isotrope est remplacé par un module d'Young directionnel classique E_{hkl} , et le coefficient de Poisson du matériau indenté n'apparaît plus dans l'expression du module réduit :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1}{E_{hkl}} \quad (\text{II-14})$$

Le module d'Young directionnel E_{hkl} est calculé à partir de l'équation suivante [Kan12] :

$$E_{hkl} = \frac{1}{(S_{11} + (2S_{12} - 2S_{11} + S_{44})A_{hkl})} \quad (\text{II-15})$$

où S_{11} , S_{12} et S_{44} sont les trois complaisances élastiques indépendantes (pour un système cubique) et A_{hkl} est décrit par :

$$A_{hkl} = \frac{h^2k^2 + k^2l + l^2h}{(h^2 + k^2 + l^2)^2} \quad (\text{II-16})$$

avec h, k et l les indices de Miller de la direction considérée. Cependant cette méthode ne prend en compte ni l'anisotropie élastique au niveau du coefficient de Poisson ni l'influence du milieu semi-infini dans le calcul du module réduit.

C'est pourquoi la seconde méthode, développée par Vlassak et Nix [Vla93] [Vla94], plus rigoureuse, consiste à remplacer le second terme de l'expression du module réduit par un module effectif d'indentation :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1}{E_{\text{eff}}^{(hkl)}} \quad (\text{II-17})$$

avec $E_{\text{eff}}^{(hkl)}$ le module effectif d'indentation du matériau d'orientation $[hkl]$ calculé en anisotropie élastique pour un milieu semi-infini à partir de sa fonction de Green associée selon l'équation suivante :

$$E_{\text{eff}}^{(hkl)} = 16\pi^2 \left\{ \int_0^{2\pi} \alpha_m B_{mk}^{-1}(\zeta) \alpha_k d\gamma \right\}^{-1} \quad (\text{II-18})$$

où $(\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3)$ sont les cosinus directeurs de la normale à la surface de l'espace semi-infini, ζ est l'angle entre le vecteurs unitaire u et un point quelconque du plan

perpendiculaire au vecteur unitaire v , les vecteurs unitaires (u, v, t) formant un repère orthonormal direct. Le tenseur de Green $B(t)$ s'exprime de la façon suivante :

$$B_{js}(t) = B_{sj}(t) = \frac{1}{8\pi^2} \int_0^{2\pi} ((uu)_{js} - (uv)_{jk}(vv)_{kr}^{-1}(vu)_{rs})d\varphi \quad (\text{II-19})$$

Les termes $(ab)_{jk}$ sont calculés selon : $(ab)_{jk} = a_i C_{ijkl} b_m$ où les C_{ijkl} sont les modules élastiques du matériau anisotrope.

Vlassak et Nix [Vla93] [Vla94] ont fourni deux méthodes pour le calcul de ce module effectif pour les orientations particulières [001], [101] et [111]. Ces deux méthodes nécessitent de connaître au préalable le coefficient de Poisson dans la direction [100] du cristal noté $\nu_{<100>}$ et le facteur d'anisotropie A de l'échantillon. Ces deux grandeurs dépendent des constantes élastiques du matériau :

$$\nu_{<100>} = -\frac{S_{11}}{S_{12}} = \frac{C_{12}}{C_{11} + C_{12}} \quad (\text{II-20})$$

où S_{11} et S_{12} sont deux des trois complaisances élastiques. Et :

$$A = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}} \quad (\text{II-21})$$

Avec C_{11} , C_{12} et C_{44} les trois modules élastiques indépendants pour une symétrie cubique.

La première méthode, proposée en 1993, est composée de trois abaques (figure (II-2)), une pour chacune des trois orientations particulières [001], [101] et [111]. Ces abaques représentent le module d'indentation normalisé E_N en fonction du facteur d'anisotropie pour différentes valeurs de $\nu_{<100>}$. Connaissant le coefficient de Poisson $\nu_{<100>}$ et le facteur d'anisotropie A de l'échantillon il est alors possible de déterminer E_N à partir de ces abaques. Le module effectif peut alors être calculé selon l'équation suivante :

$$E_{\text{eff}}^{(hkl)} = \frac{E_s}{1 - \nu_s^2} E_N \quad (\text{II-22})$$

où E_s et ν_s sont respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson isotropes du matériau.

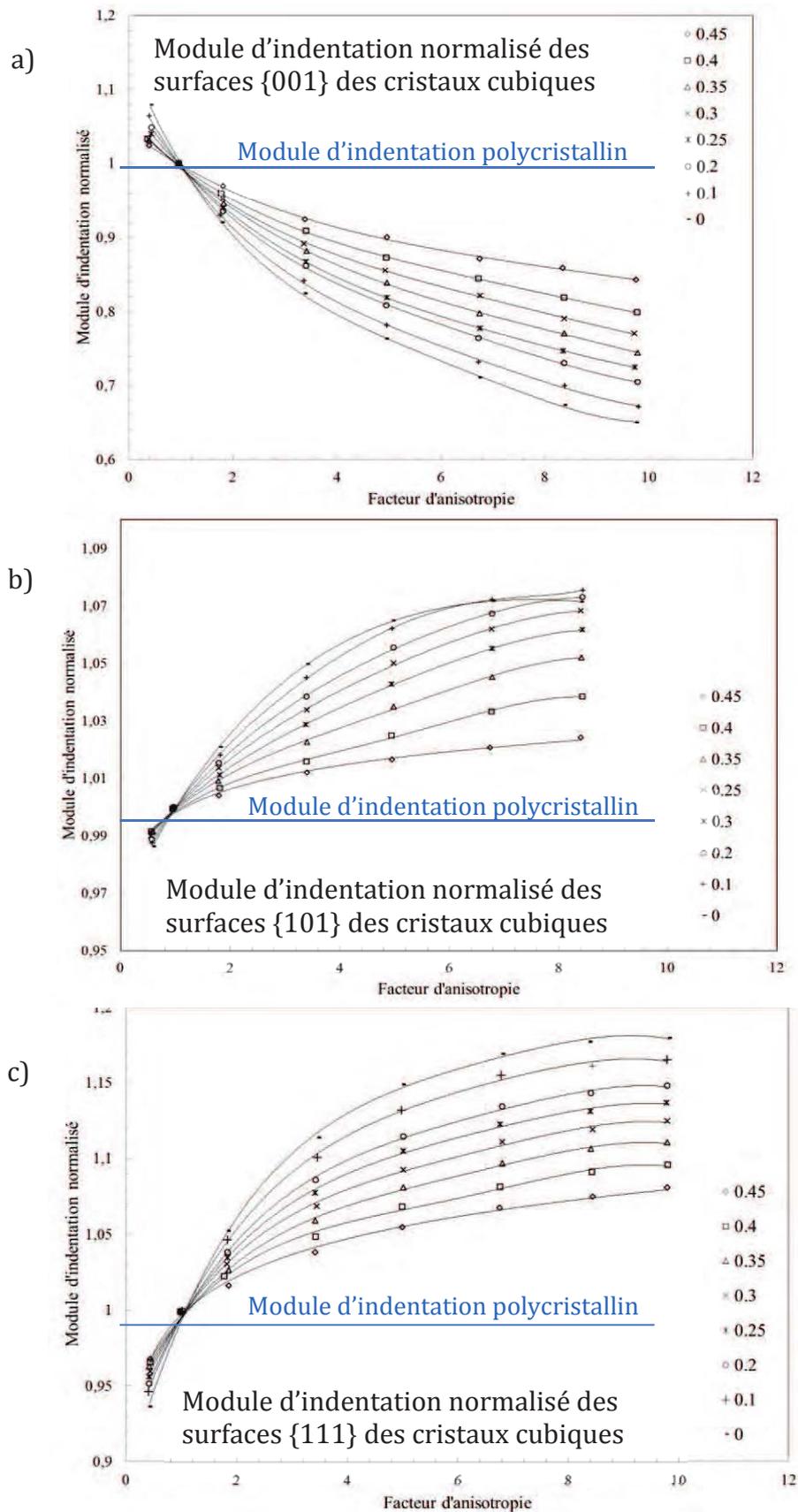


Figure (II-2) : Abaqués issues de [Vla93] permettant la détermination du module d'indentation normalisé à partir du coefficient de Poisson dans la direction $[100] \nu_{<100>}$ et du coefficient d'anisotropie A pour les orientations a) $[100]$, b) $[110]$ et c) $[111]$.

La seconde méthode proposée en 1994 par Vlassak et Nix [Vla94] consiste à exprimer le module effectif d'indentation de la façon suivante :

$$E_{\text{eff}}^{(\text{hkl})} = \beta_{(\text{hkl})} \left(\frac{E_s}{1 - \nu_s^2} \right)_{\text{isotropic}} \quad (\text{II-23})$$

où $\beta_{(\text{hkl})}$ s'écrit :

$$\beta_{(\text{hkl})} = a_{\text{VN}} + c_{\text{VN}}(A - A_0)^{B_{\text{VN}}} \quad (\text{II-24})$$

Les constantes a_{VN} , c_{VN} , B_{VN} et A_0 dépendent de l'orientation du cristal et sont déterminées à partir de la table de Vlassak et Nix [Vla94] représentée tableau (II-1).

$M_{(\text{hkl})} = \beta_{(\text{hkl})} \left(\frac{E}{1 - \nu^2} \right)_{\text{isotropic}}$, where $\beta_{(\text{hkl})} = a + c(A - A_0)^B$						
	$\nu_{\langle 100 \rangle}$	a	c	A_0	B	Range
(100)	0,2	1,409	-0,409	0	0,2367	0,6<A<8
	0,25	1,338	-0,338	0	0,2604	0,6<A<8
	0,3	1,277	-0,276	0	0,2845	0,6<A<8
	0,35	1,231	-0,231	0	0,3006	0,6<A<8
	0,4	1,198	-0,198	0	0,3022	0,6<A<8
	0,45	1,219	-0,219	0	0,2341	0,6<A<8
(110)	0,2	0,741	0,230	-0,893	0,1768	0,8<A<6
	0,25	0,730	0,245	-0,858	0,1512	0,8<A<8
	0,3	0,732	0,234	-1,338	0,1565	0,8<A<8
	0,35	0,724	0,229	-2,312	0,1549	0,8<A<8
	0,4	0,701	0,232	-4,548	0,1490	1,0<A<8
	0,45	0,682	0,260	-5,950	0,1052	1,0<A<8
(111)	0,2	0,751	0,259	0,172	0,2132	0,8<A<6
	0,25	0,725	0,278	0,062	0,1910	0,8<A<6
	0,3	0,741	0,258	-0,002	0,1901	0,8<A<6
	0,35	0,753	0,243	-0,081	0,1825	0,8<A<6
	0,4	0,741	0,254	-0,120	0,1524	0,8<A<8
	0,45	0,750	0,236	-0,472	0,1508	0,8<A<8

Tableau (II-1) : Table issue de [Vla94] permettant la détermination des paramètres a, c, A_0 , et B à partir du coefficient de Poisson dans la direction [100] $\nu_{\langle 100 \rangle}$ pour les directions cristallographiques [100], [110] et [111]. Cette table donne aussi un encadrement du coefficient d'anisotropie A pour chaque cas.

Connaissant le coefficient de Poisson dans la direction $[100]$ $\nu_{\langle 100 \rangle}$ les constantes a_{VN} , c_{VN} , B_{VN} et A_0 peuvent être déterminées. Ces constantes, associées au facteur d'anisotropie A , permettent le calcul du coefficient $\beta_{(hkl)}$. Le module effectif d'indentation $E_{\text{eff}}^{(hkl)}$ peut alors être calculé selon l'équation (II-23).

Cependant la méthode utilisée dans cette étude trouve ses limites dans le fait que les tables et abaques de Vlassak et Nix ne donnent les paramètres nécessaires au calcul du module effectif d'indentation que dans le cas particulier des orientations $[100]$, $[110]$ et $[111]$. Les méthodes de calcul actuelles le permettant, un calcul numérique semblable à celui réalisé par Li et al. [Li11] serait à l'avenir plus approprié pour une détermination rigoureuse du module effectif pour une plus large gamme d'orientations dans le cas de matériaux de symétrie cubique.

II.1.2 Détermination du champ de contrainte d'indentation

Lors d'un chargement mécanique de type indentation le champ de contrainte sous l'indent n'est pas homogène contrairement à un essai compression pure. Le calcul de ce type de champs de contraintes devient donc facilement relativement complexe. Hertz [Her82] n'a pas calculé les champs de contraintes internes, mais il a indiqué que ces champs pourraient être calculés en interpolant les solutions surfaciques le long de l'axe z . En 1882, Cerruti [Cer82] a proposé une approche basée sur la théorie des potentiels permettant le calcul des contraintes et des déplacements dans un demi-espace élastique. Puis en 1885, Boussinesq [Bou85] a postulé une méthode de calcul de la distribution des contraintes due à un chargement ponctuel, elle aussi basée sur la théorie des potentiels. En utilisant le principe de superposition, n'importe quel contact surfacique peut être représenté par une distribution appropriée de charges ponctuelles d'intensité variable appliquées sur la surface de l'échantillon. Le champ de contraintes total est alors donné par la superposition des champs de contraintes résultant de chaque charge ponctuelle. La méthode de calcul de la distribution des contraintes utilisée dans cette étude est une adaptation de celle proposée par Johnson [Joh85], elle-même basée sur l'approche de Love [Lov29] et sur les fonctions de potentiel de Cerruti et Boussinesq.

Cette partie décrit dans un premier temps la méthode utilisée par Johnson [Joh85] pour obtenir les composantes de la contrainte résultant d'un effort ponctuel exercé sur un milieu semi-infini. Ces équations sont basées sur le calcul des fonctions de potentiel de

Boussinesq [Bou85], et permettent la détermination des déplacements élastiques et du champ de contrainte en tout point du solide indenté. Puis il est démontré que dans le cas de l'application d'un effort normal ponctuel, l'expression de ces équations se simplifie fortement et donne une expression simplifiée des composantes du champ de contrainte.

II.1.2.1 Effort ponctuel appliqué à un demi-espace

Nous considérons les contraintes et les déformations produites dans un espace semi-infini, limité par le plan $z = 0$, sous l'action de tractions normale et tangentiels. Ces efforts sont appliqués sur une surface fermée S_a , proche de l'origine du repère considéré. En-dehors de la zone affectée par le chargement, et au regard du faible volume affecté, les contraintes sont supposées nulles. Deux dimensions suffisent à déterminer la pression normale $p(x, y)$, et les efforts tangentiels $q_x(x, y)$ et $q_y(x, y)$ qui varient généralement dans le plan ($z = 0$). Trois dimensions sont nécessaires pour caractériser les contraintes résultantes, et, en général, six composantes indépendantes de la contrainte apparaissent : $\sigma_x, \sigma_y, \sigma_z, \tau_{xy}, \tau_{yz}$ et τ_{zx} .

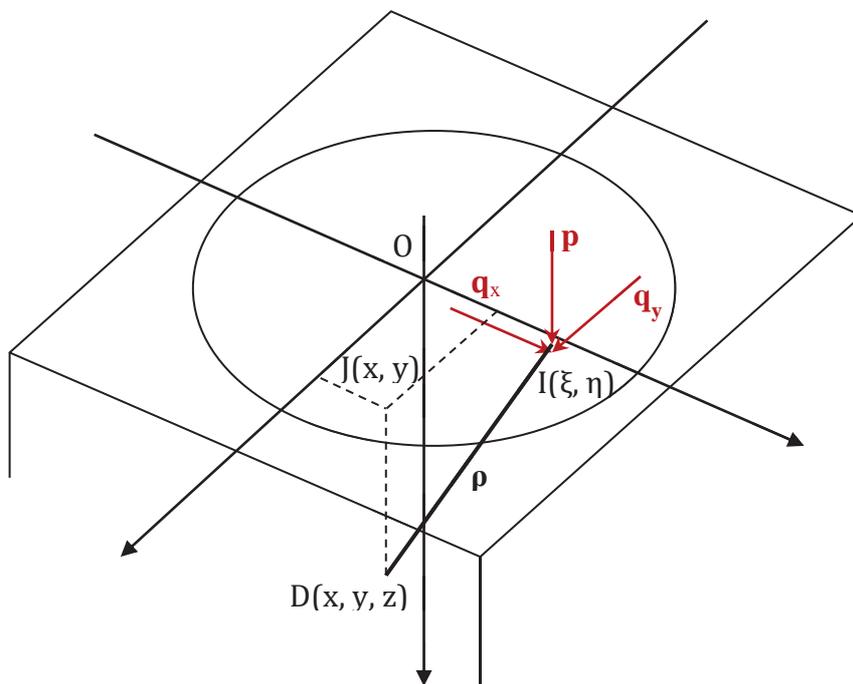


Figure (II-3) : Représentation dans le repère cartésien de l'espace semi-infini les tractions q_x et q_y et la pression normale p sont appliqués au point $I(\xi, \eta)$. Le point $J(x, y)$ est la projection sur le plan $z = 0$ du point D situé dans l'espace semi-infini à une distance ρ du point I .

La figure (II-3) représente l'espace semi-infini. Considérons un point $D(x, y, z)$ situé dans le volume du solide et un point $I(\xi, \eta)$ situé sur la surface fermée S_a , et notons ρ la distance entre ces deux points :

$$ID = \rho = ((\xi - x)^2 + (\eta - y)^2 + z^2)^{1/2} \quad (\text{II-25})$$

La pression normale $p(\xi, \eta)$ et les efforts tangentiels $q_x(x, y)$ et $q_y(x, y)$ étant distribués sur la surface S_a , les fonctions de potentiel F_1 , G_1 et H_1 satisfaisant l'équation de Laplace correspondant à cet effort s'écrivent donc :

$$\begin{aligned} F_1 &= \int_S \int q_x(\xi, \eta) \Omega d\xi d\eta \\ G_1 &= \int_S \int q_y(\xi, \eta) \Omega d\xi d\eta \\ H_1 &= \int_S \int p(\xi, \eta) \Omega d\xi d\eta \end{aligned} \quad (\text{II-26})$$

avec :

$$\Omega = z \ln(\rho + z) - \rho \quad (\text{II-27})$$

On définit, de plus, les fonctions de potentiel suivantes :

$$\begin{aligned} F_2 &= \frac{\partial F_1}{\partial z} = \int_S \int q_x(\xi, \eta) \ln(\rho + z) d\xi d\eta \\ G_2 &= \frac{\partial G_1}{\partial z} = \int_S \int q_y(\xi, \eta) \ln(\rho + z) d\xi d\eta \\ H_2 &= \frac{\partial H_1}{\partial z} = \int_S \int p(\xi, \eta) \ln(\rho + z) d\xi d\eta \end{aligned} \quad (\text{II-28})$$

Les fonctions de potentiel de Boussinesq ψ_1 et ψ s'écrivent :

$$\psi_1 = \frac{\partial F_1}{\partial x} + \frac{\partial G_1}{\partial y} + \frac{\partial H_1}{\partial z} \quad (\text{II-29})$$

et :

$$\psi = \frac{\partial \psi_1}{\partial z} = \frac{\partial F_2}{\partial x} + \frac{\partial G_2}{\partial y} + \frac{\partial H_2}{\partial z} \quad (\text{II-30})$$

Les composantes du déplacement élastique u_x, u_y, u_z et tout point $A(x, y, z)$ du corps du solide s'expriment :

$$u_x = \frac{1}{4\pi\mu} \left(2 \frac{\partial F_2}{\partial z} - \frac{\partial H_2}{\partial x} + 2\nu \frac{\partial \psi_1}{\partial x} - \frac{\partial \psi}{\partial x} \right) \quad (\text{II-31})$$

$$u_y = \frac{1}{4\pi\mu} \left(2 \frac{\partial G_2}{\partial z} - \frac{\partial H_2}{\partial y} + 2\nu \frac{\partial \psi_1}{\partial y} - \frac{\partial \psi}{\partial y} \right) \quad (\text{II-32})$$

$$u_z = \frac{1}{4\pi\mu} \left(2 \frac{\partial H_2}{\partial z} + (1 - 2\nu)\psi - z \frac{\partial \psi}{\partial z} \right) \quad (\text{II-33})$$

Où μ et ν sont respectivement le module de cisaillement et le coefficient de Poisson de l'espace semi-infini. Les composantes de la contrainte résultant du contact sont calculées par la loi de Hooke à partir des déformations correspondant aux déplacements des équations (II-31) à (II-33).

$$\tilde{\sigma}_{xx} = \frac{2\nu\mu}{1 - 2\nu} \left(\frac{\partial u_x}{\partial x} + \frac{\partial u_y}{\partial y} + \frac{\partial u_z}{\partial z} \right) + 2\mu \frac{\partial u_x}{\partial x} \quad (\text{II-34})$$

$$\tilde{\sigma}_{yy} = \frac{2\nu\mu}{1 - 2\nu} \left(\frac{\partial u_x}{\partial x} + \frac{\partial u_y}{\partial y} + \frac{\partial u_z}{\partial z} \right) + 2\mu \frac{\partial u_y}{\partial y} \quad (\text{II-35})$$

$$\tilde{\sigma}_{zz} = \frac{2\nu\mu}{1 - 2\nu} \left(\frac{\partial u_x}{\partial x} + \frac{\partial u_y}{\partial y} + \frac{\partial u_z}{\partial z} \right) + 2\mu \frac{\partial u_z}{\partial z} \quad (\text{II-36})$$

$$\tilde{\tau}_{xy} = \mu \left(\frac{\partial u_x}{\partial y} + \frac{\partial u_y}{\partial x} \right) \quad (\text{II-37})$$

$$\tilde{\tau}_{yz} = \mu \left(\frac{\partial u_z}{\partial y} + \frac{\partial u_y}{\partial z} \right) \quad (\text{II-38})$$

$$\tilde{\tau}_{zx} = \mu \left(\frac{\partial u_x}{\partial z} + \frac{\partial u_z}{\partial x} \right) \quad (\text{II-39})$$

Dans le cas d'une pression normale pure ($q_x(x, y) = q_y(x, y) = 0$), les équations précédentes peuvent être simplifiées. On obtient alors :

$$F_1 = F = G_1 = G \quad (\text{II-40})$$

Et donc :

$$\psi_1 = \frac{\partial H_1}{\partial z} = H = \int \int_S p(\xi, \eta) \ln(\rho + z) d\xi d\eta \quad (\text{II-41})$$

Et :

$$\psi = \frac{\partial \psi_1}{\partial z} = \frac{\partial H}{\partial z} = \int \int_S p(\xi, \eta) \frac{1}{\rho} d\xi d\eta \quad (\text{II-42})$$

Ce qui permet de simplifier l'expression des déplacements :

$$u_x = \frac{1}{4\pi\mu} \left((1 - 2\nu) \frac{\partial\psi_1}{\partial x} + z \frac{\partial\psi}{\partial x} \right) \quad (\text{II-43})$$

$$u_y = \frac{1}{4\pi\mu} \left((1 - 2\nu) \frac{\partial\psi_1}{\partial y} + z \frac{\partial\psi}{\partial y} \right) \quad (\text{II-44})$$

$$u_z = \frac{1}{4\pi\mu} \left((1 - 2\nu)\psi - z \frac{\partial\psi}{\partial z} \right) \quad (\text{II-45})$$

Les fonctions de potentiel de Boussinesq ψ et ψ_1 sont des fonctions harmoniques de x , y et z , et satisfont à l'équation de Laplace, on a donc : $\nabla^2\psi = \nabla^2\psi_1 = 0$. Ce qui donne l'équation (II-46).

$$\frac{\partial u_x}{\partial x} + \frac{\partial u_y}{\partial y} + \frac{\partial u_z}{\partial z} = \frac{1 - 2\nu}{2\pi\mu} \frac{\partial\psi}{\partial z} \quad (\text{II-46})$$

Par la substitution des équations (II-43) à (II-46) dans les équations (II-34) à (II-39), on obtient une expression simplifiée des composantes de la contrainte en tout point D :

$$\tilde{\sigma}_{xx} = \frac{1}{2\pi} \left(2\nu \frac{\partial\psi}{\partial z} - z \frac{\partial^2\psi}{\partial x^2} - (1 - 2\nu) \frac{\partial^2\psi_1}{\partial x^2} \right) \quad (\text{II-47})$$

$$\tilde{\sigma}_{yy} = \frac{1}{2\pi} \left(2\nu \frac{\partial\psi}{\partial z} - z \frac{\partial^2\psi}{\partial y^2} - (1 - 2\nu) \frac{\partial^2\psi_1}{\partial y^2} \right) \quad (\text{II-48})$$

$$\tilde{\sigma}_{zz} = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{\partial\psi}{\partial z} - z \frac{\partial^2\psi}{\partial z^2} \right) \quad (\text{II-49})$$

$$\tilde{\tau}_{xy} = -\frac{1}{2\pi} \left((1 - 2\nu) \frac{\partial^2\psi_1}{\partial x \partial y} + 2 \frac{\partial^2\psi}{\partial x \partial y} \right) \quad (\text{II-50})$$

$$\tilde{\tau}_{yz} = -\frac{1}{2\pi} z \frac{\partial^2\psi}{\partial z \partial y} \quad (\text{II-51})$$

$$\tilde{\tau}_{zx} = -\frac{1}{2\pi} z \frac{\partial^2\psi}{\partial z \partial x} \quad (\text{II-52})$$

II.1.2.2 Adaptation à l'indentation

Lors d'un chargement d'indentation, le champ de contrainte résultant du contact entre l'indent et la surface du matériau peut être calculé en intégrant le champ de contrainte dû à un effort ponctuel normal sur la surface de contact (cf. par exemple [Ger95]). Sous hypothèse d'un chargement ponctuel normal à la surface (figure (II-4)), le calcul des composantes de la contrainte selon la mécanique du contact de Johnson [Joh85] est encore simplifié.

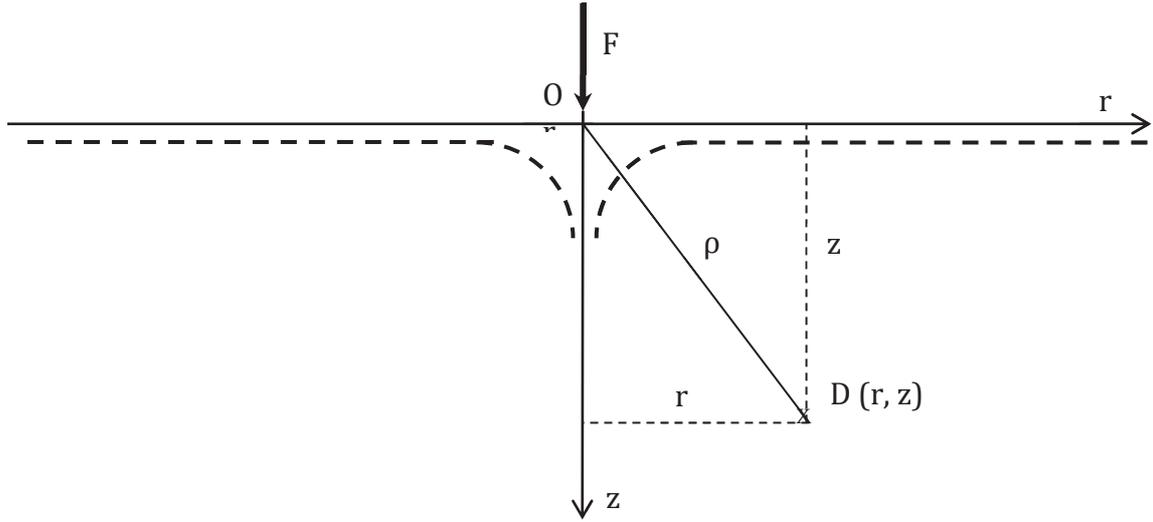


Figure (II-4) : Schéma représentant les grandeurs caractéristiques de l'indentation.

La distance ρ s'exprime alors en coordonnées cartésiennes :

$$\rho = (x^2 + y^2 + z^2)^{1/2} \quad (\text{II-53})$$

En intégrant la pression normale $p(\xi, \eta)$ sur la surface S_a affectée par le chargement on retrouve l'effort appliqué F :

$$\int_S \int p(\xi, \eta) d\xi d\eta = F \quad (\text{II-54})$$

La pression normale $p(\xi, \eta)$ étant distribuée sur la surface S_a , les fonctions de potentiel de Boussinesq ψ_1 et ψ correspondant à cet effort s'écrivent donc :

$$\psi_1 = \frac{\partial H_1}{\partial z} = H = F \ln(\rho + z) \quad (\text{II-55})$$

et :

$$\psi = \frac{\partial H}{\partial z} = \frac{F}{\rho} \quad (\text{II-56})$$

En posant $r = (x^2 + y^2)^{1/2}$, on obtient les équations (II-57) à (II-62) décrivant les composantes de la contrainte en une position arbitraire (x, y, z) due à un contact ponctuel exercé par une force normale F agissant sur la surface d'un demi-espace infini sous hypothèse d'un matériau élastique linéaire isotrope.

$$\tilde{\sigma}_{xx} = \frac{1}{2\pi} \left[\frac{(1-2\nu)}{r^2} \left\{ \left(1 - \frac{z}{\rho}\right) \frac{x^2 - y^2}{r^2} + \frac{zy^2}{\rho^3} \right\} - \frac{3zx^2}{\rho^5} \right] \quad (\text{II-57})$$

$$\tilde{\sigma}_{yy} = \frac{1}{2\pi} \left[\frac{(1-2\nu)}{r^2} \left\{ \left(1 - \frac{z}{\rho}\right) \frac{y^2 - x^2}{r^2} + \frac{zx^2}{\rho^3} \right\} - \frac{3zy^2}{\rho^5} \right] \quad (\text{II-58})$$

$$\tilde{\sigma}_{zz} = -\frac{3z^3}{2\pi\rho^5} \quad (\text{II-59})$$

$$\tilde{\sigma}_{xy} = \frac{1}{2\pi} \left[\frac{(1-2\nu)}{r^2} \left\{ \left(1 - \frac{z}{\rho}\right) \frac{xy}{r^2} - \frac{xyz}{\rho^3} \right\} - \frac{3xyz}{\rho^5} \right] \quad (\text{II-60})$$

$$\tilde{\sigma}_{xz} = -\frac{3xz^2}{2\pi\rho^5} \quad (\text{II-61})$$

$$\tilde{\sigma}_{yz} = -\frac{3yz^2}{2\pi\rho^5} \quad (\text{II-62})$$

Les équations (II-57) à (II-62) décrivent un contact ponctuel. Or sous l'hypothèse que l'usure rend la pointe de l'indent sphérique [Rod03], l'aire de contact réelle entre la pointe d'indentation et la surface peut être assimilée circulaire. Afin de décrire le contact d'un indent rigide axisymétrique avec la surface, une double intégration est donc réalisée sur la surface sphérique de contact (figure (II-5)).

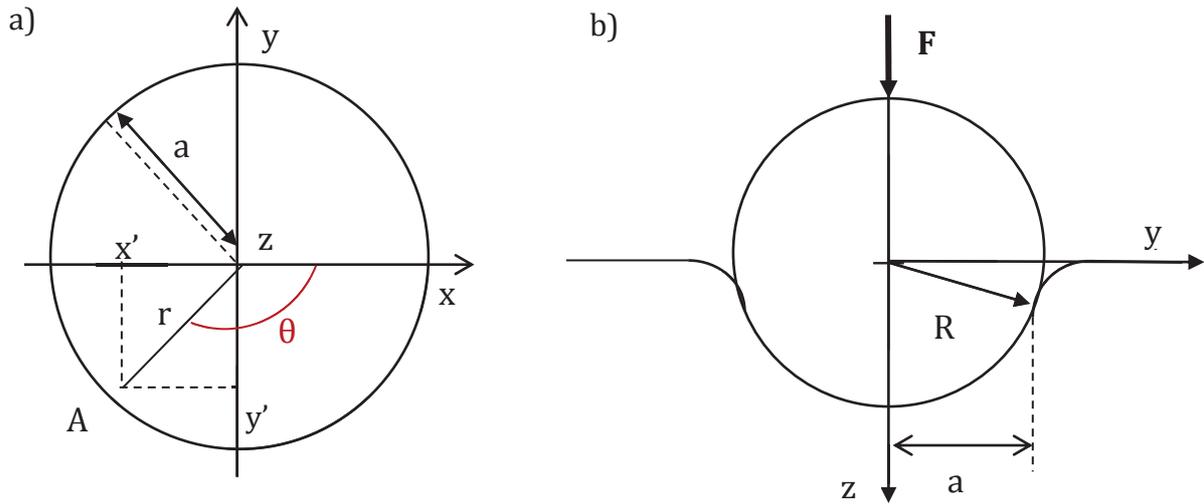


Figure (II-5) : Coupes géométriques de l'indentation a) en $z = h_s$ (déflexion élastique) et b) en $x = 0$.

Le rapport des composantes de la contrainte à une position arbitraire (x, y, z) sur la pression de contact maximale p_0 prend donc la forme :

$$\frac{\sigma_{ij}(x, y, z)}{p_0} = \int_0^a \int_0^{2\pi} \tilde{p}(x', y') \tilde{\sigma}_{ij}(x - x', y - y', z) r d\theta dr \quad (\text{II-63})$$

où $x' = r \cos \theta$, $y' = r \sin \theta$, a est le rayon de contact et les $\tilde{\sigma}_{ij}$ sont les composantes de la contrainte dues à un contact normal ponctuel décrites précédemment. La pression de contact maximale p_0 est définie selon l'équation (II-11) et la distribution surfacique de pression \tilde{p} pour un contact circulaire est donnée par:

$$\tilde{p}(x', y') = \sqrt{1 - \frac{x'^2 + y'^2}{a^2}} \quad (\text{II-64})$$

où a est le rayon de contact.

Les équations (II-56) à (II-63) décrivent le champ de contrainte résultant de l'indentation d'un semi-espace infini élastique « parfait », i.e. sans défaut. Durant les premiers stades du chargement, le champ de contraintes induit une déformation élastique et peut donc être décrit par ces équations. Puis, avec l'augmentation de la charge appliquée, une contrainte seuil est atteinte et d'autres types de déformations tels que déformation plastique ou déformation de transformation s'activent. Ces contraintes seuils peuvent être déterminées expérimentalement, à partir des charges de « pop-in » et « pop-out » observables sur les courbes de nanoindentation.

Dans la section suivante, les forces motrices associées au glissement dans les cristaux CFC et la transformation martensitique dans les AMF sont décrites et sont comparées aux forces critiques (ou seuils) qui peuvent se déduire des phénomènes type « pop-in » et « pop-out ».

II.2 Détermination des forces motrices

II.2.1 Plasticité dans les CFC

Les structures CFC présentent 12 systèmes de glissement dont les plans et directions de glissement sont connus. Il existe des notations conventionnelles pour chacun de ces 12 systèmes. Les notations utilisées ici sont celles de Schmid et Boas [Sch35], rappelées dans le tableau (II-2); la lettre représente le plan de glissement et le chiffre le vecteur de Burgers (ou direction de glissement).

	A2	A3	A6	B2	B4	B5	C1	C3	C5	D1	D4	D6
Plan de glissement	$(\bar{1}11)$	$(\bar{1}\bar{1}1)$	$(\bar{1}1\bar{1})$	(111)	$(11\bar{1})$	$(1\bar{1}1)$	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$	$(\bar{1}\bar{1}1)$	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$	$(1\bar{1}\bar{1})$	$(1\bar{1}1)$	$(1\bar{1}\bar{1})$
Direction de glissement	$[0\bar{1}1]$	$[101]$	$[110]$	$[0\bar{1}\bar{1}]$	$[\bar{1}01]$	$[\bar{1}\bar{1}0]$	$[011]$	$[101]$	$[\bar{1}\bar{1}0]$	$[011]$	$[\bar{1}01]$	$[110]$

Tableau (II-2) : Notations conventionnelles de Schmid et Boas des systèmes de glissement pour un cristal CFC.

La figure (II-6) représente les différents systèmes de glissement dans la maille CFC selon les conventions de Schmid et Boas.

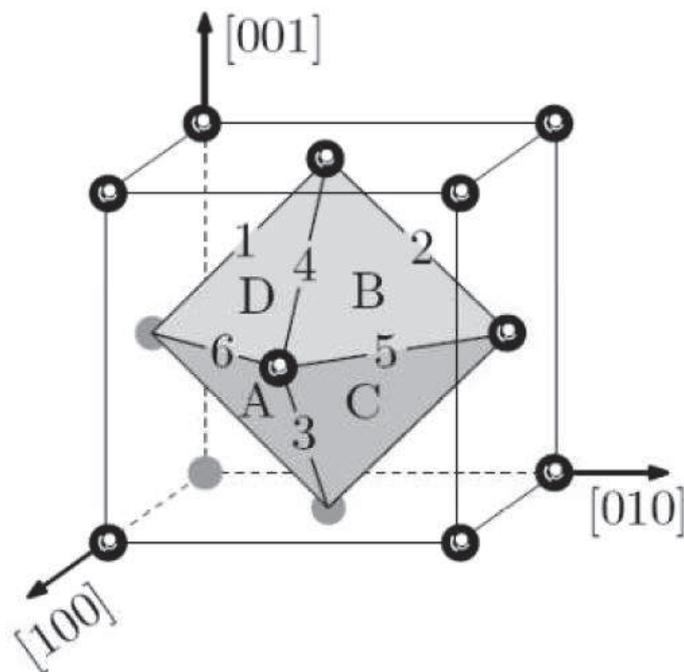


Figure (II-6) : Systèmes de glissement pour une maille CFC selon la convention de Schmid et Boas.

Les symétries des structures CFC permettent de représenter l'orientation du cristal par rapport à l'axe de déformation sur une projection stéréographique standard. La répartition des systèmes de glissement activés lors d'un chargement uniaxial est représentée sur la figure de pôle de la figure (II-7).

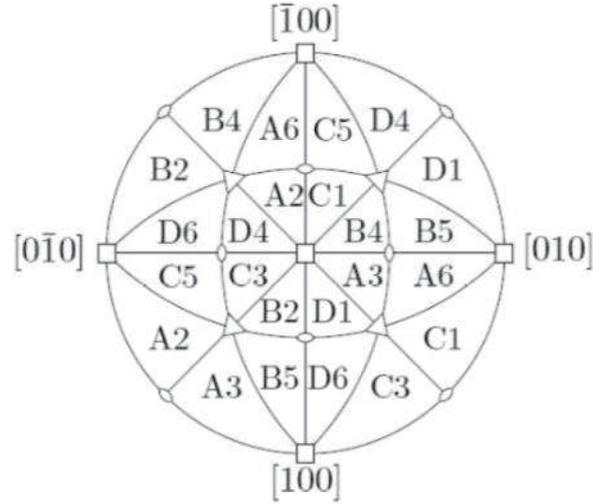


Figure (II-7) : Projection stéréographique standard montrant les systèmes de glissement activés sous chargement uniaxial pour une structure CFC.

Lorsqu'un chargement de nanoindentation est appliqué à un monocristal présentant un comportement élasto-plastique, la réponse initiale du matériau est élastique. La charge appliquée augmentant, une contrainte seuil est atteinte pour laquelle la plasticité cristalline s'active en glissement cristallographique. Sous l'hypothèse d'un seul système de glissement (s) activé, ce que nous supposons dans les calculs du chapitre III, la déformation plastique induite dans le volume cristallin s'exprime:

$$\varepsilon_{ij}^{P(s)} = \gamma^{(s)} R_{ij}^{(s)} \quad (II-65)$$

où $\gamma^{(s)}$ est l'amplitude du glissement et R_{ij} le tenseur de Schmid, exprimé comme suit:

$$R_{ij}^{(s)} = \frac{1}{2} \left(n_i^{(s)} s_j^{(s)} + n_j^{(s)} s_i^{(s)} \right) \quad (II-66)$$

où $n_i^{(s)}$ et $s_i^{(s)}$ désignent respectivement un vecteur unitaire normal au plan de glissement et un vecteur unitaire parallèle à la direction de glissement du système de glissement (s), les lettres i et j variant de 1 à 3.

La contrainte résolue $\tau_R^{(s)}$ est le produit de la partie symétrique du tenseur de Schmid (II-65) et du tenseur de contrainte appliquée. En nanoindentation cette grandeur est donc fonction de la position (x, y, z) sous l'indent et du système de glissement (s) considéré, variant de 1 au nombre de systèmes de glissement (12 systèmes seront considérés dans le cas des structures CFC):

$$\tau_R^{(s)}(x, y, z) = R_{ij}^{(s)} \sigma_{ij}(x, y, z) \quad (II-67)$$

Afin de déterminer l'influence de l'orientation cristallographique sur l'initiation de la plasticité cristalline sous contact Hertzien, Li et al. [Li11] ont introduit la notion de facteur de Schmid d'indentation (S_{ind}) défini comme le rapport du maximum de la valeur absolue de la contrainte résolue sur la pression de contact maximale :

$$S_{ind} = \frac{1}{p_0} \max_{(s),x,y,z} \left| \tau_R^{(s)}(x,y,z) \right| \quad (II-68)$$

De la même manière qu'un facteur de Schmid usuel, le S_{ind} prédit l'activation de plasticité lorsque $\max_{(s),x,y,z} \tau_R^{(s)} = \tau_c^{(s)}$, où $\tau_c^{(s)}$ est la cisssion critique correspondant à la charge d'activation de pop-in. Cependant, à la différence du facteur de Schmid classique, le S_{ind} est calculé à partir d'un champ de contrainte non-uniforme fourni au paragraphe II.1.2.

II.2.2 Transformation de phase dans les AMF

Les Alliages à Mémoire de Forme (AMF) subissent une transformation martensitique thermomécanique complètement réversible. Cette transformation est due à une transition de phase displacive et non-diffusive entre une phase mère austénitique et une phase produit martensitique. La transformation martensitique étant une transition du premier ordre, la nécessaire coexistence entre la phase mère et la phase produit au cours de la transformation impose à l'interface formée entre les deux phases de rester invariante au cours de la transformation. La déformation homogène de réseau (déformation de Bain) ne permettant pas de conserver de plan invariant, la théorie phénoménologique de la transformation martensitique couple une rotation et une déformation à réseau invariant à la déformation de Bain pour obtenir la déformation de transformation [Wec53]. Cette déformation à réseau invariant peut prendre la forme de glissement, de maclage ou de faute d'empilement. La figure (IV-8) représente schématiquement la transformation de phase entre la phase parent austénitique (cubique) et la phase martensitique présentant une plus faible symétrie. Dû à cette perte de symétrie, la martensite peut apparaître sous la forme de plusieurs variantes présentant toutes la même structure cristallographique mais des orientations différentes (cf. zones A et B de la figure (IV-8)).

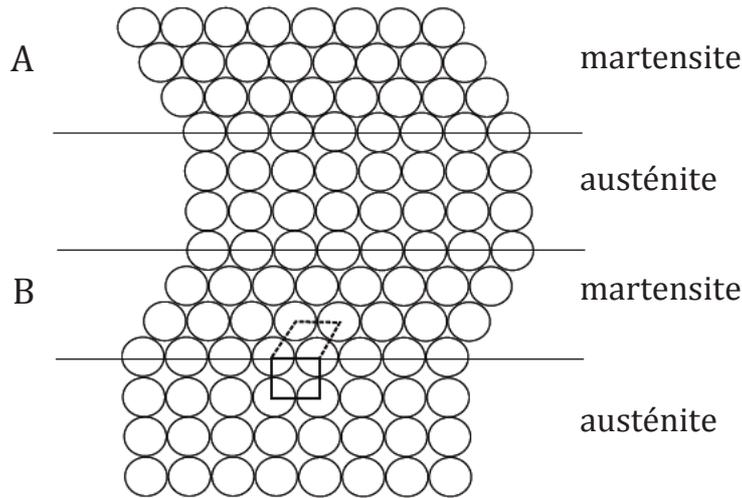


Figure (II-8) : Représentation schématique de la transformation martensitique, les zones A et B correspondent à des variantes de martensite [Ots98].

Le passage de la phase mère à la phase produit est appelée transformation directe (figure (II-9a)) alors que la transition martensite-austénite est nommée transformation inverse (figure (II-9b)). On observe quatre températures caractéristiques associées à la transformation de phase [Lag08]. Durant la transformation directe, si aucun effort n'est appliqué au matériau, la première variante de martensite apparaît lorsque la température de début de transformation martensitique M_s (« martensite start » en anglais) est atteinte.

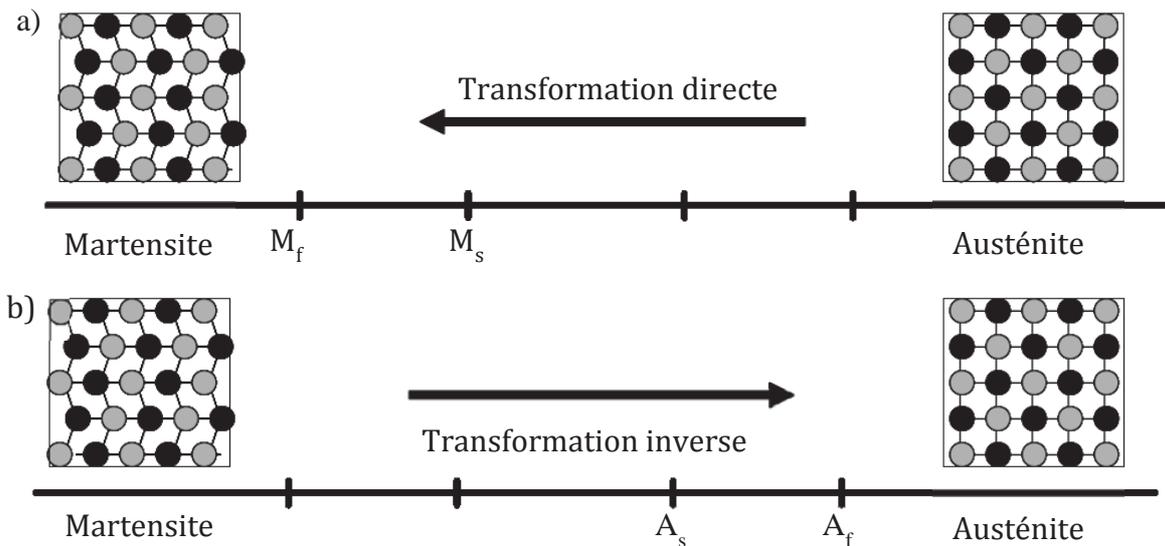


Figure (II-9) : Transformation de phase induite par la température : a) transformation directe, b) transformation inverse [Lag08].

La température diminuant, les deux phases (austénite et martensite) coexistent jusqu'à ce que la température atteigne la température de fin de transformation martensitique M_f

(« martensite finish » en anglais). Le matériau est alors complètement martensitique. Pour la transformation inverse, les températures de début et de fin de la transformation sont notées respectivement A_s (« austenite start » en anglais) et A_f (« austenite finish » en anglais).

La martensite créée lors d'un refroidissement à charge nulle est dite auto-accommodée, ou thermique, autrement dit, les variantes de martensite s'organisent de façon à ce que le matériau ne montre aucune déformation macroscopique (cf figure (II-10a)). Dans le cas d'une transformation induite par la contrainte (sans évolution de température), les termes de transformation directe et inverse restent applicables. Les variantes les mieux orientées par rapport à l'orientation de la contrainte s'activent de façon privilégiée, et il en résulte une forte déformation macroscopique du matériau (figure (II-10b)). La martensite créée dans ce cas est dite orientée par la contrainte, voire, par abus de langage, martensite orientée [Che09].

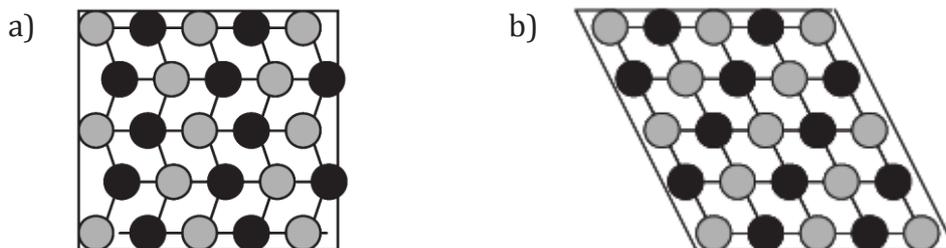


Figure (II-10) : Représentation schématique de a) la martensite thermique et b) la martensite orientée [Lag08].

La transformation martensitique confère au matériau des comportements thermomécaniques particuliers [Pat90], parmi lesquels figure la superélasticité, comportement spécifique des AMF associé à une transformation de phase induite par la contrainte (figure (II-11)). Lorsqu'un chargement est appliqué à température constante, la phase mère austénitique se transforme en martensite, créant des déformations inélastiques au sein du matériau. Lors de la décharge, toujours à température constante, le matériau subit une transformation inverse de la phase martensitique à la phase austénitique, relaxant ainsi les déformations inélastiques générées lors de la charge [Pat06].

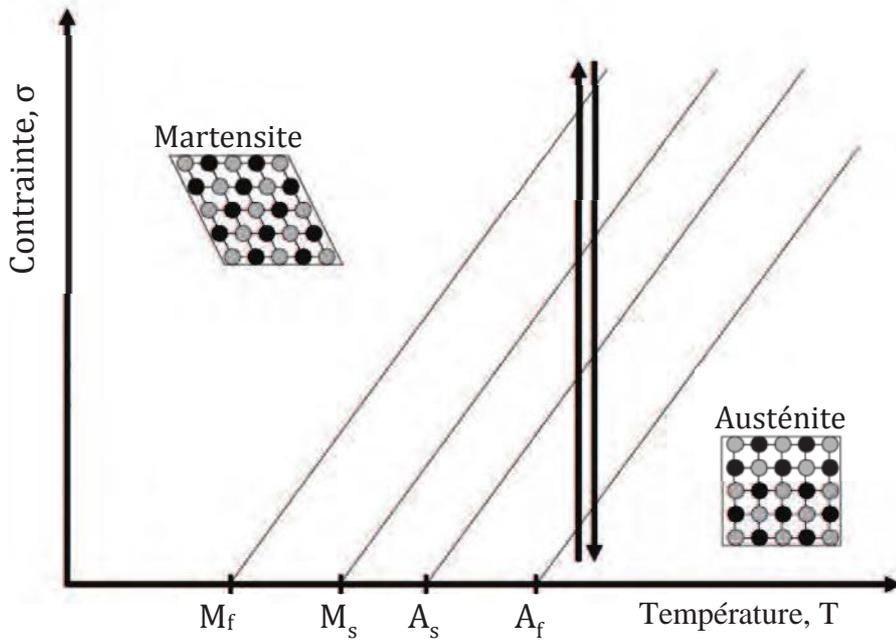


Figure (II-11): Représentation schématique du comportement superélastique des AMF sur un diagramme contrainte/température [Lag08].

Dans le cas d'un chargement de nanoindentation appliqué à un monocristal d'alliage à mémoire de forme présentant un comportement superélastique, une analyse similaire à celle menée précédemment au sujet de l'activation de plasticité peut être développée. La déformation de transformation induite par la formation d'une variante unique de martensite, notée (v), s'exprime de la façon suivante [Nic02] :

$$\varepsilon_{ij}^{T(v)} = gR'_{ij}(v) \quad (II-69)$$

où g est l'amplitude du déplacement caractéristique de la transformation martensitique et $R'_{ij}(v)$ est le tenseur d'orientation (équation (II-70)). Contrairement à l'amplitude du glissement $\gamma^{(v)}$ en plasticité, l'amplitude du déplacement g est une caractéristique du matériau indépendante de la variante considérée. Cette amplitude du déplacement peut être déterminée à partir de considérations cristallographiques. Pour une variante donnée (v), le tenseur d'orientation $R'_{ij}(v)$ s'exprime de la façon suivante [Sir99][Wec53] :

$$R'_{ij}(v) = \frac{1}{2} \left(n'_i(v) m_j(v) + n'_j(v) m_i(v) \right) \quad (II-70)$$

où $n'_i(v)$ et $m_i(v)$ sont respectivement la normale au plan d'habitat et la direction de transformation de la variante (v). Un total de 24 variantes est considéré pour l'alliage CuAlBe [Nic03][Sir99]. Contrairement à la direction de glissement en plasticité cristalline, la direction de transformation n'est pas contenue dans le plan d'habitat. Le critère de Patel et Cohen, décrivant initialement l'activation de la transformation

martensitique sous chargement macroscopique homogène [Pat53][Sir99], peut être étendu à des chargements mécaniques plus complexes comme le chargement d'indentation. La force motrice de transformation martensitique s'exprime alors comme une fonction de la déformation de transformation (équation (II-69)), du champ de contrainte sous l'indent (cf. paragraphe II.1.2) et d'un terme décrivant le seuil de transformation :

$$F_d^{(v)}(x, y, z) = gR_{ij}'^{(v)}\sigma_{ij}(x, y, z) + B(T - T_0) \quad (\text{II-71})$$

où T est la température ambiante, T_0 la température d'équilibre à laquelle la fraction volumique d'austénite égale la fraction volumique de martensite et B un terme lié à l'énergie chimique. B et T_0 étant des constantes du matériau, si l'on considère la température ambiante constante, le terme $B(T - T_0)$ devient constant. Ce terme ne dépendant ni de la position sous l'indent, ni de la variante considérée, peut être ignoré dans le calcul de la force motrice et de la force critique F_c :

$$F_d^{(v)}(x, y, z) = gR_{ij}'^{(v)}\sigma_{ij}(x, y, z) \quad (\text{II-72})$$

La condition nécessaire pour la formation d'une variante de martensite à une position (x, y, z) est que la force motrice $F_d^{(v)}(x, y, z)$ pour cette variante en cette position atteigne la force critique F_c [Pat53]:

$$F_d = F_c \quad (\text{II-73})$$

Par analogie à l'activation de plasticité par activation de dislocations [Li11] un nouveau critère de détermination de l'activation de martensite sous chargement de nanoindentation est introduit ici. Ce facteur de Patel et Cohen d'indentation, PC_{ind} est défini comme le maximum des forces motrices normalisé par p_0 , la pression de contact maximale :

$$PC_{ind} = \frac{1}{p_0} \max_{(v), x, y, z} \frac{F_d^{(v)}(x, y, z)}{g} \quad (\text{II-74})$$

La force motrice $F_d^{(v)}(x, y, z)$ est calculée à partir du champ de contrainte d'indentation issu de la mécanique du contact (équations. (II-56) à (II-64)).

De la même façon, le facteur de Patel et Cohen d'indentation peut aussi s'appliquer à la transformation inverse. Le critère décrit alors le dernier évènement survenant avant retour complet à l'état austénitique, en considérant que la phase mère est dans un état purement élastique une fois la dernière variante de martensite transformée. La

condition pour que la dernière variante de martensite se transforme de retour en austénite est que la force motrice de cette variante atteigne une force critique égale à $-F_c$ [Sir99]:

$$F_d = -F_c \quad (\text{II-75})$$

L'amplitude d'hystérésis ΔF reflétant l'énergie dissipée durant le cycle de charge-décharge s'écrit donc :

$$\Delta F = 2F_c \quad (\text{II-76})$$

II.3 Simulation numérique

Dans cette partie nous nous intéressons à la modélisation de l'activation de mécanismes inélastiques apparaissant lors de l'indentation : la plasticité dans les structures CFC et la transformation martensitique dans les AMF présentant un comportement superélastique. Le programme ayant été codé sous SimulaPlus (code C++), nous commencerons par une brève présentation de ce logiciel. Puis l'architecture des programmes d'activation de plasticité et de transformation de phase sera ensuite présentée.

II.3.1 Présentation de SimulaPlus

SimulaPlus (www.lem3.fr/collard/pub/simula+/doc/html/index.html) est un code de calcul scientifique orienté objet dont le langage de programmation est le C++. Les compilateurs compatibles avec ce code sont g++, intel C/C++ et mpic++. SimulaPlus est un logiciel libre issu d'une collaboration entre différents laboratoires français : le LEM3 (Metz), le LAMAV (Valenciennes), le LEMTA (Nancy) et le CEMES (Toulouse).

SimulaPlus est composé de plusieurs bibliothèques de classes dont les codes sont accessibles, il est donc possible de les modifier en fonction des besoins. Le logiciel utilise trois types de fichiers : les fichiers .dat (fichiers de données), les fichiers .h (classes) et un fichier .cpp (corps du programme). Les objectifs de ce code sont :

- D'effectuer des simulations numériques de types éléments finis 2D et 3D sur des maillages non structurés dans le cas de problèmes anisotropes,
- De permettre la résolution de problèmes algébriques standards de façon claire

- De modéliser le comportement mécanique de matériaux hétérogènes et multiphysique de matériaux intelligents en intégrant plusieurs classes de calculs micromécaniques.

Dans cette thèse, un code « privé » .cpp muni de plusieurs classes .h et adossé à l'architecture SimulaPlus a été développé. Il se présente comme suit.

II.3.2 Architecture du programme

Bien que plasticité cristalline et transformation de phase soient deux mécanismes inélastiques différents, le champ de contrainte élastique induit par nanoindentation avant l'activation de ces phénomènes discrets est identique dans les deux cas. Dans cette étude, le calcul du champ de contrainte généré par l'indentation est donc commun aux deux parties II.3.2.1. et II.3.2.2. Le champ de contrainte dû à un effort normal ponctuel est calculé d'après les équations (II-56) à (II-62) issues de la mécanique du contact de Johnson [Joh85] puis intégré sur la surface de contact entre l'indent et la surface de l'échantillon (cf. figure (II-6)) Afin de simplifier les calculs, le rayon de contact a étant variable, l'équation (II-63) a été modifiée de façon à ne plus dépendre de ce paramètre :

$$\frac{\sigma_{ij}(x, y, z)}{p_0} = \int_0^1 \int_0^{2\pi} \tilde{p}\left(\frac{x'}{a}, \frac{y'}{a}\right) \tilde{\sigma}_{ij}\left(\frac{x-x'}{a}, \frac{y-y'}{a}, \frac{z}{a}\right) rd\theta dr \quad (\text{II-77})$$

Les intégrales doubles ont été calculées numériquement par une procédure d'intégration de Gauss Legendre [Pre07] avec pour bornes respectives [0,1] et [0,2 π]. Il faut noter que l'équation (II-77) ne donne pas exactement la contrainte $\sigma_{ij}(x, y, z)$ mais le rapport $\sigma_{ij}(x, y, z)/p_0$. Cependant, comme les calculs du facteur de Schmid d'indentation (équation (II-68)) et du facteur de Patel et Cohen d'indentation (équation (II-74)) normalisent respectivement le calcul du maximum de la cission résolue et de la force motrice par p_0 , cela limite le temps de calcul tout en évitant le calcul de la pression normale maximale. Le tenseur de Schmid $R_{ij}^{(v)}$ et la déformation de transformation $\varepsilon_{ij}^{T(v)}$ étant exprimés dans le repère cristallin et le champ de contrainte σ_{ij} étant calculé dans le repère de l'échantillon, il est nécessaire de changer de repère à l'une de ces deux grandeurs. Le choix a été fait ici de transposer le champ de contrainte du repère macroscopique au repère microscopique :

$$\sigma_{ij}^{\text{local}}(x, y, z) = P_{ik}^{\text{lg}} \sigma_{kl}^{\text{global}}(x, y, z) P_{lj}^{\text{gl}} \quad (\text{II-78})$$

Les matrices P^{gl} et P^{lg} sont les matrices de passage du repère cristallin au repère global exprimées à partir des angles d'Euler $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$:

$$P^{gl} = \begin{pmatrix} \cos(\varphi_1)\cos(\varphi_2) - \sin(\varphi_1)\cos(\phi)\sin(\varphi_2) & \sin(\varphi_1)\cos(\varphi_2) + \cos(\varphi_1)\cos(\phi)\sin(\varphi_2) & \sin(\phi)\sin(\varphi_2) \\ -\cos(\varphi_1)\sin(\varphi_2) - \sin(\varphi_1)\cos(\phi)\cos(\varphi_2) & -\sin(\varphi_1)\sin(\varphi_2) + \cos(\varphi_1)\cos(\phi)\cos(\varphi_2) & \sin(\phi)\cos(\varphi_2) \\ \sin(\varphi_1)\sin(\phi) & -\cos(\varphi_1)\sin(\phi) & \cos(\phi) \end{pmatrix} \quad (II-79)$$

Et :

$$P^{lg} = \begin{pmatrix} \cos(\varphi_1)\cos(\varphi_2) - \sin(\varphi_1)\cos(\phi)\sin(\varphi_2) & -\cos(\varphi_1)\sin(\varphi_2) - \sin(\varphi_1)\cos(\phi)\cos(\varphi_2) & \sin(\varphi_1)\sin(\phi) \\ \sin(\varphi_1)\cos(\varphi_2) + \cos(\varphi_1)\cos(\phi)\sin(\varphi_2) & -\sin(\varphi_1)\sin(\varphi_2) + \cos(\varphi_1)\cos(\phi)\cos(\varphi_2) & -\cos(\varphi_1)\sin(\phi) \\ \sin(\phi)\sin(\varphi_2) & \sin(\phi)\cos(\varphi_2) & \cos(\phi) \end{pmatrix} \quad (II-80)$$

II.3.2.1 Plasticité dans les CFC

La figure (II-12) représente l'organigramme du programme développé dans cette étude dans le cas de l'activation de plasticité cristalline.

Dans le cas de la plasticité cristalline, les données d'entrée sont la normale au glissement n , la direction du glissement s et le nombre de grains étudiés ainsi que leur orientation à l'aide des angles d'Euler (convention de Bunge). A partir de là il est possible de calculer le tenseur de Schmid d'indentation $R_{ij}^{(s)}$ pour chaque système de glissement (s) considéré et le champ de contrainte dû à l'indentation σ_{ij} pour chacun des grains κ étudiés. Le champ de contrainte est alors transposé du repère global au repère local.

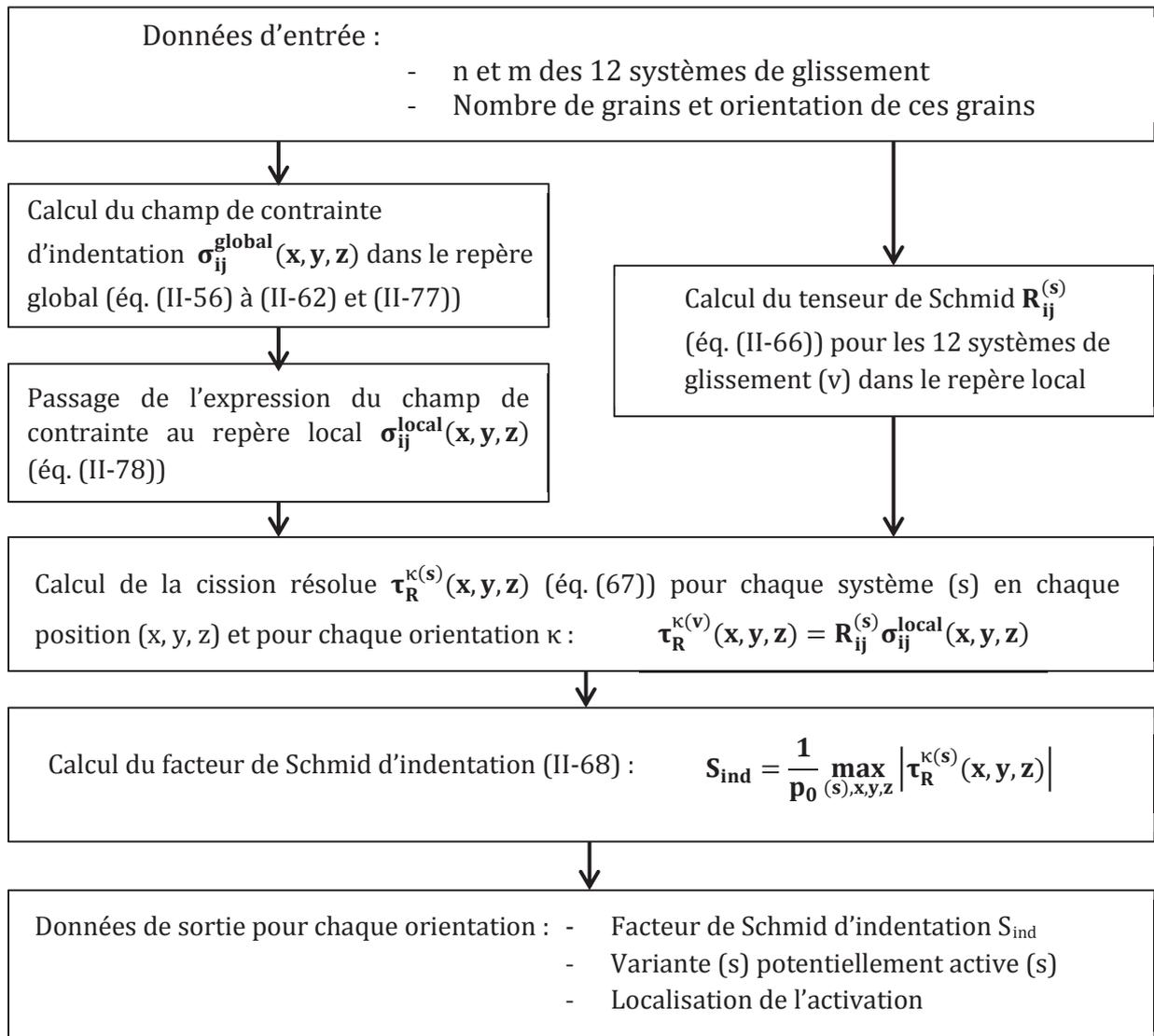


Figure (II-12) : Organigramme du programme appliqué à la plasticité cristalline des structures CFC sous hypothèse d'élasticité isotrope.

Une fois le tenseur de Schmid $R_{ij}^{(s)}$ calculé pour tout système de glissement (s) et le champ de contrainte σ_{ij} calculé pour chaque position (x,y,z) sous l'indent et pour chaque orientation κ considérée, il est possible de calculer la cission résolue $\tau_R^{(s)}(x, y, z)$ pour toute orientation κ . Puis, en cherchant le maximum de la cission résolue sur la position sous l'indent et le système de glissement (s), il est possible d'obtenir le facteur de Schmid d'indentation S_{ind} pour chaque orientation κ , et d'obtenir le (s) système (s) de glissement activé (s) et sa (leur) position sous l'indent.

II.3.2.2 Transformation de phase dans les AMF

La figure (II-13) représente l'organigramme du code appliqué à la transformation martensitique dans les AMF.

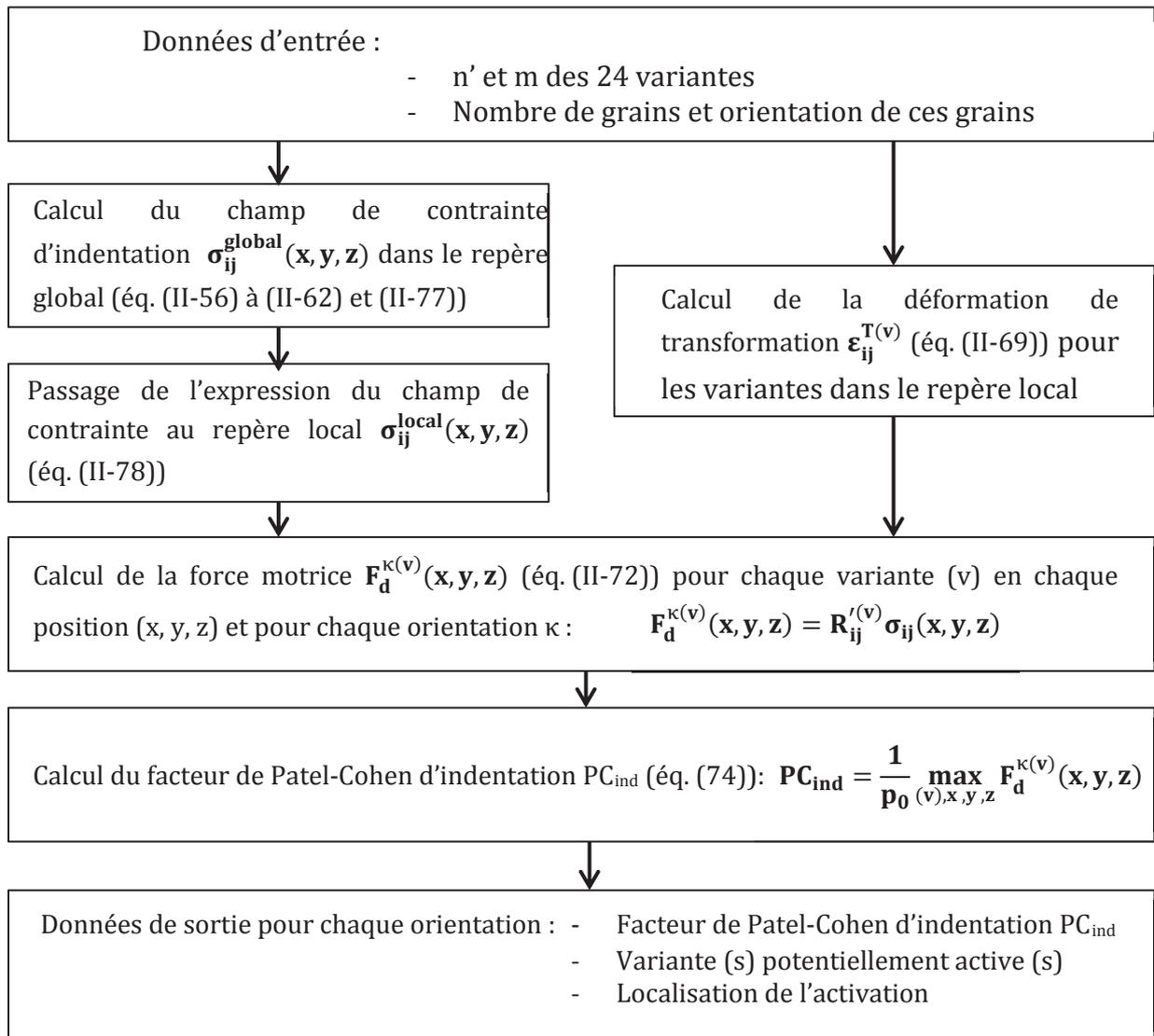


Figure (II-13): Organigramme du programme appliqué à la transformation martensitique sous hypothèse d'élasticité isotrope.

Les données d'entrée du programme sont les normales au plan d'habitat n' et les directions de glissement m des 24 variantes ainsi que le nombre de grains et leur orientation κ . Le choix a été fait ici de présenter le programme pour 24 variantes car l'AMF considéré dans cette étude (cf. chapitre IV) est le CuAlBe, cependant le programme est aisément adaptable à un alliage présentant 12 variantes, comme les alliages de NiTi. A partir de l'orientation κ des grains fournie en donnée d'entrée, il est possible de calculer le champ de contrainte σ_{ij} dans le repère macroscopique et le transposer dans le repère cristallin. Les normales au plan d'habitat n' et directions de transformation m permettent le calcul de la déformation de transformation $\epsilon_{ij}^{T(v)}$ pour chaque variante (v) dans le repère microscopique. Le calcul de la force motrice d'activation $F_d^{\kappa(v)}(x,y,z)$ est alors réalisé dans sa forme réduite (équation (II-71)). En

cherchant le maximum de la force motrice $F_d^{k(v)}(x, y, z)$ sur chaque variante (v) et chaque position (x, y, z) sous l'indent pour chaque orientation κ , on obtient les facteurs de Patel-Cohen d'indentation pour chaque grain considéré. Il est alors possible de déterminer quelles variantes seront activées et la position de leur activation, lors d'évènements discrets (type « pop in » et « pop out », cf. chapitre IV).

II.4 Conclusions du chapitre

Tout au long de ce chapitre nous avons proposé une modélisation de l'activation de mécanismes inélastiques sous chargement d'indentation. Nous avons montré que, d'après la littérature, la réponse élastique initiale du matériau au contact de l'indent peut être modélisée par la théorie du contact élastique de Hertz initialement exprimée en élasticité isotrope. Cependant, l'échelle intra-granulaire à laquelle se déroulent généralement les essais de nanoindentation donne une importance non négligeable à l'influence de la cristallographie du matériau indenté. Deux méthodes de prise en compte de l'orientation cristallographique ont donc été présentées. La seconde de ces méthodes, proposée par Vlassak et Nix, ne donne les abaques permettant d'inclure l'effet de l'anisotropie cristalline dans la théorie de Hertz que pour trois orientations particulières. Une méthode de calcul généralisée à toute orientation a alors été suggérée.

La détermination de l'activation de la plasticité cristalline dans les CFC et de la transformation de phase dans les AMF a été calculée à partir, respectivement, du facteur de Schmid d'indentation (S_{ind}) proposé initialement par Li et al. [Li11] et du critère de Patel et Cohen d'indentation (PC_{ind}) développé pour la première fois dans cette étude. Il a été montré que ce nouveau critère ne s'applique pas seulement à l'activation de la première variante de martensite, mais aussi à la transformation inverse (au retour à l'état austénitique) de cette variante. L'activation de ces mécanismes inélastiques dépend de la cristallographie du matériau (respectivement cission résolue et force motrice) et du champ de contrainte induit dans le matériau par la pénétration de l'indent. Le champ de contrainte généré par l'indentation a été calculé dans cette étude d'après la mécanique du contact de Johnson, sous hypothèse d'un matériau élastique linéaire isotrope. Cependant, afin de mieux prendre en compte les effets d'orientation, il pourrait s'avérer pertinent de considérer l'anisotropie du matériau dans le calcul du

champ de contrainte (comme dans [Li11]). Les calculs deviennent alors très complexes et n'ont pas encore pu être implémentés dans SimulaPlus.

Finalement, le programme développé dans le cadre de cette étude et permettant le calcul des critères d'activation (S_{ind} et PC_{ind}) pour les deux cas étudiés a été présenté à la lumière des équations développées précédemment dans le chapitre. Les chapitres suivants (chapitres III et IV) consistent à appliquer les théories présentées dans ce chapitre aux deux matériaux suivants : le nickel (Ni) pour l'étude sous l'angle de la plasticité et l'AMF CuAlBe pour l'étude sous l'angle de la transformation martensitique en lien avec les courbes expérimentales de nanoindentation obtenues dans cette thèse.

III. Etude expérimentale et numérique de la plasticité cristalline par nanoindentation : cas du nickel pur

Dans ce chapitre, les mécanismes discrets de l'activation de la plasticité cristalline sous un chargement de nanoindentation sont étudiés numériquement et expérimentalement sur l'exemple du nickel pur. Le facteur de Schmid d'indentation décrit dans le chapitre précédent est exploité afin de déterminer l'influence de l'orientation cristallographique sur la charge d'activation et de retrouver les valeurs indiquées dans la littérature pour la cission critique de déplacement d'une dislocation dans un cristal parfait. Ce critère permet aussi la prédiction du premier système de glissement activé ainsi que sa position sous l'indent. L'observation de phénomènes discrets de type « pop-in » (excursions en déplacement) sur les courbes de nanoindentation est caractéristique des prémices de l'activation de la plasticité. Une relation entre les caractéristiques des sauts de déplacement et du facteur de Schmid d'indentation correspondant est reportée en fonction de l'orientation cristallographique.

Une première partie présente le matériau étudié, puis une seconde partie se concentre sur les essais de nanoindentation, procédure expérimentale et courbes charge-déplacement résultant de la caractérisation. La troisième partie d'analyse et de discussion des résultats expérimentaux et numériques se décline en quatre sections. En premier lieu est analysée l'élasticité initiale, avant la première excursion en déplacement. Les charges de « pop-in » sont ensuite étudiées, les données expérimentales sont comparées aux résultats issus de la modélisation micromécanique. Puis les longueurs de « pop-in » sont analysées et discutées en terme de travail plastique. Enfin, dans une dernière section, une relation entre longueur des excursions et de charge de « pop-in » est établie.

III.1 Matériau étudié

III.1.1 Echantillon Etudié

Le matériau utilisé dans cette étude est une éprouvette de nickel pur (>99,99%) d'épaisseur 2 mm. Un recuit à 800°C pendant une heure dans un four sous vide a été réalisé afin de relaxer les contraintes internes et d'évacuer l'hydrogène présent

initialement [Per10]. L'échantillon a ensuite été laminé avant de subir un nouveau recuit à 800°C pendant 1 h. La taille moyenne des grains obtenue est d'environ 140 µm.

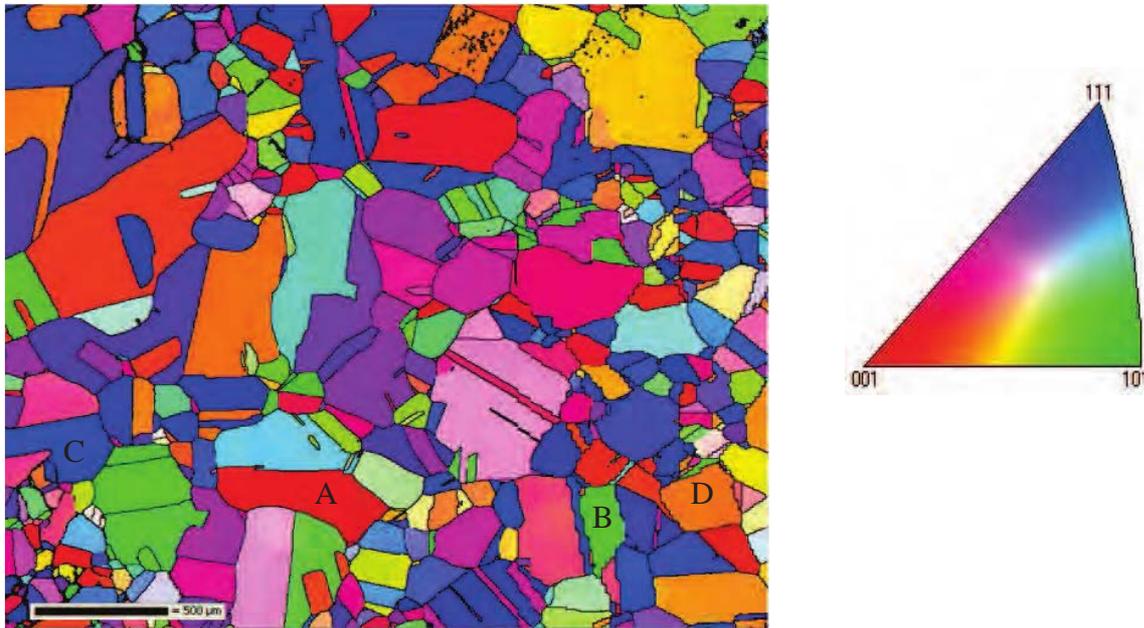


Figure (III-1) : Cartographie EBSD de l'échantillon de nickel. Le jeu de couleurs utilisé pour les orientations des grains se réfère au triangle inverse standard à droite de la cartographie.

L'orientation cristallographique des grains présents à la surface de l'échantillon est déterminée par cartographie EBSD (« Electron BackScattered Diffraction »). Cette analyse a été effectuée dans un microscope électronique à balayage de type tungstène JEOL 6490.

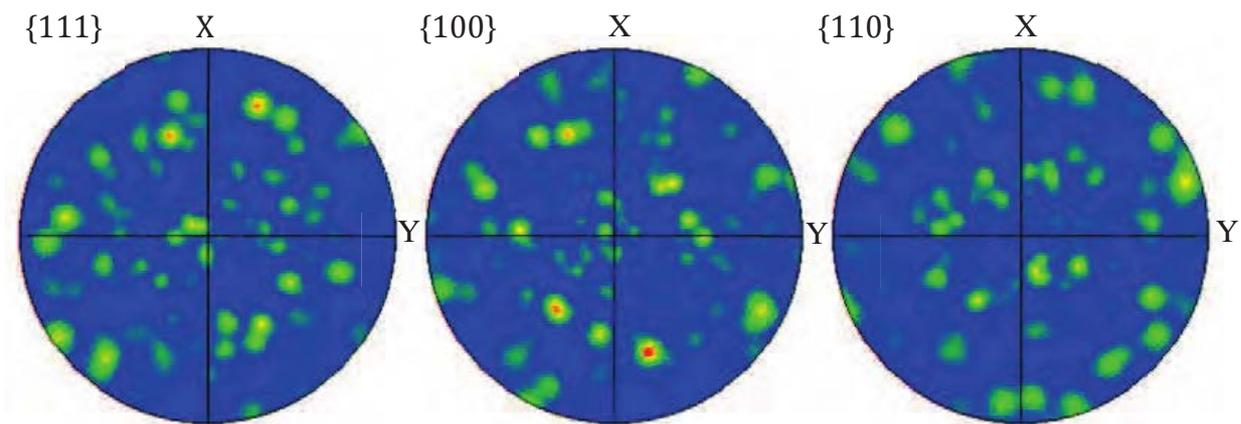


Figure (III-2) : Figures de pôle représentant la répartition des orientations de l'échantillon de nickel sur les plans a) {111}, b) {100} et c) {110}.

Le pas utilisé pour cette mesure est de 4 µm et le taux d'indexation obtenu est de 99,65%. La présence de macles de recuit est observée sur la figure (III-1) ce qui est normal au vu des traitements thermiques subis par l'échantillon. Les données ont été

traitées avec le logiciel HKL CHANNEL-5, version 5.10., et montrent une faible désorientation intragranulaire. La figure (III-2) représente la répartition de l'orientation des grains de l'échantillon sur les figures de pôles des plans (100), (110) et (111).

III.1.2 Choix des grains indentés

Le choix des grains indentés s'est fait de façon à couvrir le plus largement possible une figure pôles inverse. Quatre grains (notés A à D) présentant des orientations cristallographiques proches de [001], [101], [111] et [123] ont ainsi été sélectionnés. Les figures (III-3) et (III-1) représentent respectivement la position des grains sélectionnés sur une figure de pôles inverse et sur la cartographie EBSD.

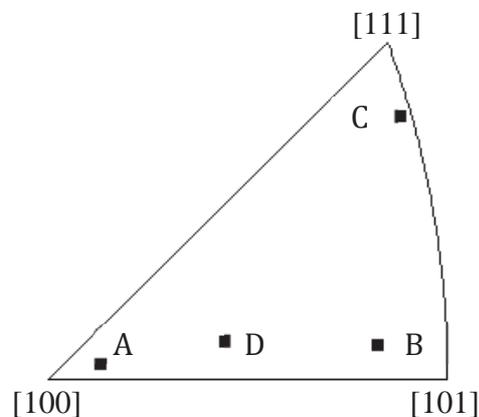


Figure (III-3) : Représentation des grains A, B, C et D dans une figure de pôles inverse.

Les angles d'Euler des grains A, B, C et D sont représentés dans le tableau (III-1).

Grain	Angles d'Euler
A (orientation proche de [001])	(341°, 6°, 73°)
B (orientation proche de [101])	(310°, 37°, 6°)
C (orientation proche de [111])	(288°, 50°, 37°)
D (orientation proche de [123])	(338°, 20°, 75°)

Tableau (III-1) : Angles d'Euler caractéristiques des grains A, B, C et D.

III.2 Essais de nanoindentation

Cette partie présente dans un premier temps le protocole expérimental, la préparation de surface et les conditions des essais de nanoindentation. Une seconde partie est consacrée à la présentation des courbes résultant de ces essais.

III.2.1 Protocole expérimental

La détection par nanoindentation de mécanismes discrets tels que celui de l'activation de dislocations dans un cristal nécessite un protocole expérimental rigoureux ainsi que des conditions d'essais bien établies et répétables. Nous détaillerons les différentes étapes de la préparation de surface avant de présenter les conditions des essais de nanoindentation.

III.2.1.1 Préparation de la surface

L'échantillon de nickel a tout d'abord été soigneusement poli mécaniquement au papier abrasif de grains 800, 1200, 2400 puis 4000. L'échantillon a ensuite été poli sur des disques de feutre grâce à des solutions diamantées de diamètres 6, 3 et 1 μm de façon à obtenir un polimiroir. Entre chaque étape l'échantillon a été rincé à l'eau déminéralisée puis séché par air pulsé. Un électropolissage a ensuite été effectué avec une machine d'électropolissage LectroPol-5 de Struers. La solution électrolytique utilisée est un mélange d'acide sulfurique et de méthanol ($\text{H}_2\text{SO}_4(20\text{mL}) + \text{CH}_3\text{OH}(80\text{mL})$) et les paramètres d'électropolissage sont les suivants : 35 V pendant 60 s à température ambiante. L'échantillon a ensuite été rincé à l'eau puis à l'éthanol avant d'être séché.

Le polissage mécanique permet d'aplanir la surface et de supprimer une éventuelle couche d'oxyde, il précède le polissage électrolytique qui permet de supprimer de façon uniforme une couche superficielle de matière à la surface de l'échantillon. Cette dernière étape permet de diminuer la rugosité tout en supprimant la couche écrouie due au polissage mécanique.

III.2.1.2 Conditions d'essais

Les essais de nanoindentation ont tous été réalisés avec un nanoindenteur NHT2 de CSM Instruments [DC070] (figure (III-4)). La plateforme est équipée d'un module de nanoindentation, d'un microscope optique et d'un module de microscopie à force atomique (AFM). Le module de nanoindentation présente une résolution théorique en effort de 0,04 μN et une résolution en déplacement de 0,04 nm. La gamme d'efforts applicables s'étend de 100 μN à 500 mN. La profondeur maximale atteignable par le module est de 200 μm . Le module de nanoindentation est équipé d'un anneau de référence autour de l'indent permettant de prendre la référence en déplacement

directement sur la surface de l'échantillon. Ce système permet d'éviter une longue période d'attente de stabilisation de la dérive thermique.

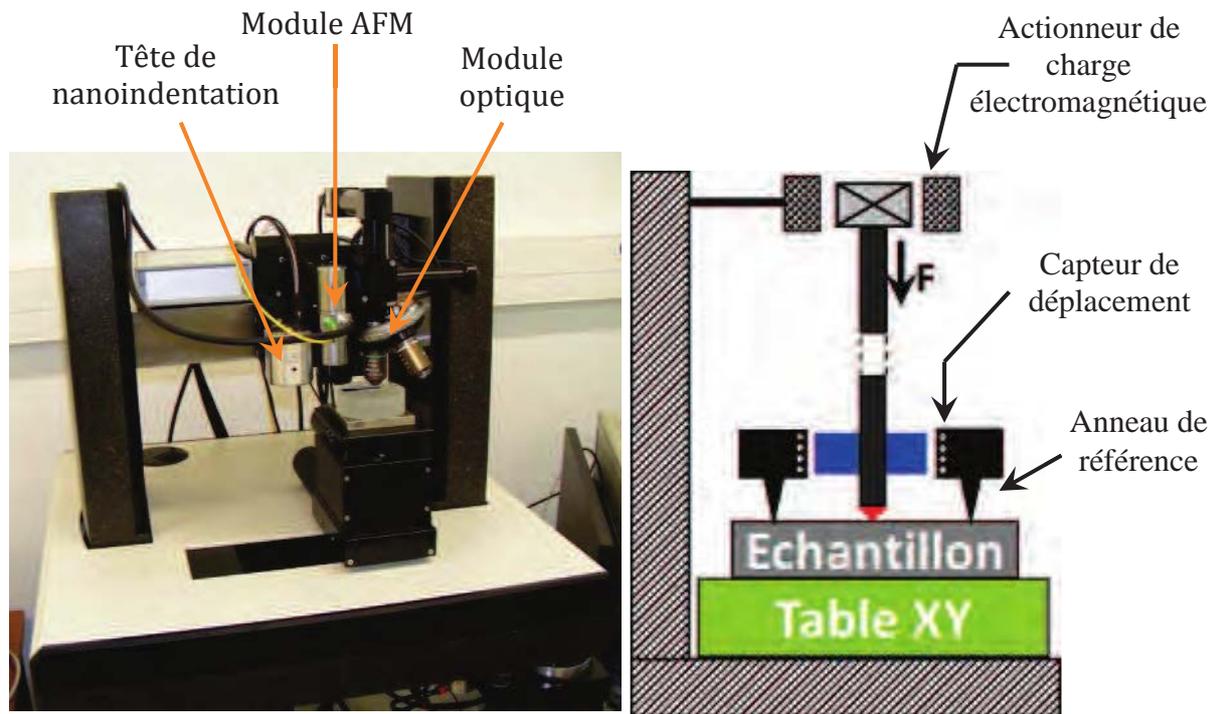


Figure (III-4) : Photographie de la plateforme de nanoindentation et schéma du module de nanoindentation NHT2 de CSM Instruments.

Afin de s'assurer d'un bon maintien de l'échantillon, l'éprouvette de nickel a été scotchée à un support en acier placé dans les mors du système de fixation de la plateforme (cf. calcul d'influence de la raideur du système de fixation en annexe B). Les essais de nanoindentation ont été réalisés directement après électropolissage afin de limiter la formation d'une nouvelle couche d'oxyde. Les indentations ont été réalisées sous contrôle en effort, avec une charge appliquée F et un taux de charge et de décharge constant : $\dot{F}/F = 0,125 \text{ s}^{-1}$. Yang et al. [Yan06a] et Shim et al. [Shi08] ayant observé la présence de « pop-in » sur les courbes résultant de la nanoindentation du nickel pour des forces maximales respectives de $600 \mu\text{N}$ et $800 \mu\text{N}$, la force maximale des essais a été fixée, dans cette étude, à $800 \mu\text{N}$. La vitesse d'approche de l'indent et la fréquence d'acquisition ont été respectivement fixées à $3000 \text{ nm}/\text{min}$ et à 10 Hz .

L'indent utilisé dans cette étude est une pointe Berkovich dont le rayon de pointe est de $300 \pm 33 \text{ nm}$ (cf. annexe C). Ce rayon de pointe a été mesuré par AFM et en suivant le protocole de calibration fourni par CSM Instruments.

Afin de s'assurer de la répétabilité des résultats de nanoindentation, chaque grain a été indenté 30 fois (pour les grains A et B) ou 50 fois (pour les grains C et D). Les essais de nanoindentation ont été réalisés dans la partie centrale des grains afin d'éviter toute interaction entre le champ de contrainte généré par l'indentation et le champ de contraintes d'incompatibilité élastique associées à la présence du joint de grain. Un espacement de 30 μm entre chaque indentation a été respecté de façon à éviter toute interaction entre les contraintes d'incompatibilité et les contraintes générées au sein du cristal par l'indentation.

III.2.2 Résultats

Cette section présente les résultats des essais de nanoindentation réalisés sur les grains A, B, C et D de l'échantillon polycristallin de nickel. Malgré le soin apporté aux tests de nanoindentation l'ensemble des essais réalisés n'a pas pu être exploité.

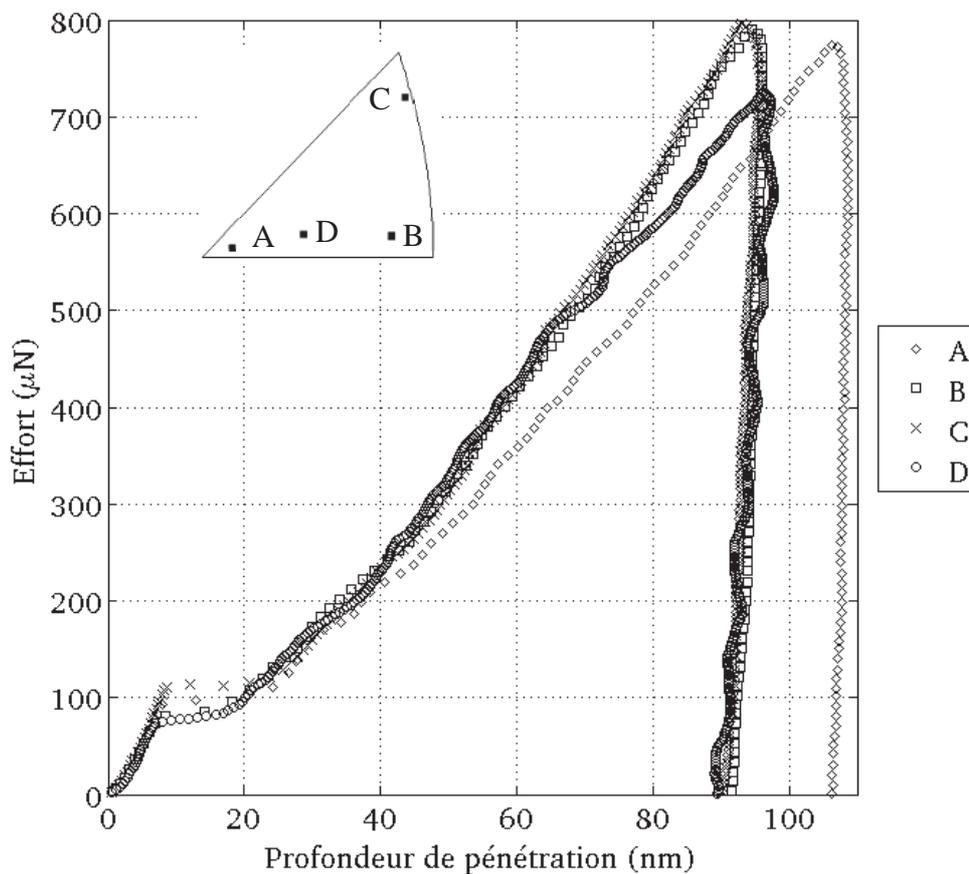


Figure (III-5) : Courbes effort/pénétration obtenues par nanoindentation dans les grains A, B, C et D (loin des joints de grains) de l'échantillon de Ni.

Seuls les essais présentant un premier régime élastique correspondant à l'élasticité de Hertz ont été retenus. Ainsi 6 essais sont considérés pour A et 5 pour B bien que trente

indentations aient été réalisées sur ces grains. Les grains C et D ont été indentés à cinquante reprises, et respectivement 12 et 14 essais ont été retenus pour l'étude.

Les résultats présentés ici sont des courbes brutes (non moyennées) issues des essais, et dont les charges et longueurs de « pop-in » sont aussi proches que possible de la moyenne de ces valeurs. La figure (III-5) présente les courbes effort-déplacement issues de ces essais pour les quatre orientations considérées. Quelle que soit l'orientation du grain indenté, la courbe de nanoindentation présente les mêmes caractéristiques : une première pente parabolique jusqu'à un seuil où apparaît une excursion en déplacement appelée couramment « pop-in » en anglais, puis une seconde pente jusqu'à la charge maximale imposée. Après décharge, le déplacement résiduel obtenu est important. On observe que dans le cas des grains A et D la charge maximale ne correspond pas à la consigne en effort qui donnait un effort maximal de 800 μN . Ce décalage est dû à une détection précoce du point de contact par la machine de nanoindentation. Le logiciel a détecté le contact avant qu'il n'ait réellement lieu et suivi la consigne. En redéfinissant manuellement le point de contact en post-traitement les courbes ont été déplacées vers l'axe des abscisses.

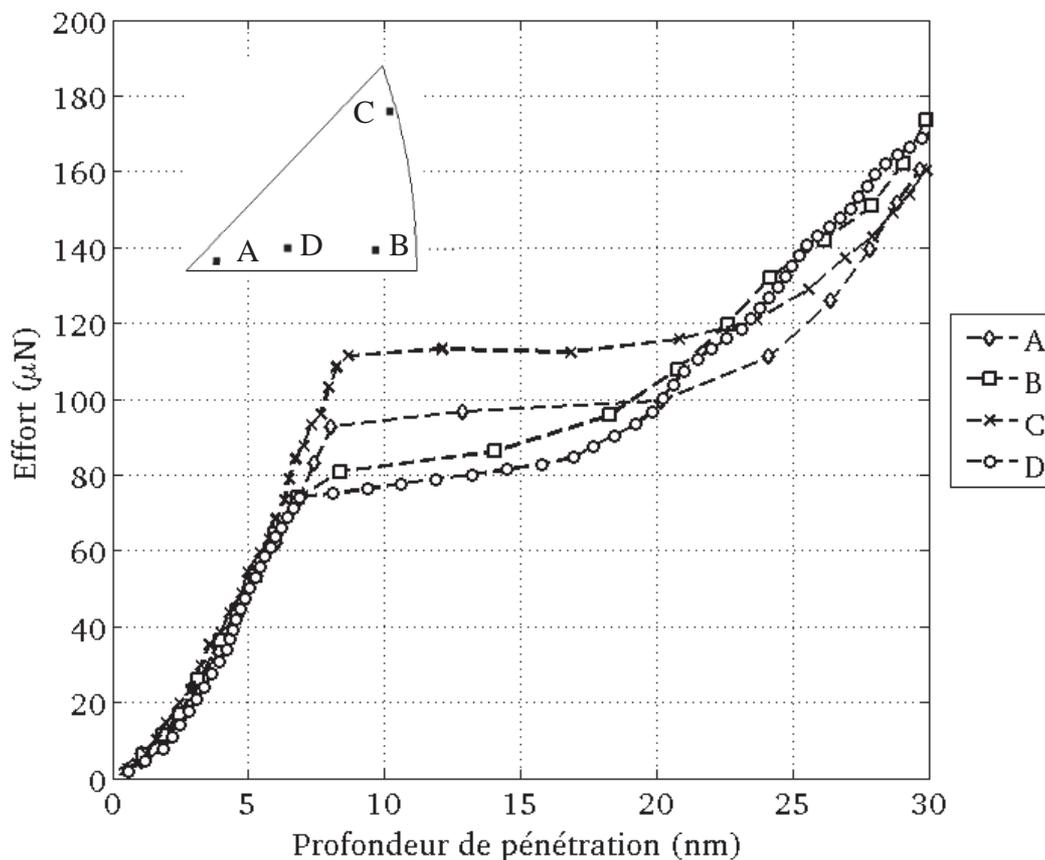


Figure (III-6) : Courbes effort/pénétration obtenues par nanoindentation des grains A, B, C et D de l'échantillon de nickel (différents points) révélant les « pop-ins » qui dépendent de l'orientation du grain.

La figure (III-6) se focalise sur les évènements se produisant pendant les 30 premiers nanomètres de l'indentation. On observe nettement le premier « pop-in » et on constate que les excursions en déplacement présentent toutes une longueur différente et apparaissent à différents niveaux de chargement. Le tableau (III-2) présente les moyennes des charges critiques d'activation et des longueurs de « pop-in » mesurées sur les courbes de nanoindentation résultant des essais menés sur les grains A, B, C et D.

	Grain A	Grain B	Grain C	Grain D
Charge critique d'activation moyenne des « pop-ins » (μN)	108 ± 58	103 ± 38	125 ± 50	94 ± 65
Longueur moyenne des « pop-ins » (nm)	16 ± 14	15 ± 8	18 ± 15	15 ± 9

Tableau (III-2) : Charges critiques moyennes et longueurs moyennes de « pop-in » mesurées sur les courbes de nanoindentation des grains A, B, C et D.

La présence de « pop-ins » est reportée dans la littérature lors d'essais de nanoindentation sur du nickel, pour différentes orientations et différents rayons de pointes d'indentation de type Berkovich, sphérique ou encore conique. Shim et al. [Shi08] ont effectué des essais de nanoindentation sur un grain d'orientation [001] par Nanoindenter XP (MTS Nano Instruments, Oak Ridge, USA), avec un indent sphérique de rayon 580 nm. Les auteurs ont obtenu des « pop-ins » pour un niveau d'effort avoisinant 350 μN (cf. figure (III-7a)). Frick et al. [Fri06], ont travaillé sur des grains d'orientation [111] de nickel pur, en utilisant un indent Berkovich de rayon de pointe d'environ 133 nm. Ils ont obtenu des charges critiques d'apparition des « pop-ins » approchant 200 μN (cf. figure (III-7b)). Yang et Vehoff [Yan06b] ont réalisé des indentations dans du Ni pur, sans considérer l'orientation des grains. A l'aide d'un indent Berkovich présentant un rayon de pointe d'environ 200 nm, les auteurs ont observé que des « pop-ins » apparaissent à des efforts avoisinant 100 μN (cf. figure (III-7c)).

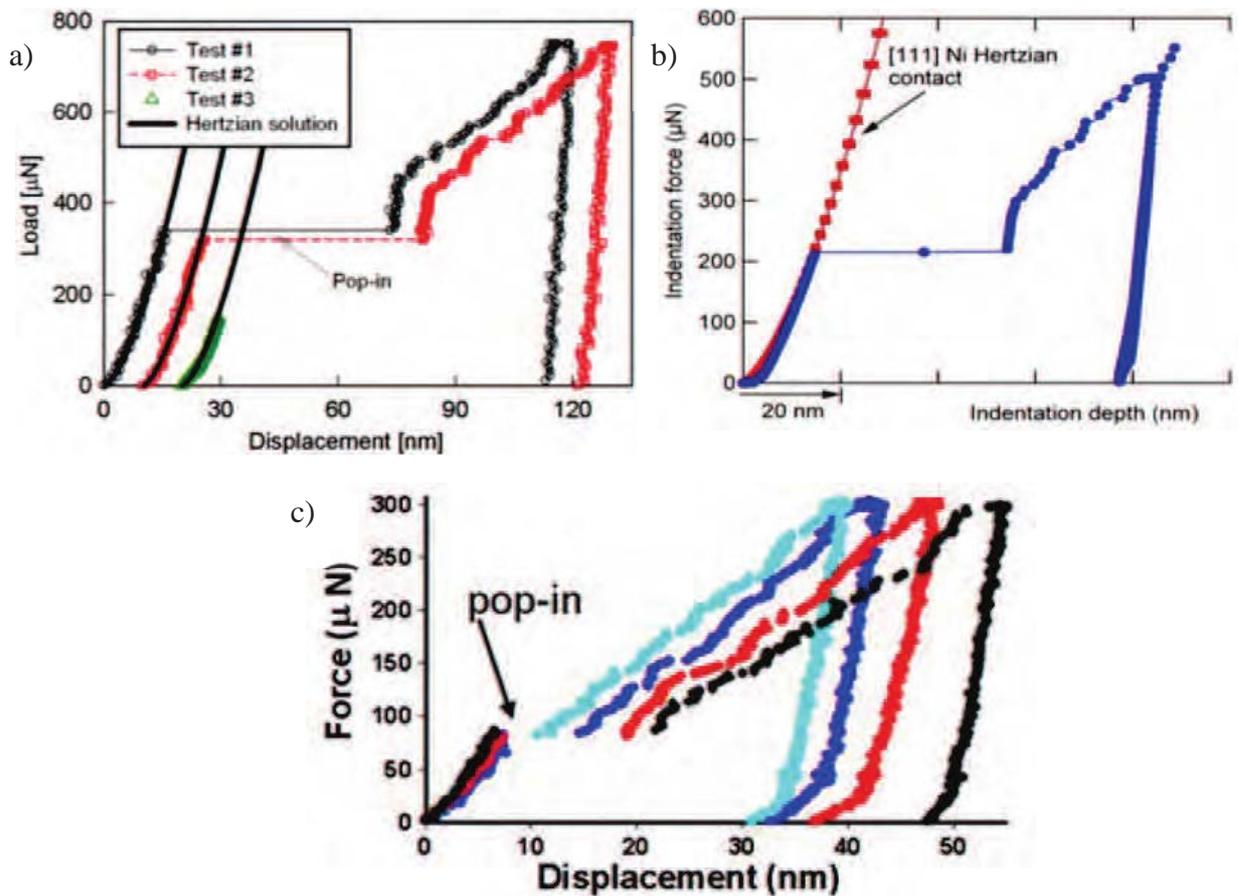


Figure (III-7) : Courbes de nanoindentation du nickel pur issues de a) Shim et al. [Shi08], b) Frick et al. [Fri06] et c) Yang et al. [Yan06b].

Le rayon de pointe de l'indent utilisé dans cette étude est différent de ceux reportés dans la littérature. Aucune conclusion quantitative ne peut donc être tirée quant à la validité des résultats obtenus. Cependant il est à noter que l'ordre de grandeur des charges d'activation de « pop-in » est cohérent avec les publications existantes.

III.2.3 Répétabilité

Au regard du nombre d'essais non considérés dans l'étude et de la dispersion des charges et longueurs de « pop-in », la question de la répétabilité des résultats n'est pas évidente. La figure (III-8) représente les valeurs minimales et maximales obtenues ainsi que la moyenne des charges d'apparition des « pop-ins » pour les 4 grains indentés. Les nombres figurant au-dessous des barres d'erreur correspondent au nombre d'essais considérés.

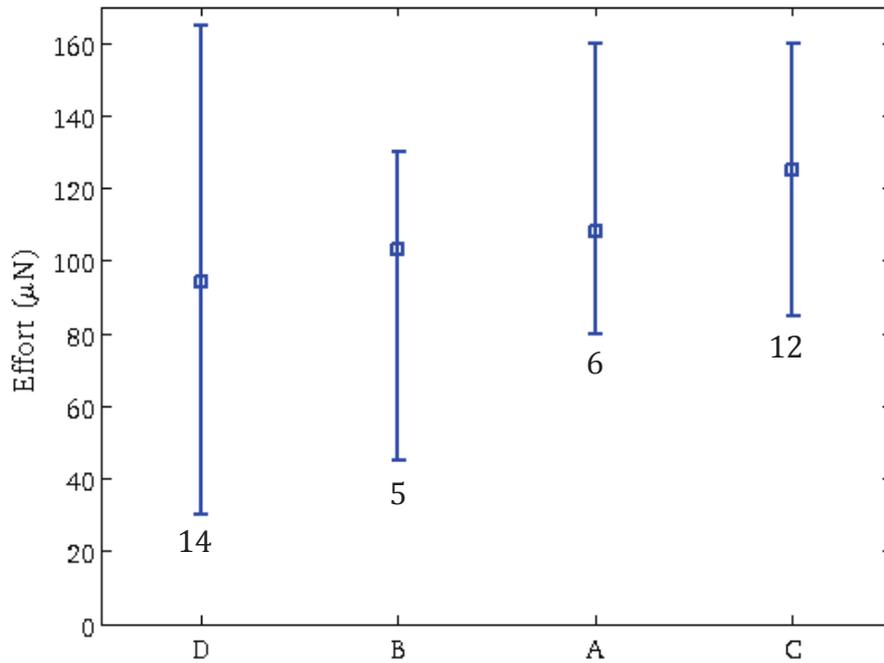


Figure (III-8) : Représentation graphique des erreurs (dispersion) sur les charges de « pop-in ». Les points carrés indiquent la valeur moyenne sur tous les résultats exploitables.

L'amplitude de l'erreur sur les charges d'apparition de « pop-in », c'est-à-dire la dispersion absolue est comprise entre 70 et 115 μN pour les quatre orientations considérées. Cette erreur, peut provenir de l'appareillage, de la manipulation, ou du matériau lui-même (désorientation intragranulaire, défaut cristallin préexistant malgré le traitement thermique, etc...). Son ordre de grandeur n'est pas aberrant pour des mesures de nanoindentation.

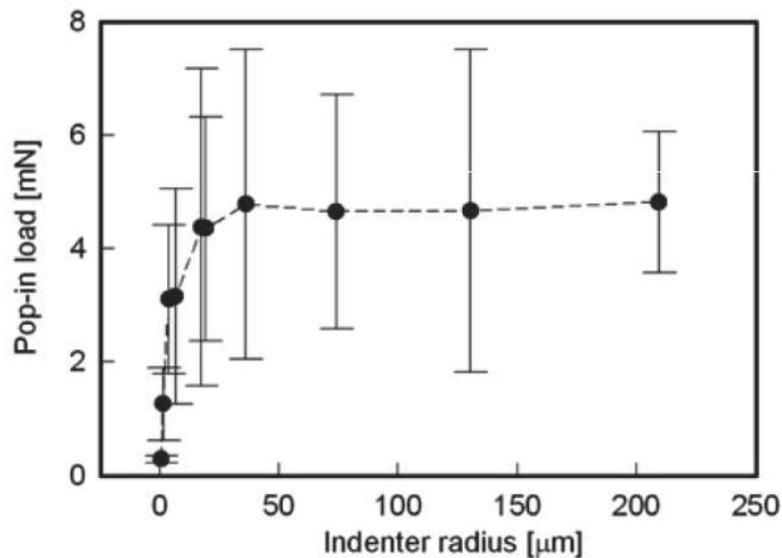


Figure (III-9) : Charges de « pop-in » mesurées sur du nickel d'orientation [100] représentées en fonction de du rayon de pointe d'indent [Shi08].

Shim et al. [Shi08], à même rayon d'indent sur du nickel pur font état d'erreurs sur les charges de « pop-in » comprises entre 100 μN et 700 μN en fonction de l'état de déformation initial du matériau (cf. figure (III-9)). Ils ont également montré que le niveau de charge d'un « pop-in » et l'erreur sont fonction du rayon d'indent utilisé.

Concernant la répétabilité relative aux longueurs des excursions, la figure (III-10) représente les barres d'erreur de la longueur des excursions en fonction de l'orientation du grain indenté. Les nombres situés au-dessous des barres d'erreurs correspondent aux nombres d'essais considérés.

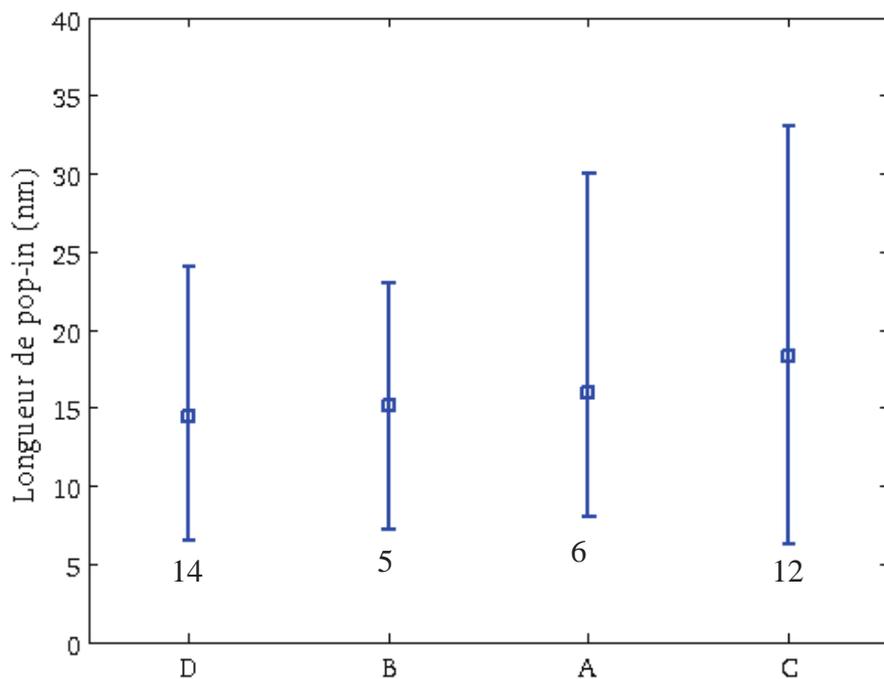


Figure (III-10) : Représentation graphique des erreurs (dispersion) sur les longueurs de « pop-in ». Les points carrés indiquent la valeur moyenne sur tous les résultats exploitables.

L'amplitude de l'erreur sur les longueurs de « pop-in » est comprise entre 15 et 22 nm en fonction de l'orientation du grain indenté.

Bien que les essais définis comme exploitables et retenus pour l'étude ne représentent qu'un cinquième de la totalité des tests réalisés, ils permettent de conclure à une assez bonne répétabilité dans les charges d'activation de « pop-in » et dans la longueur de ces excursions en déplacement.

III.3 Analyse et discussion

Il a été vu précédemment que le premier stade des courbes de nanoindentation sur le nickel pur se présente sous la forme d'une parabole (n°1 sur la figure (III-11)) suivie d'un évènement de type « pop-in » (n°2 et n°3 sur la figure (III-11)) lors de la charge. Il a été noté au paragraphe précédent que pour des grains d'orientations différentes la charge d'activation F_c et la longueur δ_{exc} de ces excursions en déplacement varient.

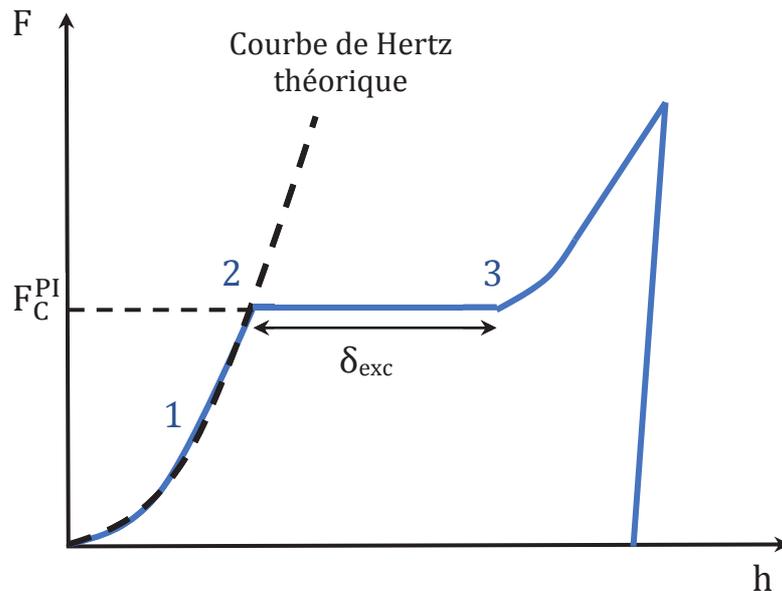


Figure (III-11) : Schéma d'un essai de nanoindentation : 1 : réponse élastique initiale, fittée par la théorie élastique de Hertz (en pointillés), 2 : fin du régime élastique à la charge critique d'activation du « pop-in » F_C^{PI} , et 3 : fin du « pop-in » d'une longueur δ_{exc} .

Nous allons, dans un premier temps, nous intéresser à modéliser la forme parabolique initiale en supposant qu'elle correspond à l'élasticité de Hertz. Afin d'étudier l'effet de l'orientation cristallographique sur l'élasticité initiale, la théorie élastique de Hertz sera appliquée non seulement sous hypothèse d'isotropie mais aussi d'anisotropie élastique. Puis nous nous intéresserons aux charges de « pop-in » en termes d'initiation de la plasticité et d'activation des systèmes de glissement. Le facteur de Schmid d'indentation présenté au chapitre précédent sera calculé dans le cas du nickel comme une fonction de l'orientation afin de retrouver les charges de « pop-in » obtenues expérimentalement. L'activation de la plasticité dans le nickel sous chargement d'indentation, est ensuite présentée en termes de localisation et de systèmes de glissements activés. Une fois les charges de « pop-in » étudiées, nous nous intéresserons à la signification de la longueur

de ces excursions en déplacement en termes travail plastique. Finalement, une relation sera établie entre charge et longueur de « pop-in ».

III.3.1 Réponse élastique de Hertz

Comme il a été décrit plus tôt, la première partie de la courbe de nanoindentation avant l'apparition d'un « pop-in » est proche d'une courbe parabolique. Ce premier stade du chargement est classiquement assimilé dans la littérature (cf. par exemple à [Sch04][Mas06]) à la courbe d'élasticité de Hertz décrivant le régime élastique jusqu'à l'apparition du premier évènement inélastique (cf. équation (II-13)).

III.3.1.1 Elasticité isotrope

Il a été indiqué au chapitre II que la solution de Hertz en élasticité isotrope est fonction du module réduit E_r (équation (II-5)), avec $\nu_i = 0,07$ et $E_i = 1141$ GPa respectivement le coefficient de Poisson et le module d'Young du diamant. Les valeurs numériques considérées pour le coefficient de Poisson ν_s et le module d'Young E_s du nickel sont issues de Shim et al. [Shi08] : $\nu_s = 0,33$ et $E_s = 192,5$ GPa. Le module réduit du nickel calculé en élasticité isotrope selon les valeurs ci-dessus est donc égal à : $E_r = 182,5$ GPa. La superposition des courbes de Hertz obtenues à partir du module élastique isotrope aux courbes effort-déplacement résultant des essais de nanoindentation est présentée, pour les quatre grains étudiés, sur les figures (III-14) et (III-15).

III.3.1.2 Elasticité anisotrope

La première méthode de prise en compte de l'anisotropie dans le calcul de l'élasticité de Hertz, présentée au chapitre II (paragraphe II.1.1.2), consiste à substituer le second terme de l'équation (II-5) par un module effectif où le module d'élasticité isotrope est remplacé par un module d'Young directionnel classique E_{hkl} , et où le coefficient de Poisson du matériau indenté n'apparaît plus dans l'expression du module réduit (équation (II-14)).

Les valeurs du module réduit E_r ont été calculées en anisotropie cubique pour une série d'orientations réparties aléatoirement en prenant pour constantes élastiques du nickel : $C_{11} = 244$ GPa, $C_{12} = 158$ GPa et $C_{44} = 102$ GPa [Li11], puis placées sur une figure de pôle inverse représentée en figure (III-12).

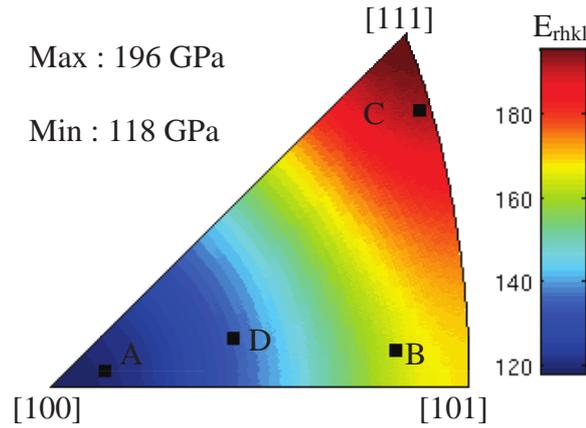


Figure (III-12) : Figure de pôle inverse représentée en fonction du module réduit directionnel calculé pour le nickel, la position des 4 grains indentés est indiquée par les carrés noirs.

Ce module réduit est très sensible à l'orientation cristallographique. La valeur minimale de 118 GPa est atteinte en [100] puis le module augmente selon des cercles concentriques de centre [100] jusqu'à atteindre une valeur maximale de 196 GPa en [111]. Les valeurs du module d'Young directionnel et du module réduit des orientations [100], [101], [111] et [123] sont reportées dans le tableau (III-3).

	[100]	[101]	[111]	[123]
E_{hkl} (GPa)	122	173	210	139
E_r (GPa)	118	163	196	135

Tableau (III-3) : Valeurs calculées en élasticité anisotrope du module d'Young directionnel et du module réduit correspondant pour les orientations [100], [101], [111] et [123].

Les valeurs du module réduit ont permis le calcul des courbes d'élasticité de Hertz dans les directions [100], [101], [111] et [123], représentées en superposition des essais de nanoindentation sur les figures (III-14) et (III-15).

La deuxième méthode présentée au chapitre II (paragraphe II.1.1.2) consiste à remplacer le second terme de l'expression du module réduit (équation (II-5)) par un module effectif d'indentation calculé en anisotropie élastique pour un milieu semi-infini [Vla93] [Vla94] (équation (II-17)). Il a été montré au chapitre II que $E_{eff}^{(hkl)}$, le calcul du module effectif d'indentation du matériau d'orientation [hkl], dépend du coefficient de Poisson dans la direction [100] $\nu_{<100>}$ et du facteur d'anisotropie A (équations données dans le chapitre II). Ces deux grandeurs sont calculées à partir des constantes élastiques du nickel pur : $C_{11} = 244$ GPa, $C_{12} = 158$ GPa et $C_{44} = 102$ GPa [Li11]. On obtient une valeur de $\nu_{<100>}$ de 0,38, donc proche de 0,4

(valeur choisie dans la table de Vlassak et Nix) et un facteur d'anisotropie A du nickel égal à 2,4. Une fois ces grandeurs déterminées, il est alors possible, à partir des tables ou des abaques de Vlassak et Nix (cf. chapitre II) de déterminer les paramètres a_{VN} , c_{VN} , B_{VN} et A_0 (dont les valeurs sont présentées dans le tableau (III-4)) nécessaires au calcul du module effectif d'indentation pour les orientations [100], [101] et [111].

Orientation	a_{VN}	c_{VN}	A_0	B_{VN}
[100]	1,198	-0,198	0	0,3022
[110]	0,701	0,232	-4,548	0,1490
[111]	0,741	0,254	-0,120	0,1524

Tableau (III-4) : Valeur des paramètres a_{VN} , c_{VN} , B_{VN} , A_0 pour les orientations [100], [110] et [111] d'après la table de Vlassak et Nix.

Dans le tableau (III-5) sont reportées les valeurs de $E_{eff}^{(hkl)}$ et du module réduit correspondant pour les orientations [100], [101] et [111].

Pour comparaison, la figure (III-13), issue des travaux de [Li11], est un triangle inverse standard où sont représentés les modules effectifs d'indentation du nickel, sous hypothèse d'anisotropie élastique. Ces modules ont été calculés numériquement par Li et al [Li11] à l'aide du tenseur de Green pour un milieu solide bidimensionnel et semi-infini.

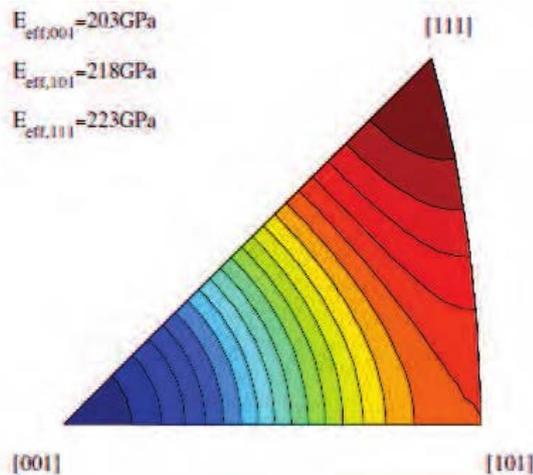


Figure (III-13) : Contour du module effectif d'indentation calculé et tracé dans le cas du nickel [(Li11)].

L'estimation des modules effectifs d'indentation E_{eff}^{100} , E_{eff}^{101} et E_{eff}^{111} à partir des abaques de Vlassak et Nix [Vla94] est identique aux valeurs proposées par Li et al. [Li11] (les écarts de l'ordre d'1 GPa sont ici négligeables). Cependant, le cas de l'orientation [123] n'a pas pu être traité ici, car les abaques de Vlassak et Nix ne donnent que les

paramètres des trois orientations citées précédemment. Une estimation du module effectif selon la direction [123] peut cependant être proposée en se basant sur la figure (III-13) : $E_{\text{eff}}^{123} = 212$ GPa, ce qui donne un module réduit $E_r^{123} = 179$ GPa.

	[100]	[110]	[111]	[123]
$E_{\text{eff}}^{(hkl)}$ (GPa)	202	219	224	212
E_r (GPa)	172	184	187	179

Tableau III-5 : Valeurs calculées en élasticité anisotrope du module effectif d'indentation et du module réduit pour les orientations [100], [101] et [111].

Les courbes de Hertz obtenues à partir du calcul du module réduit anisotrope sont superposées aux essais de nanoindentation réalisés sur les 4 grains étudiés sur les figures (III-14) et (III-15).

Les figures (III-14) et (III-15) représentent la superposition des courbes de Hertz aux courbes de nanoindentation pour les quatre grains étudiés. Les courbes issues du calcul isotrope (n°1 sur les figures (III-14) et (III-15)) donnent une très bonne approximation du début des courbes de nanoindentation. Cela confirme l'hypothèse d'une réponse élastique initiale sous chargement d'indentation. Les courbes de Hertz calculées à partir de la première méthode anisotrope, donc du module d'Young directionnel (n°2 sur les figures (III-14) et (III-15)), sont bien plus éloignées des débuts de courbes de nanoindentation que celles de la méthode isotrope. Le calcul d'un module d'élasticité directionnel proposé par Kang [Kan12] ne semble donc pas pertinent. Au regard de la dépendance du module réduit directionnel à l'orientation cristallographique mise en avant sur les figures (III-142) et (III-15-2) il peut être supposé que ce décalage découle de la non prise en compte de l'anisotropie élastique et du milieu semi-infini dans le calcul du module réduit. Les figures (III-143) et (III-15-3) représentent la superposition des courbes de nanoindentation des grains A, B, C et D aux courbes d'élasticité de Hertz obtenues en considérant le module effectif dans le calcul du module réduit pour les orientations idéales [001], [101], [111], [123]. Les courbes obtenues en considérant la théorie de Hertz et l'anisotropie élastique décrivent parfaitement le premier régime élastique des courbes expérimentales pour les quatre grains bien que les orientations des grains A, B, C, et D ne soient pas idéales. Le fait que les courbes d'élasticité isotrope et les courbes d'élasticité anisotrope de la méthode 2 soient assez proches est sans doute lié au faible coefficient d'anisotropie du nickel : $A = 2,4$.

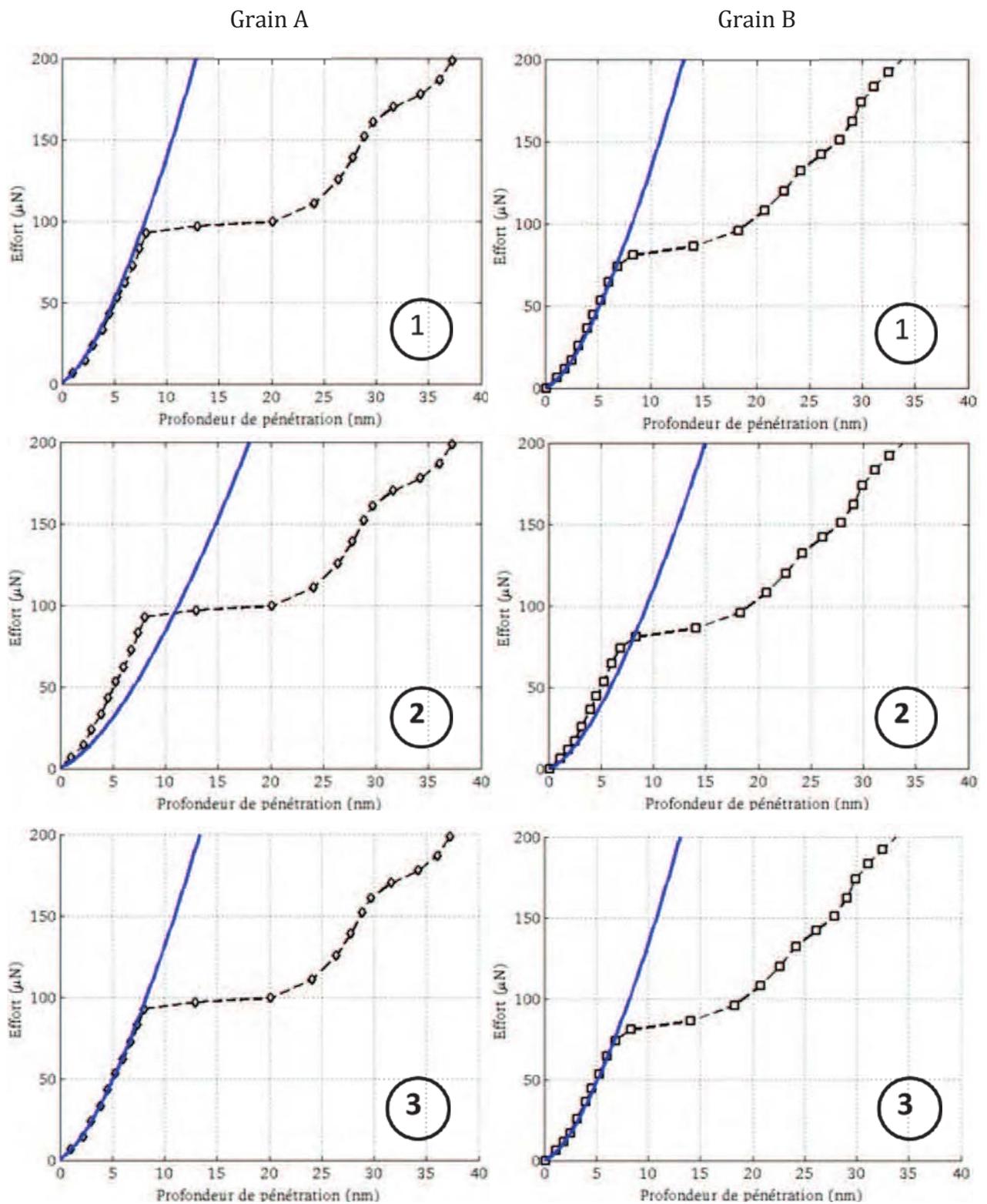


Figure (III-14) : Courbes d'indentation effort-pénétration des grains A et B d'orientations respectives proches de [100] et [101] et superposition des courbes de Hertz théoriques (en bleu) 1 : isotrope, 2 : anisotrope méthode 1 et 3 : anisotrope méthode 2.

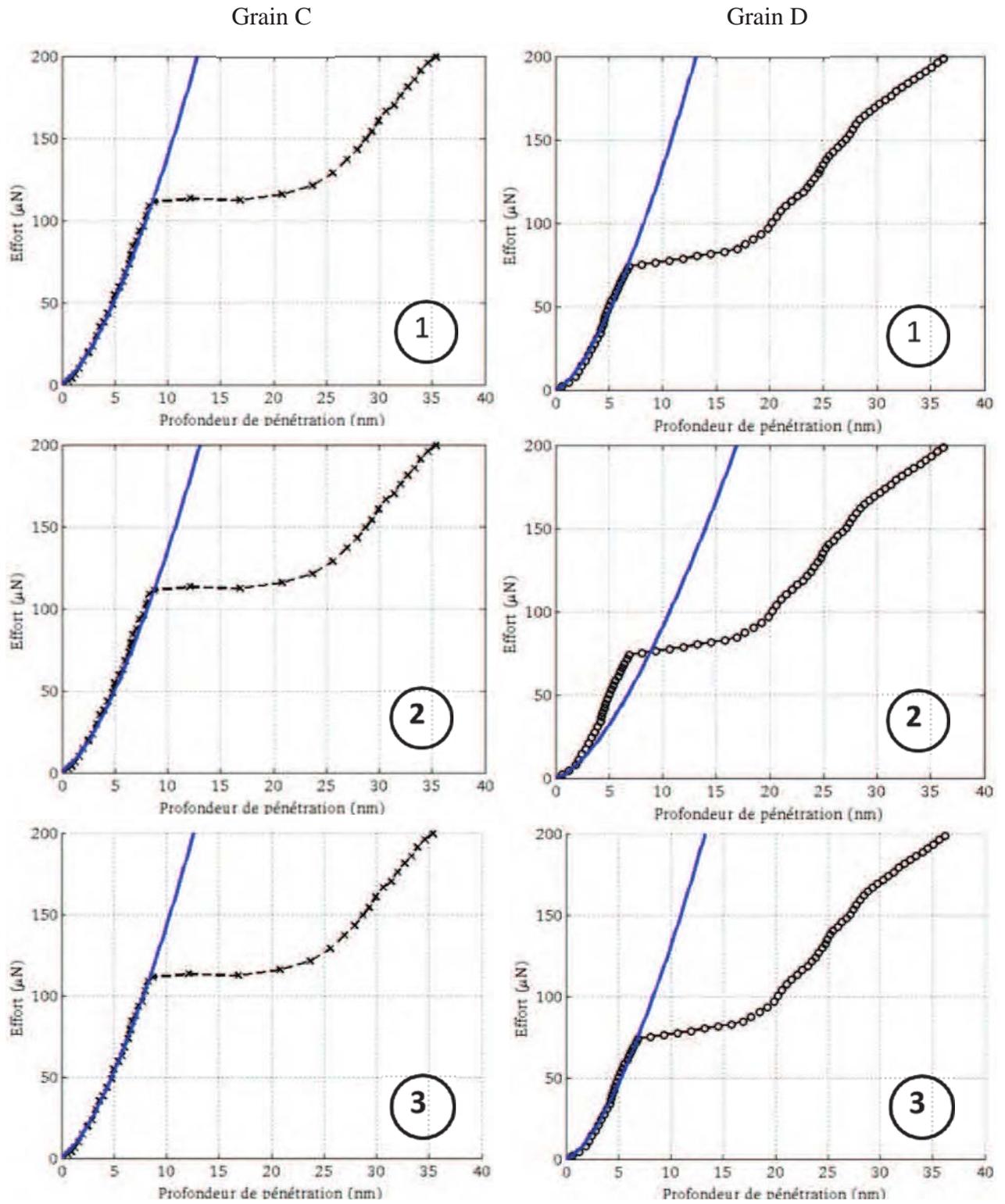


Figure (III-15) : Courbes d'indentation effort-pénétration des grains C et D d'orientations respectives proches de [111] et [123] et superposition des courbes de Hertz théoriques (en bleu) 1 : isotrope, 2 : anisotrope méthode 1 et 3 : anisotrope méthode 2.

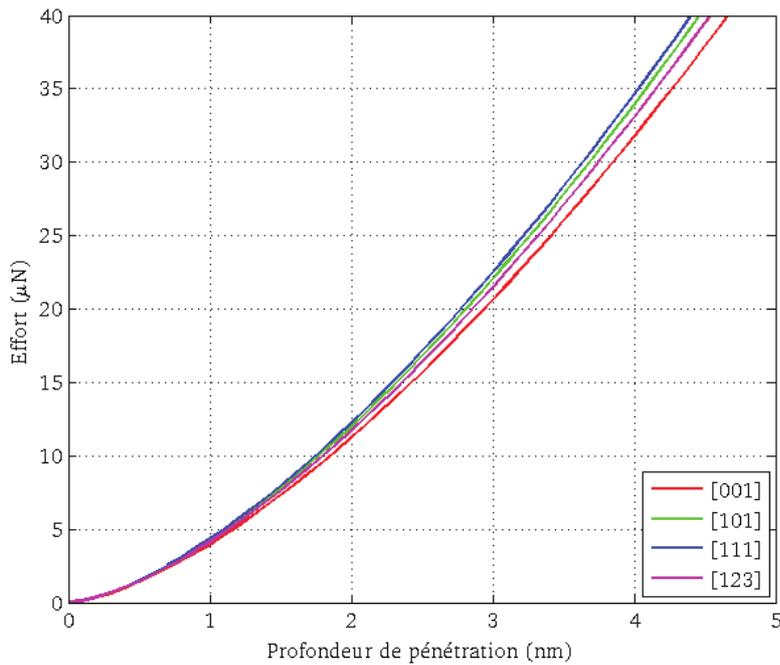


Figure (III-16) : Effet des orientations idéales [001], [101], [111], [123] sur les courbes de Hertz en considérant l'élasticité anisotrope cristalline.

Au regard de la figure (III-16) les modules effectifs s'ordonnent de la façon suivante : $E_{\text{eff}}^{111} > E_{\text{eff}}^{101} > E_{\text{eff}}^{123} > E_{\text{eff}}^{100}$, en accord avec la théorie de Hertz en anisotropie élastique. La pente élastique de la courbe de nanoindentation précédant le premier « pop-in » dépend donc de l'orientation cristallographique du grain indenté. Afin de décrire au mieux cette courbe élastique, il est préférable de calculer le module réduit sur des considérations anisotropes à partir des travaux théoriques de Vlassak et Nix [Vla94] ou plus récemment de Li et al. [Li11].

III.3.2 Charge de « pop-in » : activation des systèmes de glissement

Les courbes de nanoindentation du nickel (cf. paragraphe (III-2)) présentent toutes un premier régime élastique avant une excursion en déplacement (« pop-in »), ainsi qu'un important déplacement résiduel à la fin de la décharge. Ce comportement indique clairement l'activation irréversible de plasticité, le « pop-in » correspondant à la nucléation de dislocations (cf. chapitre I).

Le tableau (III-2) de la partie III-2 semble indiquer une influence de l'orientation cristallographique sur la charge de « pop-in » F_c^{PI} . En effet (selon le tableau (III-2)), la force critique moyenne d'activation des « pop-ins », calculée sur les 6, 5, 12 et 14 essais respectivement retenus pour les grains A, B, C et D, peut être classée en fonction de l'orientation cristallographique comme suit :

$$F_c^{PI<111>} > F_c^{PI<100>} > F_c^{PI<101>} > F_c^{PI<123>}$$

Ce classement des charges de « pop-in » est en bon accord avec les essais de nanoindentation réalisés par Salehinia et al. [Sal13] sur du nickel pur avec un rayon de pointe d'indent d'environ 100 nm.

Le facteur de Schmid d'indentation (discuté au chapitre II) permet de déterminer l'influence de l'orientation cristallographique sur l'activation de plasticité sous chargement d'indentation. Ce critère est donc utilisé ici afin de valider les résultats expérimentaux.

III.3.2.1 Facteur de Schmid d'indentation

Le critère d'activation de plasticité, caractérisé par le facteur de Schmid S dans le cas de sollicitations uniaxiales et par le facteur de Schmid d'indentation S_{ind} dans le cas d'un chargement de nanoindentation, dépend de l'orientation cristallographique [Li11] (cf. chapitre III). La figure de pôles inverse de la figure (III-17) représente la variation du facteur de Schmid en fonction de l'orientation cristallographique pour des sollicitations de type traction ou compression dans le cas du nickel.

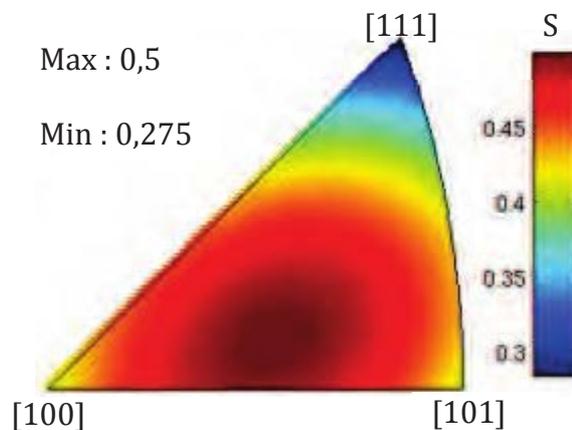


Figure (III-17) : Figure de pôle inverse représentée dans le cas d'un échantillon de nickel en fonction du facteur de Schmid pour une sollicitation en traction ou compression.

Un seul triangle standard est représenté figure (III-17) pour les deux types de chargement que sont la traction et la compression. En effet, il a été montré par simulation numérique que les facteurs de Schmid ont exactement la même répartition elliptique et les mêmes valeurs dans la figure de pôle inverse pour des sollicitations en traction et compression. Il faut noter, de plus, que les structures CFC suivent la même loi de Schmid en traction et compression, ce qui n'est pas le cas des matériaux CC (Cubiques

Centrés) où un effet non-Schmid est observé expérimentalement. Ceci valide la représentation sur une seule figure de pôle inverse des deux types de chargements uniaxiaux.

Le critère d'activation maximum, voisinant 0,5, est atteint pour une orientation du cristal proche de [123]. Le minimum du facteur de Schmid en traction et en compression correspond à une orientation cristallographique de [111], pour une valeur proche de 0,28. Autrement dit, l'effort à appliquer pour activer le glissement sera plus important si l'orientation du cristal est proche de [111] que si elle avoisine [123], car la force motrice est plus faible dans le cas [111].

La figure (III-18a) représente la variation du facteur de Schmid d'indentation en fonction de l'orientation cristallographique pour un contact sphérique élastique. Cette figure obtenue dans le cas de l'élasticité isotrope est comparable à celle obtenue par Li et al. [Li11] dans le cas de l'élasticité anisotrope (figure (III-18b)). Ces auteurs avaient déjà constaté que, dans le cas du nickel, les facteurs de Schmid d'indentation forment des cercles concentriques alors que la répartition des facteurs de Schmid sous chargement uniaxial est elliptique. Cette tendance se retrouve clairement entre les figures (III-17) et (III-18) correspondant respectivement à des chargements de traction ou de compression et de nanoindentation.

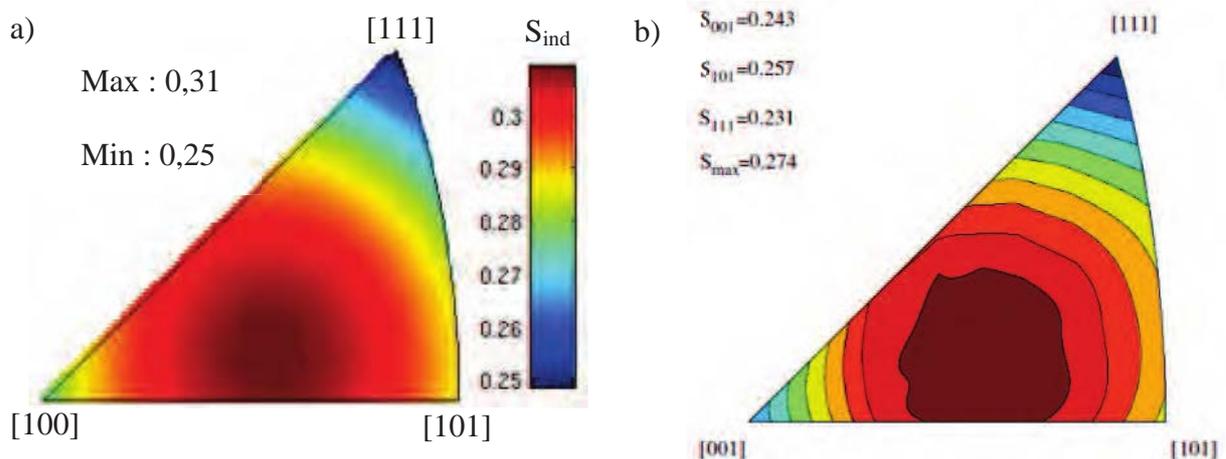


Figure (III-18) : Figure de pôle inverse issue de [Li11] représentant le facteur de Schmid d'indentation dans le cas d'un contact sphérique du nickel.

Sur la figure (III-18a) le facteur de Schmid d'indentation varie entre une valeur minimale de 0,25 et une valeur maximale de 0,31, atteintes respectivement pour des orientations cristallographiques proches de [111] et de [123]. La répartition des S_{ind} dans la figure de

pôle inverse est très proche de celle présentée sur la figure proposée par Li et al. [Li11] (figure (III-18b)) notamment dans la position des extremum. Les valeurs du facteur de Schmid d'indentation obtenues par notre modèle sont cependant légèrement supérieures à celle publiées par Li et al. [Li11] (S_{ind} minimum à 0,27 et S_{ind} maximum à 0,23 pour [Li11]). Il est notable que Li et al. [Li11] ont mené les mêmes calculs sous hypothèse d'un solide élastique anisotrope alors que l'élasticité isotrope est considérée dans la présente étude. L'anisotropie élastique tend donc à compenser légèrement les écarts entre les valeurs minimale et maximale des S_{ind} . La figure (III-19) représente la position des quatre grains indentés sur une figure de pôle en fonction du S_{ind} .

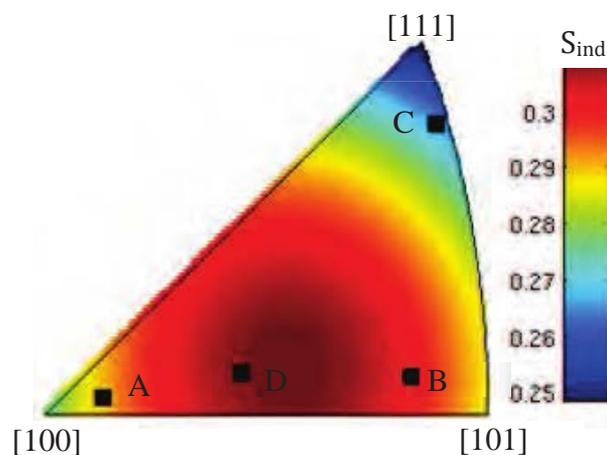


Figure (III-19) : Figure de pôle inverse représentée en fonction du facteur de Schmid d'indentation S_{ind} dans le cas d'un monocristal de nickel, les carrés noirs représentent la position des grains indentés.

Les S_{ind} des grains A à D sont reportés sur le tableau (III-6) :

Grain	A	B	C	D
S_{ind}	0,29	0,30	0,26	0,31

Tableau (III-6) : Valeur des S_{ind} calculés des quatre grains étudiés.

III.3.2.2 Charges de « pop-in » : corrélation calcul/expérience

Dans la littérature, la cission résolue maximale τ_R^{max} (égale à la cission critique τ_c à l'activation de plasticité) est calculée en élasticité isotrope à partir de l'équation suivante [Bah05] [Vad06] :

$$\tau_c = 0,31 \left(\frac{6F_c^{PI} E_r^2}{\pi^3 R^2} \right)^{1/3} \quad (III-1)$$

où F_c^{PI} est la charge critique d'activation de « pop-in », R le rayon en pointe de l'indent, E_r le module réduit calculé sous hypothèse d'élasticité isotrope. La constante multiplicative 0,31 correspond alors à ce qu'on peut appeler un « facteur de Schmid d'indentation

isotrope ». Afin de prendre en compte l'anisotropie élastique dans le calcul de la cission résolue critique, Li et al. [Li11] ont proposé une estimation de la cission résolue critique sous un contact Hertzien basé sur les équations (II-11) et (II-68):

$$\tau_c = S_{\text{ind}} \left(\frac{6F_c^{\text{PI}} E_r^2}{\pi^3 R^2} \right)^{1/3} \quad (\text{III-2})$$

où le terme 0,31 est remplacé par le facteur de Schmid d'indentation de l'orientation considérée et E_r le module réduit calculé en anisotropie élastique. En présumant que l'activation de plasticité a lieu lorsque la cission résolue maximale τ_R^{max} atteint la résistance théorique à l'écoulement du matériau τ_{th} [Sur99], la cission résolue maximale peut être estimée par l'équation (III-2) à partir des forces critiques obtenues expérimentalement. Les valeurs ainsi calculées de τ_{th} sont reportées dans le tableau (III-7). Les incertitudes sont calculées en considérant les erreurs sur le rayon effectif à la pointe de l'indent, la charge critique moyenne d'activation des « pop-ins » et le module réduit (estimé approximativement à 2 GPa). Considérant le module de cisaillement μ du nickel donné par Simmons et al. [Sim71], soit $\mu \sim 73$ GPa, les valeurs mesurées de τ_{th} représentent environ $\mu/15$. Cette valeur de $\mu/15$ se trouve bien dans l'encadrement généralement cité pour la cission critique théorique des métaux cristallins : $\mu/5 - \mu/30$. La cission critique théorique τ_{th} isotrope a été calculée à partir du facteur de Schmid d'indentation isotrope (i.e. $S_{\text{ind}} = 0,31$), de l'élasticité isotrope de l'équation (II-11) et de la charge critique d'activation moyenne des « pop-ins » pour les 4 orientations. La valeur de τ_{th} isotrope ainsi obtenue (cf. tableau (III-7)) est proche de celle trouvée par Shim et al. [Shi08], ($\mu/14$, soit 5,2 GPa), sur du nickel pur sans considération sur l'influence de l'orientation cristalline sur ces résultats.

Grain	F_c^{PI} moyenne (μN)	S_{ind}	τ_R^{max} (GPa)
D	94 ± 65	0,31	$5,78 \pm 1,80$
B	103 ± 38	0,30	$5,97 \pm 1,55$
A	108 ± 58	0,29	$5,43 \pm 1,11$
C	125 ± 50	0,26	$5,49 \pm 1,17$
Isotrope	112 ± 69	0,31	$6,12 \pm 1,42$

Tableau (III-7) : Calcul du produit charge critique d'apparition des « pop-ins »/facteur de Schmid d'indentation pour les 4 orientations étudiées (calcul des incertitudes présenté en annexe D).

La force critique d'activation de plasticité est plus élevée dans un grain présentant une orientation proche de [111] et un facteur de Schmid d'indentation faible ($\sim 0,26$) que

dans un grain avec une orientation proche de [123] montrant un facteur de Schmid d'indentation plus élevé ($\sim 0,31$). Cette relation entre théorie et expérience confirme la légitimité du concept de S_{ind} : un grain ayant une orientation favorable à l'activation de plasticité possède un S_{ind} élevé alors qu'un grain présentant une orientation moins favorable montre un S_{ind} plus faible.

La charge critique d'activation est donc liée au facteur de Schmid d'indentation par l'équation (III-2). La figure (III-20) représente graphiquement la charge critique d'activation en fonction du facteur de Schmid d'indentation, d'après les données expérimentales (tableau (III-7)) et à partir de la relation suivante, issue de l'équation (III-2) :

$$F_c^{PI} = \frac{\pi^3 R^2}{6E_r^2} \left(\frac{\tau_{th}}{S_{ind}} \right)^3 \quad (III-3)$$

Avec $E_r = 182,5$ GPa, le module d'élasticité réduit isotrope et $\tau_{th} = 5,65$ GPa, la moyenne des τ_{th} des quatre orientations étudiées.

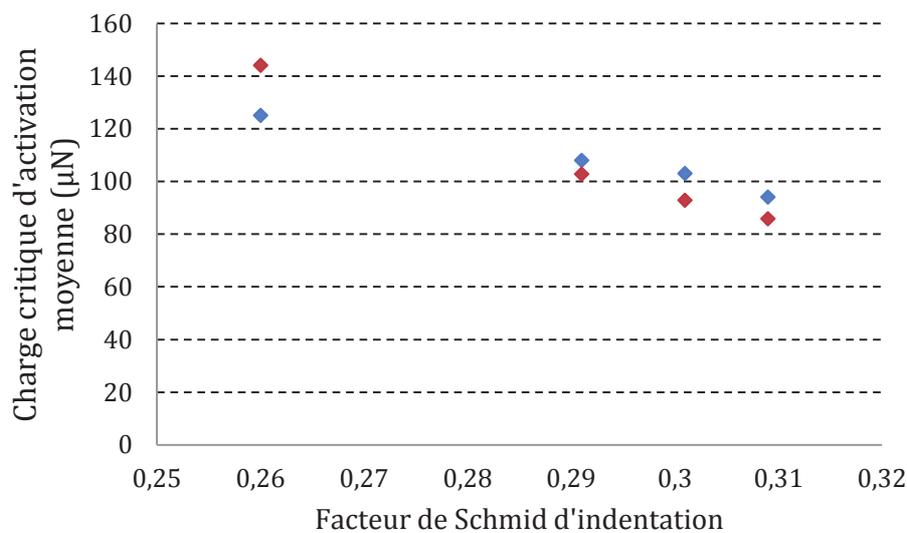


Figure (III-20) : Représentation graphique de la relation force critique d'activation/facteur de Schmid d'indentation, la série de points rouge est calculée selon l'équation (III-7), les points bleus correspondent aux résultats expérimentaux.

La courbe ainsi obtenue, représentée par les points rouges de la figure (III-20) est une section de parabole d'équation : $F_c^{PI} = K * (S_{ind})^{-3}$ où K est une constante. Les points bleus de la figure (III-20) correspondent aux charges critiques d'activation moyennes obtenues expérimentalement.

La figure (III-20) indique un bon accord entre les points expérimentaux et les calculs théoriques, notamment en dépit de l'erreur sur les charges de « pop-in »

(cf. paragraphe III.2.3). Cette cohérence avec les résultats de nanoindentation valide l'approche théorique développée ainsi que l'équation (III-3) reliant la charge critique d'activation de plasticité au S_{ind} .

III.3.2.3 Caractérisation de l'activation

a) Analyse spatiale

Le calcul du facteur de Schmid d'indentation repose sur une recherche de la cission résolue maximale τ_R sous l'indent (cf Chapitre II). La cission résolue étant fonction de la position (x, y, z) considérée, il est donc possible d'extraire la localisation de l'activation de la plasticité à partir du calcul du S_{ind} . En se basant sur la solution du contact de Hertz en élasticité linéaire isotrope, Gerberich et al. [Ger96] ont localisé cette activation le long de l'axe z à une profondeur de $z/a = 0,5$ pour un alliage cubique centré de Fe-3%Si (pourcentage massique). Cette position a été raffinée par Barnoush [Bar12] sur de l'aluminium pur (structure CFC). En considérant les mêmes hypothèses que [Ger96], l'auteur a localisé l'activation de plasticité à une profondeur de $z/a = 0,48$ selon l'axe z . Il faut noter que ces deux calculs sont réalisés en élasticité linéaire isotrope, ils ne prennent donc pas en compte l'anisotropie cristallographique.

Afin prendre en considération l'influence de l'orientation cristallographique dans notre simulation, 4000 orientations aléatoirement disposées dans une figure de pôle ont été considérées dans ce calcul. La position de l'activation a été relevée pour chacune de ces orientations cristallographiques et placée dans une zone représentant le volume affecté par l'indentation (figure (III-21)). Chaque point de la figure (III-21) correspond donc à la position de l'activation de la plasticité sous l'indent (sous hypothèse d'un contact sphérique) dans le repère macroscopique pour chacune des 4000 orientations cristallographiques considérées. La couleur des points réfère au niveau du facteur de Schmid d'indentation (bleu : faible S_{ind} , rouge : fort S_{ind}), le code couleur est identique à celui de la figure (III-18). Les pas ainsi que les encadrements utilisés pour x/a , y/a et z/a sont reportés dans le tableau (III-8).

	x/a	y/a	z/a
Pas	0,01	0,01	0,001
Encadrement	$[-0,7 ; 0,7]$	$[-0,7 ; 0,7]$	$[0,44 ; 0,5]$

Tableau (III-8) : Pas et encadrements des valeurs utilisées pour x/a , y/a et z/a dans la simulation de la position d'activation de la plasticité.

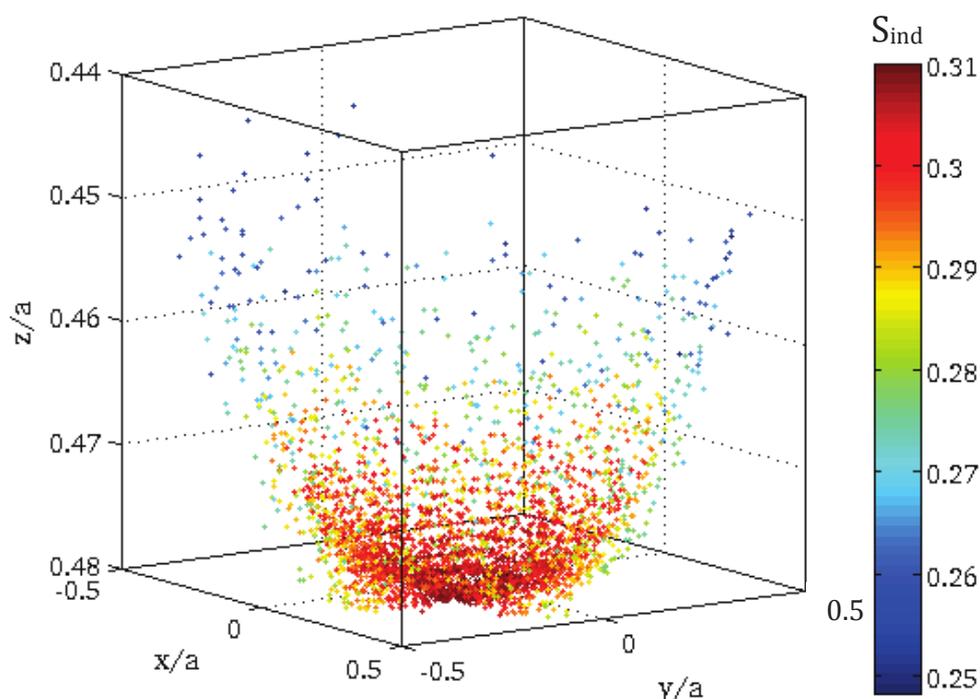


Figure (III-21) : Position de l'activation de la plasticité en fonction de l'orientation cristalline dans le cas du nickel pur lors d'un essai de nanoindentation.

La répartition des sites d'activation n'est pas linéaire selon l'axe z , elle prend la forme d'un parabololoïde de révolution tronqué à son extrémité, dont l'axe de révolution correspond à l'axe de l'indent. En fonction de l'orientation du grain indenté la cission critique résolue maximale apparaît à une profondeur $z/a = 0,46 \pm 0,02$. Pour les orientations cristallines les plus favorables à l'activation de plasticité, i.e. présentant un S_{ind} élevé, l'activation se situe majoritairement vers l'extrémum du parabololoïde au voisinage de $z/a = 0,48$, alors que pour les orientations moins favorables l'activation de la plasticité se situe aux environs de $z/a = 0,45 \pm 0,01$.

Ces résultats permettent de raffiner ceux données par Barnoush [Bar12] qui n'a pas considéré les S_{ind} puisque la plasticité est supposée isotrope dans [Bar12] (cf. figure (III-22)).

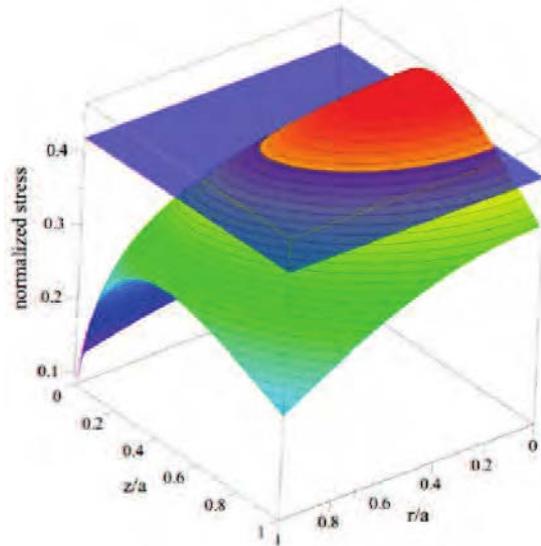


Figure (III-22) : Distribution de la cission critique τ_c sous un contact sphérique élastique d'après [Bar12]. Le volume au-dessus du plan bleu représente le volume sous l'indent où τ est supérieure à 90% de la cission maximale τ_{max} .

La figure (III-23) représente des coupes bidimensionnelles de la figure (III-21) en $x/a = 0$, $y/a = 0$ et $z/a = 0,48$. La coupe réalisée en $z/a = 0,48$ (figure (III-23c)) montre une répartition circulaire des sites d'activation autour de l'axe z dans le plan (x, y) . Les S_{ind} les plus élevés se trouvent au centre de ce cercle, près de l'axe z , alors que les S_{ind} les plus faibles constituent le contour extérieur de ce cercle.

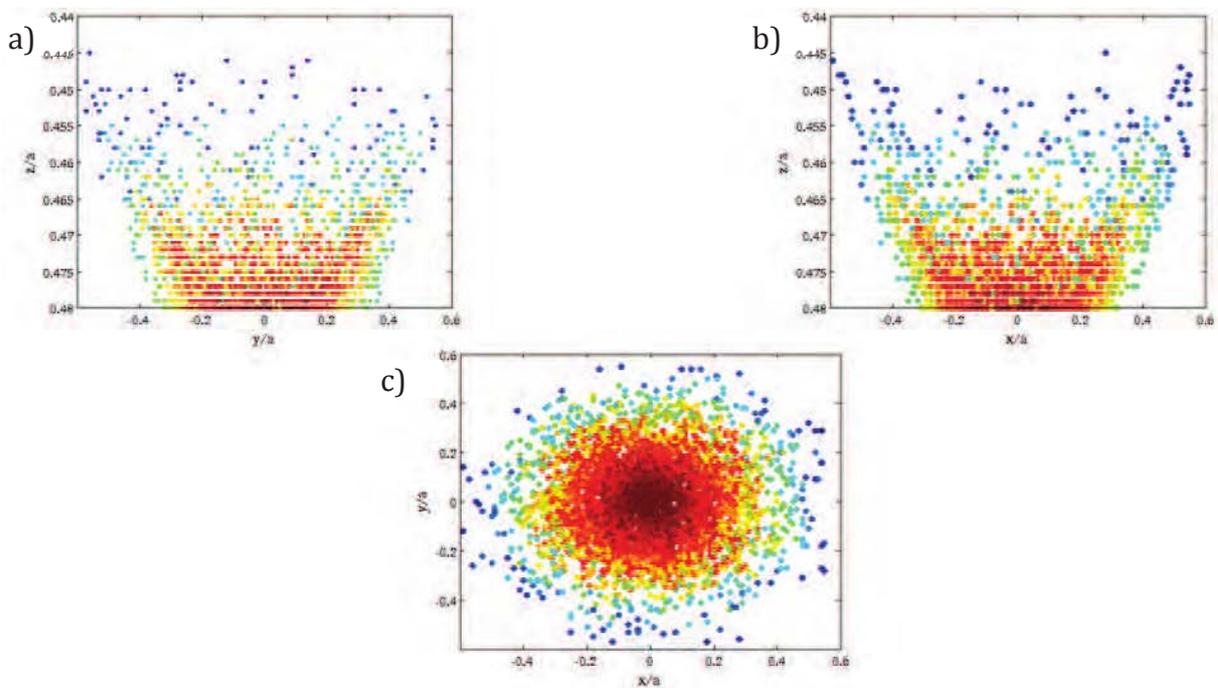


Figure (III-23) : Coupes de la figure (III-21) en a) $x/a=0$, b) $y/a=0$ et c) $z/a=0,48$.

Les coupes en $x/a = 0$ et $y/a = 0$ indiquent que les S_{ind} maximaux forment une demi-ellipse dont le grand axe est parallèle à $z/a = 0,48$ et le centre confondu avec l'axe z . Plus la génération de dislocation a lieu loin de ce foyer d'activation de plasticité, plus les S_{ind} sont faibles.

Ces résultats montrent qu'en considérant l'anisotropie plastique, on retrouve bien un site d'activation préférentiel proche de $z/a = 0,48$ [Ger96][Bar12]. Cependant le maximum de la cission résolue n'est pas concentré sur l'axe z , mais forme un cercle autour de cet axe. Il faut noter que l'étude présentée ici considère les systèmes de glissement de dislocations complètes (encore appelées parfaites). Des résultats de simulations par éléments finis, présentés par Zhu et al. [Zhu04], avec les systèmes de glissement de dislocations partielles du cuivre pur (structure CFC) montrent que les sites préférentiels de dislocation se situent à une profondeur de $z/a = 0,61$, mais surtout que l'activation n'a pas systématiquement lieu le long de l'axe z ce qui confirme nos résultats.

b) Prédiction du système actif

Il a été noté dans le paragraphe précédent que le calcul de la cission résolue maximale (cf. chapitre II) permet de localiser l'activation de plasticité. Or l'expression de la cission résolue, dépend non seulement du champ de contrainte généré par l'indentation, mais aussi du tenseur de Schmid $R_{ij}^{(s)}$ considéré. Le tenseur de Schmid étant fonction du système de glissement (s) considéré, il est possible de déterminer le premier système activé lors du calcul de la cission résolue maximale.

Afin de valider cette prédiction, une analyse préliminaire a été réalisée pour une sollicitation uniaxiale de traction ou de compression simple pour les orientations idéales [100], [101], [111] et [123]. Le nombre de systèmes potentiellement actifs et le facteur de Schmid S ainsi obtenus sont présentés dans le tableau (III-9) pour ces quatre orientations.

	[100]	[101]	[111]	[123]
S	$\frac{1}{\sqrt{6}}$	$\frac{1}{\sqrt{6}}$	$\frac{2}{3\sqrt{6}}$	$\frac{4}{7}\sqrt{\frac{2}{3}}$
Nombre de systèmes activés	8	4	6	1

Tableau (III-9) : Nombre de systèmes de glissement potentiellement actifs et facteur de Schmid S pour les orientations [100], [101], [111] et [123] d'une structure CFC sollicitée en traction ou en compression.

Les valeurs obtenues pour S sont identiques à celles que l'on trouve généralement dans la littérature. Le nombre de systèmes de glissement potentiellement actifs pour les orientations idéales [100], [101] et [111] sont respectivement 8, 4 et 6. De plus, une orientation située sur le contour du triangle standard présentera deux systèmes de glissements actifs, alors qu'une orientation située à l'intérieur de ce triangle n'en présentera qu'un. L'orientation [123] considérée dans le tableau (III-9) se trouve aux environs du centre du triangle standard, et ne présente qu'un seul système de glissement actif, ce qui rejoint par exemple les prédictions de [Li11].

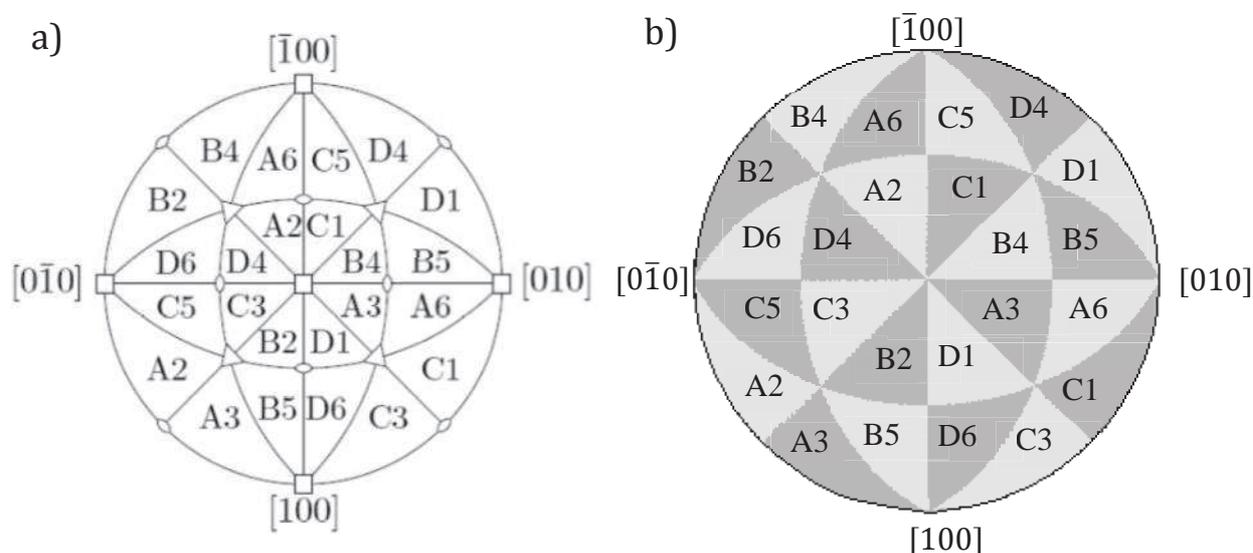


Figure (III-24) : Projection stéréographique standard montrant les systèmes de glissement activés sous chargement uniaxial pour une structure CFC a) d'après la littérature, b) issu de la simulation.

Le nickel pur présentant une structure cubique faces centrées, ses plans et directions de glissement sont connus (cf. chapitre II). Afin de valider le modèle développé dans cette étude, la répartition des systèmes de glissement actifs est représentée figure (III-24b). La figure (III-24a) issue de la littérature valide ce résultat.

Le champ de contrainte homogène de traction/compression est alors remplacé par celui décrivant l'état de contrainte hétérogène dû à l'indentation issu du calcul micromécanique décrit au chapitre II (figure (III-25)).

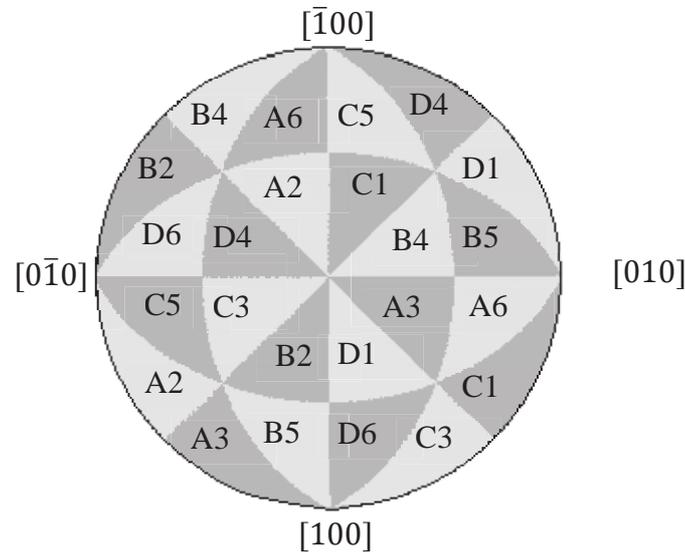


Figure (III-25) : Projection stéréographique standard représentant les systèmes de glissement principaux activés sous chargement d'indentation pour une structure CFC en employant les notations de Schmid et Boas (cf. tableau (II-1)).

On observe que la répartition des systèmes de glissement dans la figure de pôle est identique que le chargement soit uniaxial ou de nanoindentation. Cela montre que, pour les types de sollicitations étudiées ici, la sélection du premier système de glissement activé ne dépend pas du type de chargement mais de l'orientation cristallographique.

III.3.3 Longueur du premier « pop-in » : travail plastique

Nous avons vu précédemment que l'apparition de « pop-in » sur les courbes de nanoindentation du nickel correspond à l'activation de la plasticité cristalline, donc déplacement de dislocations. Il a été montré par Gerberich et al. [Ger96] qu'il est possible de caractériser cette activation de dislocation à partir de la longueur δ_{exc} des excursions en déplacement (décrite sur la figure (III-10)) comme fonction du module du vecteur de Burgers b et du nombre de dislocations N induites par l'indentation :

$$\delta_{exc} = Nb \quad (III-4)$$

En ajoutant ici une dépendance à l'orientation cristallographique $[hkl]$ observée sur la figure (III-10) (non considérée dans [Ger96]), l'équation de Gerberich est étendue comme suit selon l'équation :

$$\delta_{exc} = N_{hkl}b \quad (III-5)$$

où N_{hkl} est un nombre de dislocations émises sous l'indent qui est relié à l'orientation du grain. Dans le cas d'une structure CFC, le vecteur de Burgers b d'une dislocation parfaite s'écrit : $b = a_{Ni}/2 \langle 110 \rangle$, i.e. son module est $b = a_{Ni}\sqrt{2}/2$, où a_{Ni} est le paramètre de maille. En prenant $a_{Ni} = 0,353$ nm pour le nickel pur, on obtient $b = 0,250$ nm. A partir de la connaissance de δ_{exc} déterminé expérimentalement par la courbe de nanoindentation (cf. les valeurs moyennes reportées dans le tableau (III-2)), il est alors possible d'estimer quantitativement N_{hkl} et de voir si ce nombre peut être relié ou non au S_{ind} . Les valeurs de N_{hkl} ainsi obtenues sont présentées dans le tableau (III-10) :

Orientation	δ_{exc} moyenne (nm)	N_{hkl}
D	14 ± 10	58 ± 10
B	15 ± 8	61 ± 8
A	16 ± 14	64 ± 14
C	18 ± 15	73 ± 15

Tableau (III-10) : Estimation du nombre de dislocations activées lors des essais de nanoindentation sur les grains A, B, C et D. Il est montré que ce nombre de dislocations noté dépend de l'orientation [hkl] du grain (calculs d'incertitudes présentés en annexe D).

Les valeurs obtenues pour N_{hkl} sont relativement proches de 50, ce qui est conforme à [Shi07]. En considérant que la totalité de la longueur d'un « pop-in » observé sur les courbes résultantes de nanoindentation correspond uniquement à l'activation de nouvelles dislocations (ce qui semble une hypothèse réaliste compte tenu que l'indent se comporte comme une source de dislocations une fois l'énergie d'activation franchie, (cf. [Zhu04]) et compte tenu du fait qu'il y a peu d'obstacles sur le plan de glissement activé à l'échelle du cristal), il est possible d'estimer le nombre de dislocations N_{hkl} générées par l'indentation parallèle à la direction [hkl]. Il est ici implicitement conjecturé que plus la longueur de l'excursion est grande, plus le nombre de dislocations activées est important. Dans notre cas, ce nombre varie en moyenne entre 60 et 70 en fonction de l'orientation cristallographique [hkl] comme reporté sur le tableau (III-10).

Afin d'étudier la possible corrélation entre N_{hkl} et le S_{ind} , le produit adimensionnel entre ces deux grandeurs est calculé, en fonction du grain indenté, dans le tableau (III-11).

Orientation [hkl]	N_{hkl}	S_{ind}	$N_{hkl} * S_{ind}$ (adimensionnel)
D	58 ± 10	0,31	18 ± 3
B	61 ± 8	0,30	18 ± 3
A	64 ± 14	0,29	18 ± 4
C	73 ± 15	0,26	19 ± 4

Tableau (III-11) : Calcul du produit longueur de « pop-in »/ facteur de Schmid d'indentation pour les grains A, B, C et D (calculs d'incertitudes présentés en annexe D).

Malgré les erreurs constatées sur les nombres de dislocations générées (N_{hkl}), il apparaît d'après le tableau (III-11) une bonne corrélation entre ce nombre et le S_{ind} . En effet, le produit $N_{hkl} * S_{ind}$ est quasi-constant (aux erreurs de mesure près) et caractérise un premier événement de type « pop-in » pour le nickel. Le tableau (III-11) indique clairement que lorsque le S_{ind} est grand, le nombre de dislocations émises est plus faible. Inversement, lorsque le S_{ind} est petit, un plus grand nombre de dislocations est activé au cours d'un même événement de type « pop-in ». Ceci semble logique du fait que l'activation apparaît dans ce cas à une plus forte charge critique F_c^{PI} (cf. figure (III-19)). Par analogie avec le moulin de Frank-Read pour un matériau à faible friction de réseau (comme le nickel), et à même densité de source de dislocations, il est plus facile d'activer un grand nombre de sources à plus forte charge lorsque ces sources sont assez distantes d'obstacles aux dislocations type joints de grains ou précipités (cf. [Nic05] [Esp06]). En effet, les premières dislocations se déplacent très vite dans le cristal (elles ne rencontrent pas ou peu d'obstacle) laissant place à l'émission de nouvelles dislocations activées à partir de la même source sous même charge critique F_c^{PI} .

Toutefois il faut garder à l'esprit que le tableau (III-11) indique un grand écart-type sur les longueurs de « pop-in » obtenues expérimentalement, entraînant une incertitude atteignant jusqu'à 90% sur le grain A par exemple. Ces erreurs sur les longueurs d'excursion se répercutent irrémédiablement sur le produit $N_{hkl} * S_{ind}$. Cette dispersion, bien qu'en partie due aux erreurs de mesure et à la précision de la machine, provient certainement de la présence de défauts dans la structure cristalline que l'on ne peut maîtriser. En effet, la présence du moindre défaut structurel modifie le champ de contrainte sous l'indent et est capable de modifier la dynamique des dislocations.

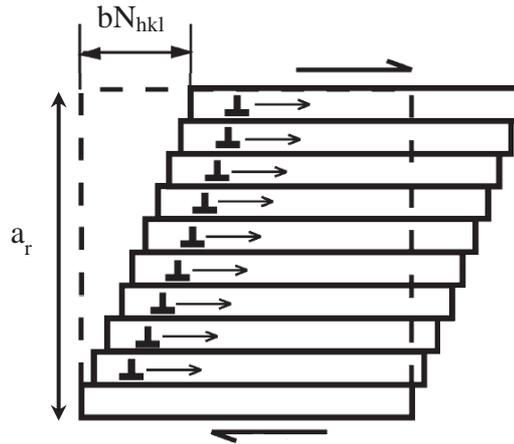


Figure (III-26) : Schéma représentant le domaine cisailé plastiquement sous l'indent et ses grandeurs caractéristiques.

En notant que le cisaillement plastique γ^p est proportionnel à δ_{exc}/a_r c'est à dire $\gamma^p = bN_{hkl}/a_r$, avec a_r une distance caractéristique associée à l'épaisseur du domaine cisailé plastiquement sous l'indent (cf. figure (III-26) et annexe E), le produit $W_p = \tau_c * \gamma^p$ définit le travail dissipé par les dislocations émises sur le système de glissement actif. D'après les équations (III-2) et (III-5) on a donc :

$$W_p = S_{ind} \left(\frac{6F_c^{PI} E_r^2}{\pi^3 R^2} \right)^{1/3} \frac{N_{hkl} b}{a_r} \quad (III-6)$$

III.3.4 Relation entre charge critique et longueur de « pop-in »

Plus généralement, il a été observé que la charge critique d'activation et la longueur de « pop-in » décroissent lorsque le facteur de Schmid d'indentation augmente, il est montré ici que ces deux grandeurs sont liées. Le tableau (III-12) présente les charges d'activation des « pop-ins » en fonction des longueurs des excursions.

Il semble ici clair que la longueur des « pop-ins » augmente avec la charge critique d'activation. Une telle relation a déjà été observée expérimentalement par Guicciardi et al. [Gui10] sur des céramiques polycristallines présentant une structure hexagonale. Les auteurs ont aussi remarqué que les indentations effectuées sur un même grain engendraient des charges et des longueurs de « pop-in » similaires.

Grain	F_c^{PI} moyenne (μN)	δ_{exc} moyenne (nm)
D	94	14,5
B	103	15
A	108	16
C	125	18

Tableau (III-12) : Charges critiques et longueurs moyennes de « pop-in » observées pour les grains A, B, C et D.

Les auteurs ont aussi montré qu'en reportant les charges de « pop-in » en fonction de la longueur de ces évènements sur un graphe, on obtient un nuage de points dont la moyenne est une droite croissante prenant son origine en $F_c^{PI} = 0$ et $\delta_{exc} = 0$. Chiu et al. [Chi02] ont observé sur un intermétallique de Ni_3Al qu'en interpolant la droite donnant la charge critique des excursions en déplacement en fonction de leur longueur en $\delta_{exc} = 0$, la droite intercepte l'axe des efforts en une valeur positive, suggérant qu'il existe un effort minimal à l'apparition de « pop-ins ». Les résultats de ces deux auteurs étant en contradiction, nous allons à présent nous intéresser à la relation $F_c^{PI} - \delta_{exc}$ obtenue à partir des résultats expérimentaux de cette étude sur le nickel pur.

La figure (III-27) représente les charges critiques d'activation moyennes en fonction des longueurs moyennes de « pop-in » obtenues pour les grains A, B, C et D.

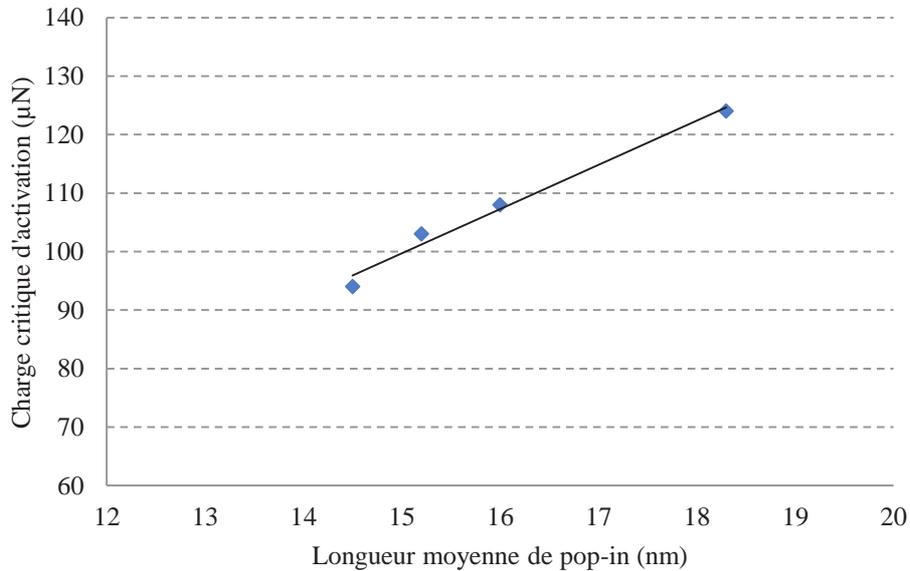


Figure (III-27) : Représentation graphique de la charge critique d'activation moyenne en fonction de la longueur moyenne de « pop-in ».

A l'erreur expérimentale près (probablement due au nombre de mesures), on obtient bien une relation linéaire entre la charge critique d'activation moyenne et la longueur

moyenne de « pop-in ». L'équation de cette droite, reportée sur la figure (III-27), est approximativement :

$$F_c^{PI} = K * \delta_{exc} - Q \quad (III-7)$$

Où $K = 13,6 \mu\text{N}/\text{nm}$ et $Q = 7,6 \mu\text{N}$. La droite formée par les points expérimentaux intercepte l'axe des abscisses en une valeur négative. Pour une charge critique d'activation nulle, on aurait donc une longueur moyenne de « pop-in » négative, ce qui n'a pas de sens physique. Représentons la pression normale critique p_{0c} correspondant à la charge critique F_c^{PI} en fonction de la longueur des excursions en déplacement δ_{exc} . La pression normale p_0 peut être reliée à l'effort appliqué F par l'équation suivante :

$$p_0 = \left(\frac{6FE_r^2}{\pi^3 R^2} \right)^{1/3} \quad (III-8)$$

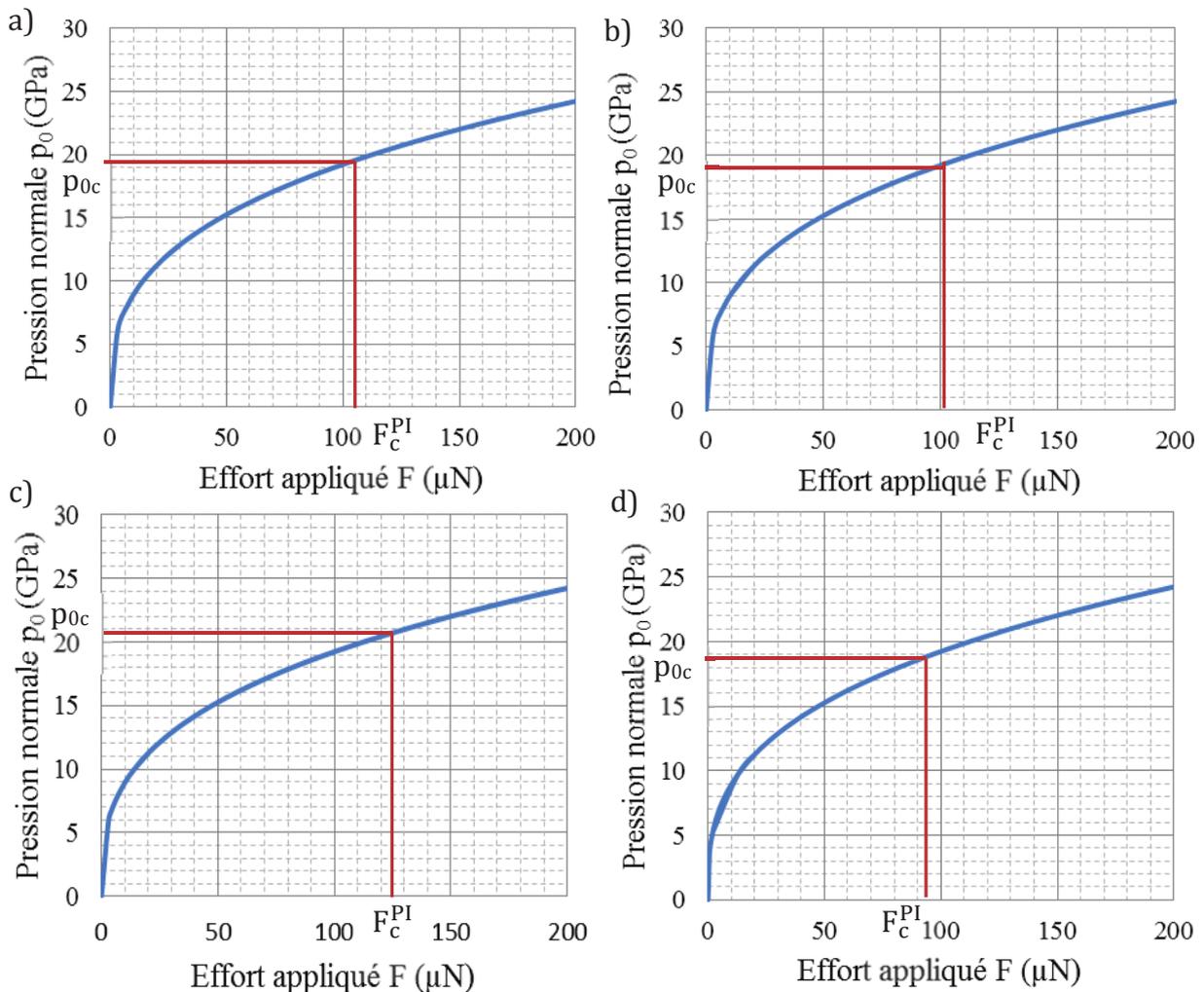


Figure (III-28) : Pression normale p_0 en fonction de l'effort appliqué F pour les 4 grains a) A, b) B, c) C et d) D.

La figure (III-28) représente la pression normale p_0 en fonction de l'effort appliqué F d'après l'équation (III-8) en prenant $R = 300$ nm et $E_r = 182,5$ GPa (valeur de E_r isotrope pour simplifier les démarches) pour les grains A, B, C et D.

En reportant la charge F_c^{PI} sur les courbes de la figure (III-28) il est possible de déterminer la pression normale critique p_{0c} correspondante.

Grain	A	B	C	D
F_c^{PI} (μ N)	108	103	125	94
p_{0c} (GPa)	19,5	19	21	18,5
δ_{exc} (nm)	16	15	18	14,5

Tableau (III-13) : Charge critique d'activation F_c^{PI} , pression normale critique p_{0c} et longueur de « pop-in » δ_{exc} des grains A, B, C et D.

Les valeurs de p_{0c} ainsi obtenues sont reportées dans le tableau (III-13) avec les valeurs de la charge critique F_c^{PI} et de la longueur de « pop-in » δ_{exc} correspondantes pour les grains A à D.

La figure (III-29) représente la pression normale critique en fonction de δ_{exc} .

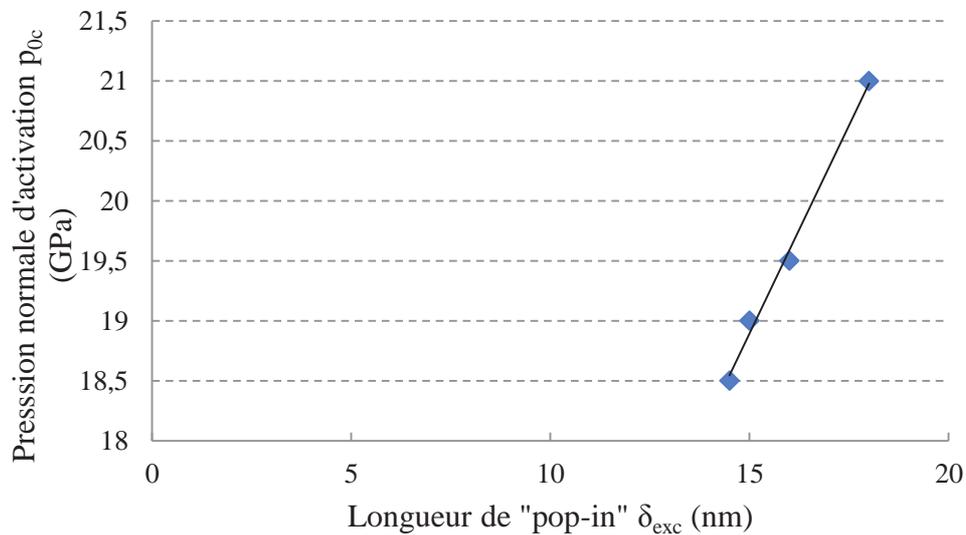


Figure (III-29) : Pression normale d'activation p_{0c} en fonction de la longueur de pop-in δ_{exc} pour les grains A, B, C et D.

Les points bleus de la figure (III-29), issus des essais de nanoindentation et de l'équation (III-8), forment une droite d'équation :

$$p_{0c} = K * \delta_{exc} + Q \quad (III-9)$$

Où $K = 0,7 \text{ GPa/nm}$ et $Q = 8,5 \text{ GPa}$. Cherchons maintenant une explication physique au coefficient K (Q étant difficile à exploiter physiquement). En multipliant l'équation (III-9) par le S_{ind} , on obtient :

$$\tau_c = p_{0c} * S_{ind} = K * S_{ind} * \delta_{exc} + Q * S_{ind} \quad (\text{III-10})$$

En invoquant la conservation d'énergie au cours du « pop-in » : $W = W_e + W_p$ décrit par exemple par Shibutani [Shi07] [Shi04], le premier terme de l'équation (III-9), i.e. $K * \delta_{exc}$ peut être relié au travail plastique W_p donné par l'équation (III-6). En effet, en utilisant les équations (III-6) et (III-8), on obtient :

$$W_p = S_{ind} * p_{0c} * \frac{\delta_{exc}}{a_r} \quad (\text{III-11})$$

Comme $W = \tau_c^2 / 2\mu$ on a d'après l'équation (III-11) et en utilisant la conservation d'énergie :

$$\frac{\tau_c^2}{2\mu} = \tau_c * \frac{\delta_{exc}}{a_r} + W_e \quad (\text{III-12})$$

Où μ est le module élastique de cisaillement. On obtient en simplifiant (III-12) par τ_c :

$$\tau_c = 2\mu \left(\frac{\delta_{exc}}{a_r} + \frac{W_e}{\tau_c} \right) \quad (\text{III-13})$$

On retrouve bien la forme d'équation obtenue expérimentalement (équation (III-10)) avec une justification physique du coefficient K égal à $K = 2\mu / (a_r * S_{ind})$.

III.4 Conclusions du chapitre

Les essais de nanoindentation réalisés sur différentes orientations d'un échantillon de nickel pur montrent un comportement initial élastique arrêté par l'apparition d'une excursion en déplacement. Associé à la présence d'un important déplacement résiduel après décharge complète, ce « pop-in » a été interprété comme témoignant de l'activation de plasticité dans le matériau indenté. Cette étude a montré que la longueur du premier « pop-in » est directement liée au nombre de dislocations générées par l'indentation, qui, lui, augmente avec la charge critique. L'apparition des « pop-ins » observés par nanoindentation du nickel est donc intrinsèquement liée à l'activation de la plasticité.

Le facteur de Schmid d'indentation caractérisant l'activation de la plasticité sous chargement de nanoindentation a été calculé sous hypothèse d'un matériau élastique

isotrope. Il a été montré que le S_{ind} varie en fonction de l'orientation cristallographique, de façon inversement proportionnelle aux charges critiques d'activation observées expérimentalement. D'ailleurs le calcul de la charge de « pop-in », réalisé à partir de la cission critique théorique anisotrope et du S_{ind} , rejoint les résultats expérimentaux. Une relation entre charge et longueur de « pop-in » a été établie, chaque point distinct du tracé $F_c = f(\delta_{exc})$ correspondant à une orientation donnée, montrant l'influence de la cristallographie sur ces deux grandeurs. D'après les calculs numériques, la position de l'activation de dislocations par rapport à l'indent dépend fortement de l'orientation du grain considéré de façon à ce que l'ensemble des positions possibles d'activation forme un parabolôïde de révolution. L'orientation cristallographique influe donc sur l'initiation de la plasticité, que ce soit en termes de charge critique d'activation, de nombre de dislocations générées, de système de glissement sollicité ou de position de l'activation.

Ce chapitre a, en premier lieu, permis de valider le programme présenté au chapitre II et la procédure de nanoindentation pour la détection d'évènements discrets de type « pop-in ». Le programme a été appliqué à l'activation de la plasticité dans des structures CFC et validé avec succès sur du nickel pur par comparaison de la distribution des facteurs de Schmid d'indentation dans un triangle inverse standard avec celle proposée par Li et al. [Li11]. Il a été montré que le code développé sous Simula+ permet non seulement de calculer le facteur de Schmid d'indentation, comme critère d'activation de la plasticité, mais aussi de prédire la position de l'activation et le premier système de glissement activé lors d'un chargement de nanoindentation.

La présence d'évènements de type « pop-in » lors de la charge et d'un important déplacement résiduel après décharge sur les courbes résultantes de nanoindentation témoignent de l'activation de la plasticité. Le régime élastique initial précédant l'apparition du « pop-in », généralement fitté par l'élasticité isotrope de Hertz, peut être modélisé de façon plus fidèle en considérant le module effectif (prenant en compte l'anisotropie élastique) calculé d'après les tables de Vlassak et Nix [Vla93][Vla94]. La cission théorique du nickel a été estimée sous hypothèses d'isotropie et d'anisotropie élastique, un bon accord a été trouvé entre la valeur de la cission théorique isotrope et la littérature [Shi08]. Une dépendance entre la cission théorique et l'orientation cristallographique a été observée de la même façon que Li et al. [Li11]. Il a été montré que la charge critique d'activation de plasticité, correspondant à la charge d'apparition

du « pop-in », et la longueur des excursions varient en fonction du facteur de Schmid d'indentation (et donc de l'orientation cristallographique), montrant une relation linéaire justifiée physiquement entre charge critique d'activation et longueur de « pop-in ». Des estimations du nombre de dislocations émises en fonction de l'orientation ont été reportées et sont en accord avec des données de la littérature sur Cu et Al [Shi04] [Shi07].

IV. Etude expérimentale et numérique de la transformation de phase dans les AMF par nanoindentation: cas du CuAlBe

Appliquée aux AMF superélastiques la nanoindentation permet d'étudier le comportement thermomécanique de ces alliages à l'échelle nanométrique [San11] [Moy99]. Une attention particulière est portée sur la caractérisation de la transformation martensitique par indentation instrumentée, laquelle est généralement réalisée sur des alliages de nickel-titane (communément appelés NiTi) [Mui06] [Arc09] [Zha07]. Quelques études ont aussi été réalisées sur du CuAlNi superélastique [Cro07] [Zha06]. Cette transformation de phase complètement réversible est caractérisée sur la courbe de nanoindentation par l'apparition d'excursions en déplacement durant la charge (« pop-in ») et pendant la décharge (« pop-out ») et par un déplacement résiduel nul après décharge. Frick et al. [Fri06] ont observé par nanoindentation des événements discrets caractérisant la transformation de phase sur des alliages de NiTi présentant des comportements superélastique et mémoire de forme. Les auteurs ont montré que la détection de tels mécanismes par indentation instrumentée est très délicate dû à la faible longueur des excursions et aux faibles charges auxquelles ces événements apparaissent. C'est pourquoi dans le présent travail la procédure de détection de « pop-in » par nanoindentation a en premier lieu été validée sur le cas de l'activation de la plasticité dans le nickel (chapitre III). Dans ce chapitre l'accent est mis sur l'étude de couples « pop-in »/« pop-out » associés à un événement réversible de type superélastique.

Bien que la transformation martensitique ait été étudiée expérimentalement à l'échelle nanométrique, peu d'efforts ont été faits pour développer un critère d'activation permettant la compréhension de ce mécanisme sous chargement de nanoindentation. Pfetzinger-Micklich et al. [Pfe13] ont étudié, par dynamique moléculaire, l'influence sous l'indent de l'orientation cristallographique sur la transformation martensitique dans des alliages de NiTi. Les auteurs ont montré que les courbes de dureté/profondeur d'indentation peuvent être corrélées avec le volume de martensite sous l'indent, dépendant de l'orientation du cristal. Cependant Pfetzinger-Micklich et al. n'ont pas étudié l'apparition d'événements de type « pop-in » et « pop-out » à faibles charges. La présente étude se concentre sur un nouveau critère que nous avons détaillé au chapitre II et dénommé « critère de Patel-Cohen d'indentation » (pour faire écho au facteur de Schmid

d'indentation en plasticité par glissement dans les métaux). Ce critère prédit l'activation de la première variante de martensite sous l'indent en fonction de l'orientation cristallographique. Il est basé sur une approche thermo-micromécanique continue et sur la théorie du contact élastique de Hertz.

L'objectif de ce chapitre est de mettre en évidence les mécanismes discrets de la transformation de phase à l'échelle nanométrique et d'étudier l'influence de l'orientation cristallographique de grains initialement à l'état austénitique sur la formation de plaquettes de martensite à cette échelle via le facteur de Patel-Cohen d'indentation introduit par l'équation (II-74). La première partie de ce chapitre présente la démarche de sélection du matériau étudié, les caractéristiques de ce matériau et la caractérisation de l'échantillon. Une seconde partie expose la procédure expérimentale développée pour l'observation d'évènements de type « pop-in » et « pop-out » puis présente les résultats issus des essais de nanoindentation. Ces résultats expérimentaux sont ensuite analysés et discutés à la lumière de la théorie élastique de Hertz et du critère de Patel-Cohen développé précédemment.

IV.1. Matériau étudié

IV.1.1. Choix du matériau

Les alliages de nickel-titane sont les AMF les plus étudiés en nanoindentation du fait de leur large gamme d'applications industrielles [Lag08]. Cependant les alliages de NiTi ne sont pas les meilleurs candidats pour étudier la transformation martensitique à l'échelle nanométrique. En effet, dans ces alliages, la transition de phase est généralement couplée à de la plasticité [Ma05], il est alors difficile de dissocier les effets d'un mécanisme inélastique de l'autre. Dans cette étude, le choix du matériau s'est donc porté sur du CuAlBe plutôt que sur du NiTi. Cet alliage à base cuivre a été sélectionné pour deux raisons : sa taille de grain millimétrique et la présence de béryllium dans la matrice. La large taille de grain présentée par les alliages de CuAlBe (en comparaison des alliages de NiTi) permet de réaliser des séquences extensives d'essais de nanoindentation sur un seul grain tout en considérant le grain étudié comme un monocristal, à condition d'effectuer l'indentation à une distance suffisante du joint de grain. L'addition de béryllium dans les sites interstitiels de la solution solide durcit la

matrice et augmente la limite élastique de la phase mère, favorisant ainsi le mécanisme de la transformation de phase par rapport à l'activation de la plasticité [Kao06a].

IV.1.2. Caractéristiques de l'alliage CuAlBe

Il a été discuté au chapitre II que les AMF tirent leurs propriétés d'une transformation de phase complètement réversible. La transformation martensitique subie par le CuAlBe est une transition de phase entre une structure d'austénite cubique et une structure de martensite 9R (orthorhombique) [Mor98]. Les structures cristallographiques de ces deux phases sont représentées sur la figure (IV-1).

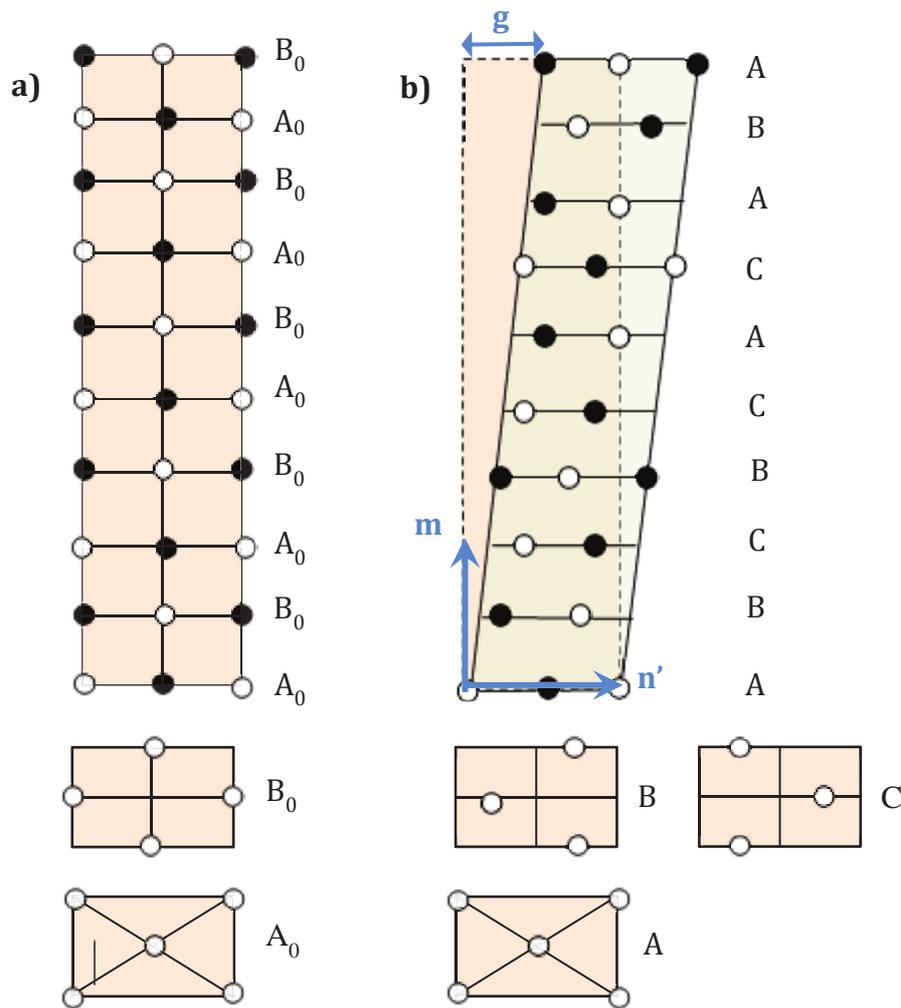


Figure (IV-1) : Cristallographie de la transformation martensitique du monocristal CuAlBe : passage d'une a) structure cubique à b) une structure orthorhombique 9R.

La phase fille peut apparaître sous la forme de 24 variantes caractérisées par la normale au plan d'habitat n' , la direction de transformation m et l'amplitude du déplacement g (cf. figures (IV-1) et (IV-2)). Ces paramètres peuvent être calculés en adaptant la théorie

de Wechsler-Lieberman-Read [Wec53] à la transformation martensitique du CuAlBe [DeV78].

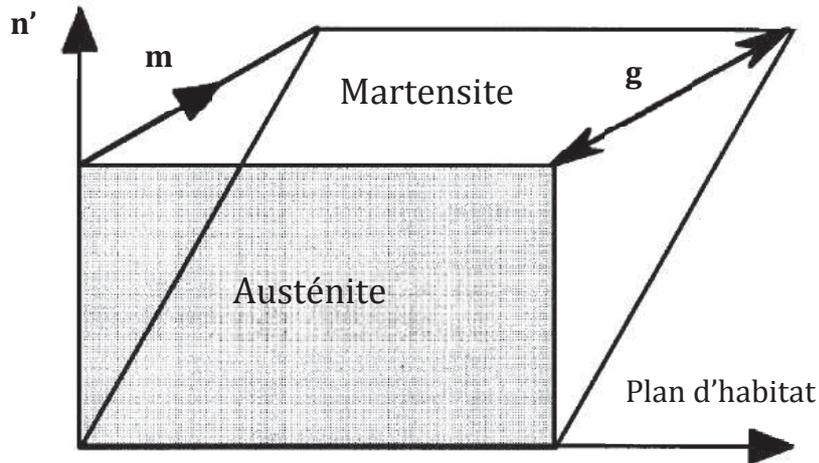


Figure (IV-2) : Représentation schématique de la transformation austénite-martensite.

Les valeurs utilisées dans cette étude pour n' , m et g sont celles proposées par Siredey et al. [Sir99], reportées dans le tableau (IV-1) :

Amplitude du déplacement g	Normale au plan d'habitat n'			Direction de transformation m		
	a_n	b_n	c_n	a_m	b_m	c_m
0,22	0,168	0,688	0,705	0,121	0,678	0,725

Tableau (IV-1) : Valeurs de l'amplitude du déplacement g , des composantes de la normale au plan d'habitat n' et de la direction de transformation m d'après [Sir99].

Et le tableau (IV-2) présente les vecteurs unitaires n' et m pour les 24 variantes (v) du CuAlBe, toujours d'après Siredey et al. [Sir99].

Variante (v)	Normale au plan d'habitat n'			Direction de transformation m		
1	- a _n	b _n	c _n	- a _m	- c _m	b _m
2	- a _n	c _n	b _n	- a _m	b _m	- c _m
3	a _n	b _n	c _n	a _m	- c _m	b _m
4	a _n	c _n	b _n	a _m	b _m	- c _m
5	- b _n	- a _n	c _n	c _m	- a _m	b _m
6	- c _n	- a _n	b _n	- b _m	- a _m	- c _m
7	- b _n	a _n	c _n	c _m	a _m	b _m
8	- c _n	a _n	b _n	- b _m	a _m	- c _m
9	- a _n	- b _n	c _n	- a _m	c _m	b _m
10	-a _n	- c _n	b _n	- a _m	- b _m	- c _m
11	a _n	- b _n	c _n	a _m	c _m	b _m
12	a _n	- c _n	b _n	a _m	- b _m	- c _m
13	c _n	- a _n	b _n	b _m	-a _m	- c _m
14	b _n	- a _n	c _n	- c _m	-a _m	b _m
15	c _n	a _n	b _n	b _m	a _m	- c _m
16	b _n	a _n	c _n	- c _m	a _m	b _m
17	b _n	- c _n	a _n	- c _m	- b _m	a _m
18	c _n	- b _n	a _n	b _m	c _m	a _m
19	- b _n	c _n	a _n	c _m	b _m	a _m
20	- c _n	b _n	a _n	- b _m	- c _m	a _m
21	- c _n	- b _n	a _n	- b _m	c _m	a _m
22	- b _n	- c _n	a _n	c _m	- b _m	a _m
23	c _n	b _n	a _n	b _m	- c _m	a _m
24	b _n	c _n	a _n	- c _m	b _m	a _m

Tableau (IV-2) : Vecteurs unitaires n' et m des 24 variantes (v) du CuAlBe [Sir99].

La figure (IV-3) représente des courbes de traction macroscopique d'échantillons de CuAlBe monocristallin et polycristallin présentant un comportement superélastique. On y observe que la réponse initiale du matériau à l'application d'une contrainte est une droite correspondant au comportement élastique linéaire de l'austénite. Lorsque la contrainte appliquée atteint une contrainte seuil, un plateau apparaît. La transition entre la pente élastique et le plateau correspond à l'initiation de la transformation martensitique, autrement dit, à la formation des premières plaquettes de martensite. Le plateau correspond ensuite à la propagation de la transformation induisant une importante déformation inélastique du matériau. Si le chargement est maintenu une fois la transformation de phase achevée, autrement dit une fois que l'échantillon est complètement dans l'état martensitique (figure (IV-3a)), une nouvelle pente linéaire est observée, indiquant le chargement élastique de la martensite nouvellement formée. Cette pente n'apparaît pas si la phase de charge est interrompue avant la transformation

complète de l'échantillon (figure (IV-3b)). Dans tous les cas le relâchement de la contrainte conduit à la formation d'un plateau de même pente que celui apparu lors de la charge. Ce plateau correspond à la transformation inverse de la martensite nouvellement formée en austénite et forme, avec le plateau de charge, une hystérésis de contrainte associée à la dissipation d'énergie due à la transformation de phase [Che11]. Une fois le matériau revenu à l'état initial austénitique, le plateau rejoint la pente élastique de l'austénite via une nouvelle phase de transition correspondant à la transformation inverse des dernières plaquettes de martensite. Aucune déformation résiduelle n'est alors observée une fois la décharge achevée.

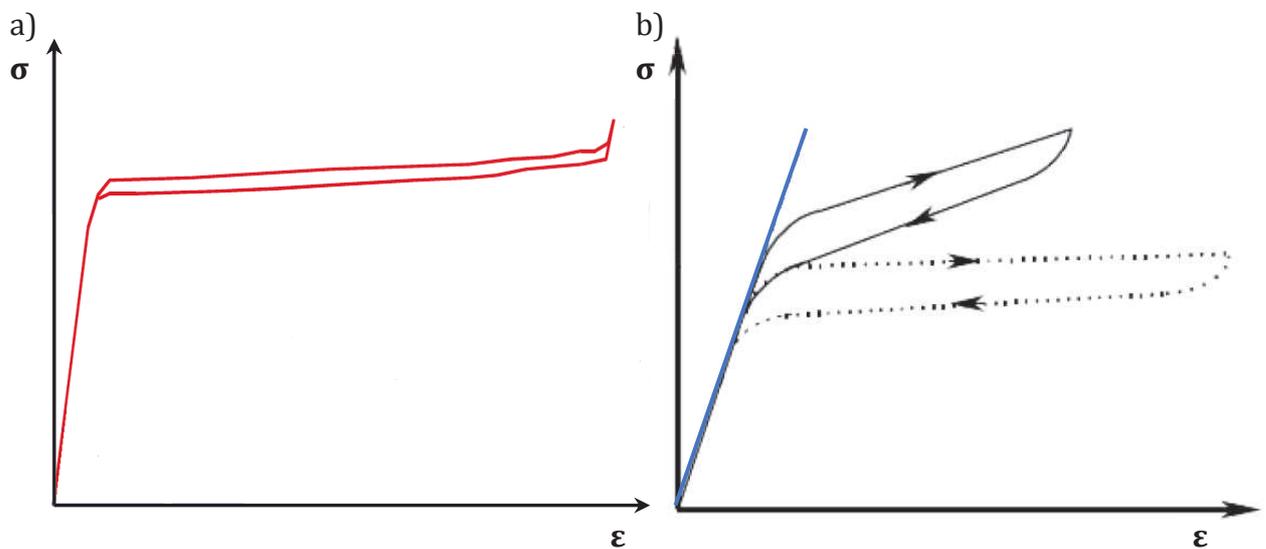


Figure (IV-3) : a) Courbe de traction d'un échantillon monocristallin de CuAlBe superélastique et b) superposition des courbes de traction d'un CuAlBe polycristallin (trait plein) et d'un CuAlBe monocristallin (pointillés) présentant tous deux un comportement superélastique.

Les comportements superélastiques des éprouvettes monocristallines et polycristallines, observé sur la figure (IV-3), diffèrent fortement, notamment dans la pente du plateau. Celle-ci est très faible pour les monocristaux et plus marquée pour les polycristaux. De plus la déformation maximale atteinte par un échantillon polycristallin est inférieure à celle obtenue pour un monocristal de CuAlBe. En effet, dans le cas du monocristal une faible contrainte suffit à activer la variante la mieux orientée et à propager la transformation, induisant ainsi de fortes déformations de transformation pouvant atteindre jusqu'à 10% pour le CuAlBe [Ent96]. Dans le cas d'un polycristal, il est possible de définir une variante bien orientée pour chacun des grains de l'éprouvette. Cependant la présence de joints de grains gêne la propagation de la transformation, engendrant un champ de contrainte intragranulaire. De plus, la forte anisotropie

élastique du CuAlBe est à l'origine d'importantes contraintes d'incompatibilités inter-granulaires. La superposition de ces champs de contraintes internes à la contrainte macroscopique peut induire l'activation de variantes moins bien orientées par rapport à la contrainte appliquée. Des variantes d'orientations différentes peuvent ainsi coexister au sein d'un même grain générant des incompatibilités de déformations et deviennent donc à leur tour source de contraintes internes [Kro81]. Les interactions intragranulaires et intergranulaires ainsi que l'activation de différentes variantes au cours de la transformation d'un polycristal conduisent à une déformation de transformation inférieure à celle du monocristal (entre 3 et 5 %) et à une différence de la pente caractéristique du plateau de transformation [Mal08].

IV.1.3. Echantillon étudié

L'échantillon considéré dans cette étude est une plaque de CuAlBe AH38 polycristallin de composition (Cu-12%Al-0,5%Be, pourcentages massiques). Les températures de transformation de cet alliage ont été déterminées par DSC (« Differential Scanning Calorimetry » en anglais), la courbe obtenue est présentée sur la figure (IV-4).

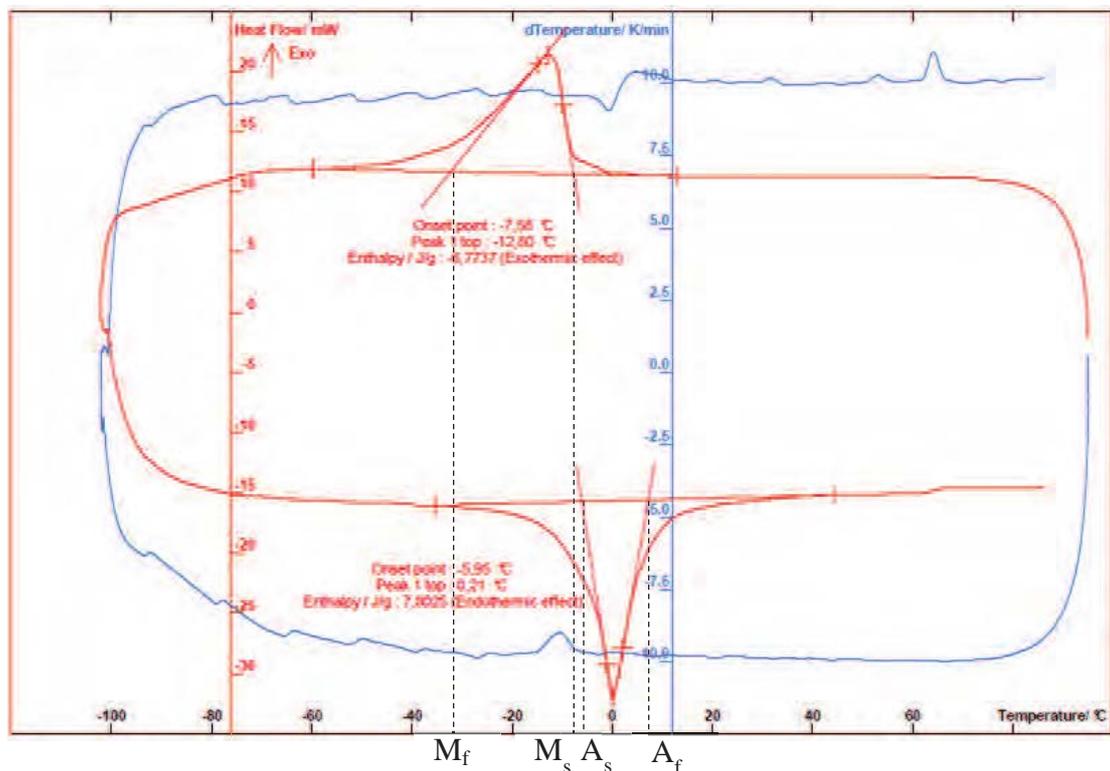


Figure (IV-4) : Courbe obtenue par DSC de l'échantillon de CuAlBe.

En estimant l'incertitude de mesure à 3°C, on obtient les températures de transformation suivantes : $M_s = -10 \pm 3^\circ\text{C}$, $M_f = -32 \pm 3^\circ\text{C}$, $A_s = -4 \pm 3^\circ\text{C}$ et

$A_f = 6 \pm 3^\circ\text{C}$ (respectivement températures de début et de fin de transformation martensitique et températures de début et de fin de transformation austénitique). L'échantillon est initialement à l'état austénitique (structure CFC) à température ambiante et présente un comportement superélastique. Un recuit de quelques minutes à 750°C a été réalisé afin de relaxer les contraintes internes ainsi que la martensite résiduelle. Les dimensions de l'échantillon sont reportées dans le tableau (IV-3).

Largeur (mm)	Longueur (mm)	Epaisseur (mm)
17	36	4,5

Tableau (IV-3) : Dimensions de l'échantillon de CuAlBe étudié.

La figure (IV-5) est une cartographie EBSD (« Electron BackScatter Diffraction » en anglais) réalisée à l'aide d'un microscope électronique à balayage de type tungstène JEOL 6490.

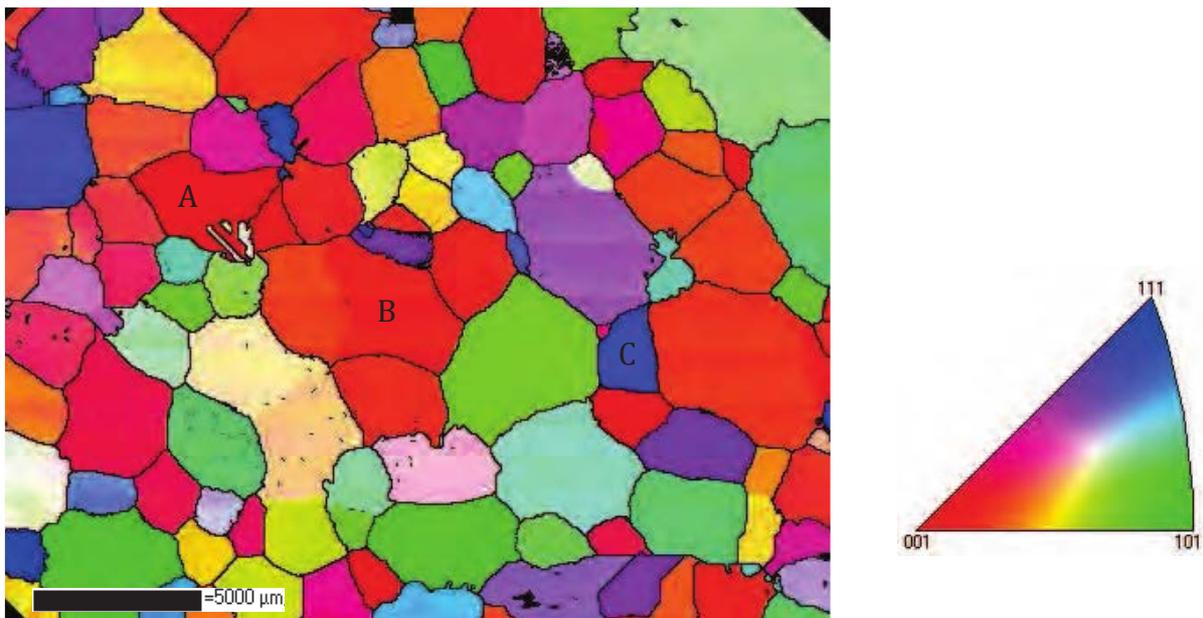


Figure (IV-5) : Cartographie EBSD de l'échantillon de CuAlBe. Le jeu de couleurs utilisé pour les orientations des grains se réfère au triangle inverse standard à droite de la cartographie.

Dû à l'importante taille de grains de l'échantillon plusieurs images ont été réalisées afin de balayer un nombre de grains suffisant pour l'étude. Cette cartographie est donc un assemblage de plus de 140 images. Le pas utilisé pour chacune des cartographies était de $50\ \mu\text{m}$ et le taux d'indexation obtenu est de 70%. Les données ont été traitées avec le logiciel CHANNEL-5, version 5.10, et montrent de très faibles désorientations intragranulaires initiales, avant nanoindentation. La répartition de l'orientation des

grains de l'échantillon sur les figures de pôles des plans (100), (110) et (111) est représentée sur la figure (IV-6).

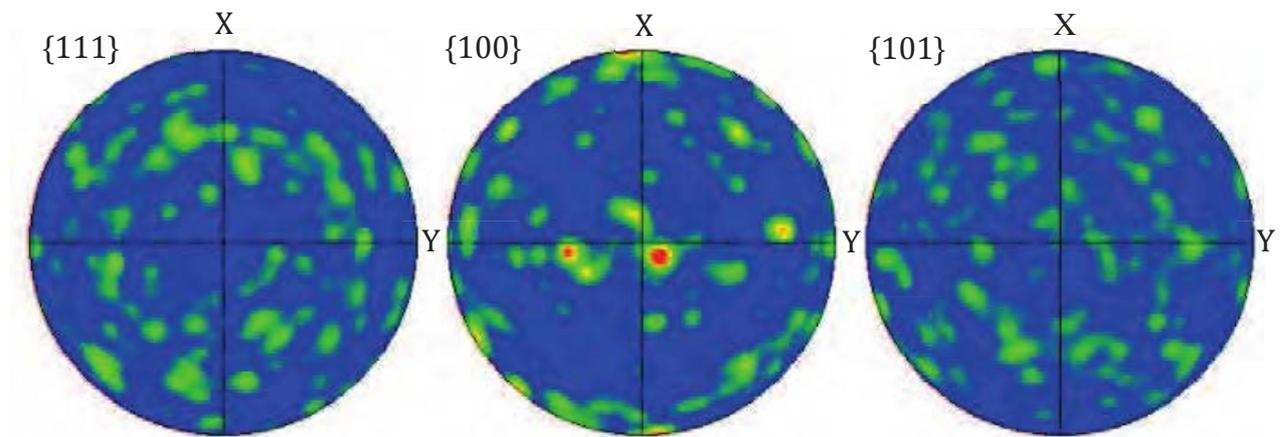


Figure (IV-6) : Figures de pôle représentant la répartition des orientations de l'échantillon de CuAlBe sur les plans a) (111), b) (100) et c) (101).

La taille moyenne des grains de l'échantillon de CuAlBe est d'environ 1 mm, ce qui est suffisamment large pour considérer le grain indenté comme un monocristal.

IV.1.4. Choix des grains indentés

Trois grains ont été choisis pour cette étude, deux grains A et B d'orientation proche de [001] et un grain C présentant une orientation cristallographique proche de [111]. La répartition de ces grains est représentée sur une figure de pôles inverse (figure (IV-7)).

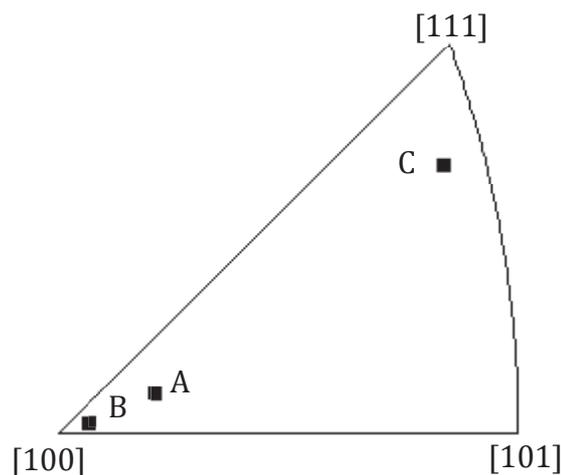


Figure (IV-7) : Représentation des grains A, B et C dans une figure de pôles inverse.

La position des grains sélectionnés a été représentée sur la figure (IV-5) sur la cartographie EBSD.

Les angles d'Euler des grains A, B, et C sont reportés dans le tableau (IV-4).

Grain	Angles d'Euler
A (orientation proche de [001])	(49°, 10°, 67°)
B (orientation proche de [001])	(49°, 3°, 18°)
C (orientation proche de [111])	(133°, 46°, 35°)

Tableau (IV-4) : Angles d'Euler caractéristiques des grains A, B, et C.

IV.2. Essais de nanoindentation

IV.2.1. Protocole expérimental

Il a été mentionné au chapitre I que la détection par nanoindentation de la transformation martensitique dans un cristal d'AMF est une opération très délicate. C'est pourquoi elle nécessite un protocole expérimental rigoureux ainsi que des conditions d'essais bien établies et répétables. Nous détaillerons les différentes étapes de la préparation de surface avant de présenter les conditions des essais de nanoindentation.

IV.2.1.1. Préparation de surface

La détection des prémices de la transformation martensitique par nanoindentation requiert une profondeur maximale d'indentation de l'ordre de la dizaine de nanomètres. L'état de surface de l'échantillon doit donc présenter une très faible rugosité (cf. paragraphe I.1.3.6). L'échantillon a donc tout d'abord été poli mécaniquement avec du papier abrasif de grains 1200, 2400 et 4000 avant d'être poli sur des disques de feutre à l'aide de solutions diamantées 6 μm , 3 μm et 1 μm . Chaque étape du polissage a été précédée d'un nettoyage de la surface de l'échantillon à l'eau déminéralisée puis à l'éthanol suivi d'un séchage par air pulsé. Afin de supprimer la couche écrouie par le polissage mécanique, un électropolissage vient clore la préparation de surface. L'échantillon est alors plongé à trois reprises pendant 20 s dans une solution de D31 sous un voltage DC de 20 V. La solution électrolytique utilisée (D31) est un mélange d'éthanol et d'acide orthophosphorique ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ (25 mL) + H_3PO_4 (25 mL) + H_2O).

L'échantillon est ensuite rincé à l'eau déminéralisée puis à l'éthanol avant d'être séché par air pulsé. La rugosité après polissage électrolytique a été estimée par mesures AFM (Atomic Force Microscopy) à $1 \pm 0,5$ nm (cf. figure (IV-8)).

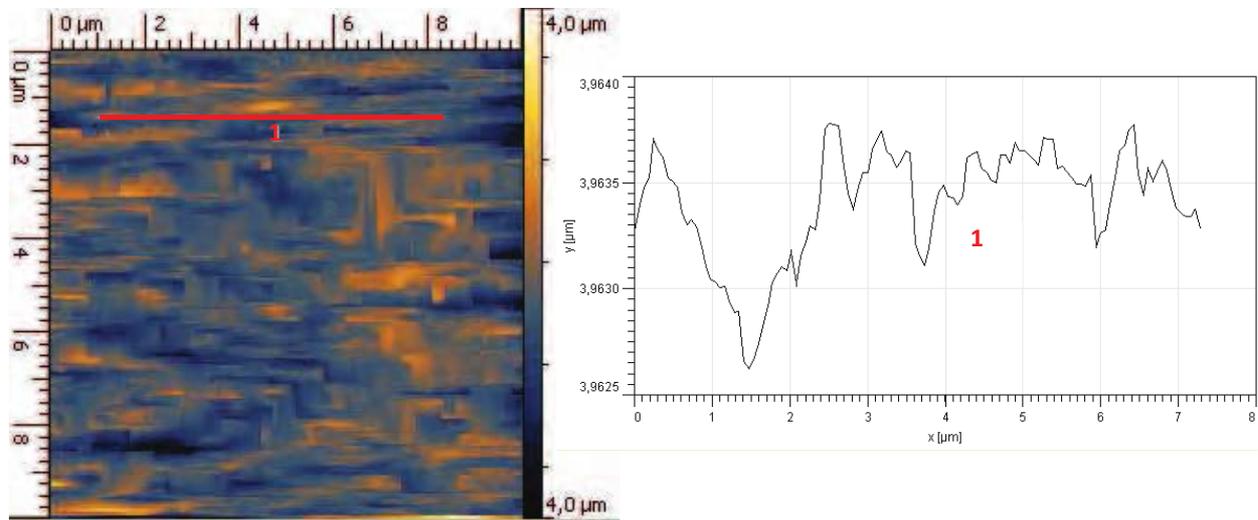


Figure (IV-8) : Exemple de mesure AFM et de profil extrait grâce au logiciel SisScan Panel.

IV.2.1.2. Conditions d'essais

Les essais de nanoindentation ont ensuite été réalisés sur la plateforme de nanoindentation CSM Instruments décrite au chapitre III. L'éprouvette de CuAlBe étant suffisamment massive elle a été placée directement dans les mors du système de fixation de la plateforme. Afin de minimiser la formation d'une éventuelle couche d'oxyde qui perturberait les résultats, les essais de nanoindentation ont été réalisés directement après électropolissage. Ces essais ont été contrôlés en effort, avec une charge appliquée F et un taux de charge et de décharge constant. La transformation martensitique étant exothermique dans le sens direct et endothermique dans le sens inverse, il est nécessaire de laisser le temps à l'équilibre thermique de s'installer une fois la plaquette de martensite formée (ou désactivée). Le taux de chargement a ainsi été fixé à une valeur plus faible que dans le chapitre III. Afin d'observer les excursions en déplacement, les essais ont été contrôlés en effort avec un taux de charge et de décharge $\dot{F}/F = 0,02 \text{ s}^{-1}$ constant. La vitesse d'approche de l'indent et la fréquence d'acquisition ont été respectivement fixées à 200 nm/min et à 10 Hz. Afin d'obtenir une détection de surface optimale, la vitesse d'approche a été réduite par rapport à celle utilisée pour les essais sur le nickel (cf. chapitre III). L'indent utilisé pour les essais est un indent Berkovich présentant un rayon de pointe de $1 \pm 0,3$ μm (cf. annexe C). Ce

rayon de pointe a été mesuré par AFM et en suivant le protocole de calibration fourni par le constructeur du nanoindenteur (CSM Instruments).

Le comportement superélastique du CuAlBe, caractérisé par l'absence de déplacement résiduel après décharge sur les courbes de nanoindentation, permet de réaliser plusieurs indentations sur le même emplacement tout en considérant chaque indentation indépendamment des autres. Les séquences de chargement de l'AMF ont donc été composées de 4 cycles de charge-décharge (cf. figure (IV-9)). La charge minimale n'a pas été fixée à zéro, mais à $2 \mu\text{N}$ afin de maintenir le contact entre l'indent et la surface de l'échantillon.

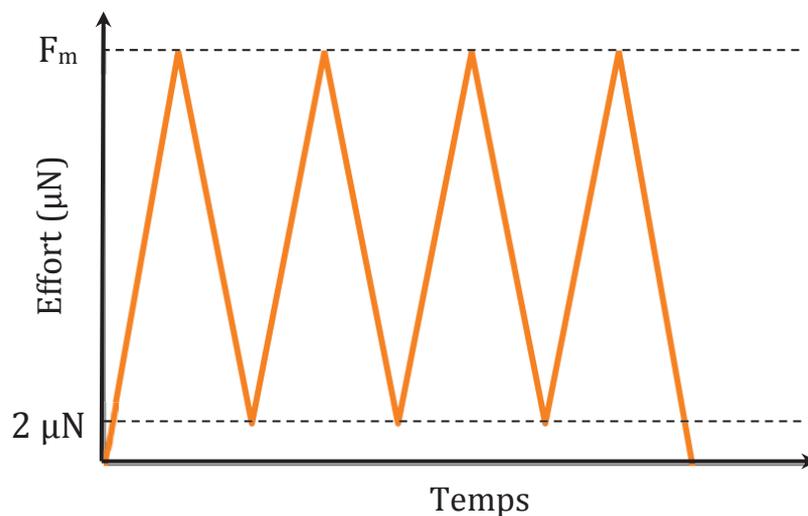


Figure (IV-9) : Représentation schématique de la procédure à 4 cycles de charge-décharge : effort en fonction du temps.

Il a été observé sur les alliages de nickel-titane que les « pop-ins » liés à la transformation martensitique apparaissent à très faibles charges ($< 80 \mu\text{N}$) [Ma05]. De plus, des essais de nanoindentation menés sur du CuAlNi, un autre AMF à base-cuivre, ont montré que les « pop-ins » dus à la transformation martensitique se produisent à un effort appliqué d'environ $300 \mu\text{N}$ [San12]. La charge maximale a donc initialement été fixée à $100 \mu\text{N}$ pour les grains A et B et à une plus grande valeur ($500 \mu\text{N}$) pour les essais de nanoindentation opérés sur le grain C.

Chaque séquence d'indentation a été opérée à une distance suffisante du joint de grain afin d'éviter toute interaction entre le champ de contrainte généré par l'indentation et les contraintes d'incompatibilité élastique associées à la présence du joint de grain. Une distance de $10 \mu\text{m}$ a été respectée entre chaque séquence d'indentation pour éviter toute

interaction avec les contraintes d'incompatibilité générées lors du perçage de la couche d'oxyde. Cette distance est inférieure à celle définie au chapitre III pour les essais menés sur le nickel. En effet l'effort appliqué étant plus faible, la zone affectée par le chargement est donc moins étendue permettant ainsi de limiter l'espacement entre les indentations.

IV.2.2. Résultats expérimentaux

Les essais de nanoindentation ont été menés selon la procédure décrite précédemment. On obtient la courbe force-déplacement résultant du cyclage présenté sur la figure (IV-9). Les quatre cycles sont alors représentés consécutivement, comme montré sur la figure (IV-10) sur l'exemple du grain A. Les courbes brutes des grains B et C sont présentées en annexe F.

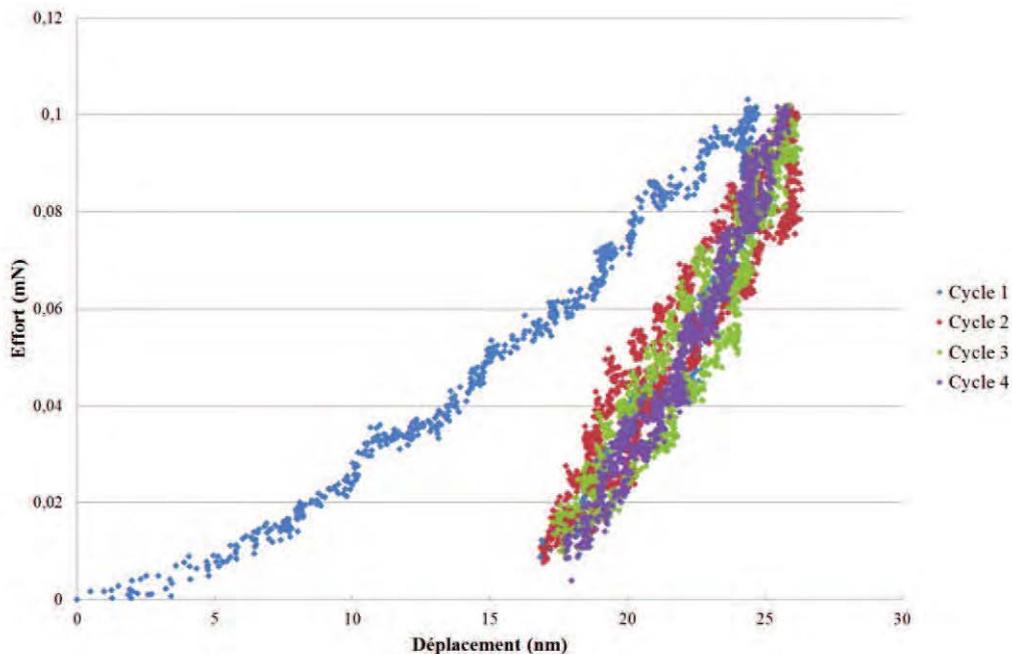


Figure (IV-10) : Courbe force-déplacement résultant des 4 cycles de charge-décharge opérés sur le grain A, les quatre cycles sont représentés de différentes couleurs : Cycle1 : bleu, Cycle 2 : rouge, Cycle3 : vert et Cycle 4 : mauve.

Le premier cycle montre un important déplacement résiduel (ce qui a été observé lors de tous les essais) alors que les trois cycles suivants se superposent. Ce déplacement résiduel observé sur le premier cycle est attribué au perçage de la couche d'oxyde par l'indent. En effet, les cartographies de nanoindentation pouvant durer plusieurs heures, une fine oxydation de la surface peut apparaître lors de l'essai. Le premier des 4 cycles n'a donc jamais été considéré dans l'étude, car présentant un déplacement résiduel relativement important. Chacun des trois cycles suivants a ensuite été tracé séparément

afin de visualiser plus clairement son comportement. Nous recherchons des courbes présentant une première pente quasi-parabolique, d'évidentes excursions en déplacement durant la charge et la décharge et un déplacement résiduel nul ou quasi-nul. Le quatrième cycle de l'exemple présenté sur la figure (IV-10) montre de telles caractéristiques (cf. figure (IV-11)). Dans le cas de la figure (IV-10) les décharges n'ont pas atteint la consigne de $2 \mu\text{N}$ mais se sont arrêtées aux environs de $10 \mu\text{N}$, probablement dû à un problème de détection du contact. Ce décalage en charge a été conservé pour la courbe du quatrième cycle (figure (IV-11)), car déplacer la courbe de façon à ce que le cycle commence à charge et déplacement nul négligerait le tronçon manquant et nuirait à l'identification de la pente élastique de Hertz décrite dans la section IV.3.1.

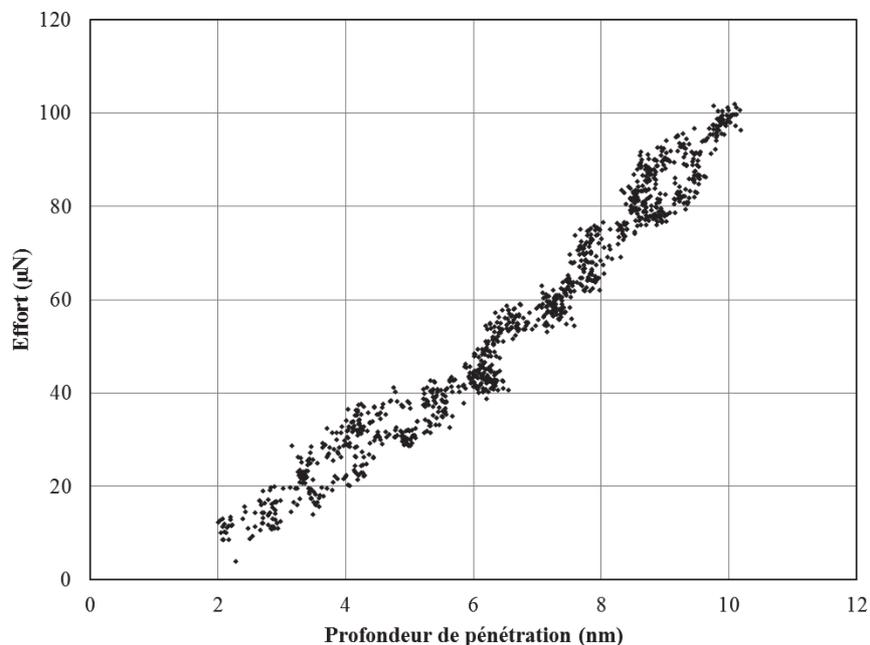


Figure (IV-11) : Courbe effort-déplacement du cycle 4, extrait de la figure (IV-10), grain A.

La dispersion des points expérimentaux nuit à la lisibilité de la courbe, notamment à l'observation des excursions en déplacement, les courbes expérimentales sélectionnées ont donc été lissées de façon à pouvoir représenter la réponse du matériau par une ligne claire et non par un nuage de points (cf. figure (IV-12)). Le programme de lissage utilisé est donné en annexe (cf. annexe G) et le coefficient de lissage utilisé est de 40 pour le grain A, de 200 pour le grain B et de 100 pour le grain C. La figure (IV-12) représente les courbes de nanoindentation lissées des grains A, B et C de l'échantillon de CuAlBe superélastique.

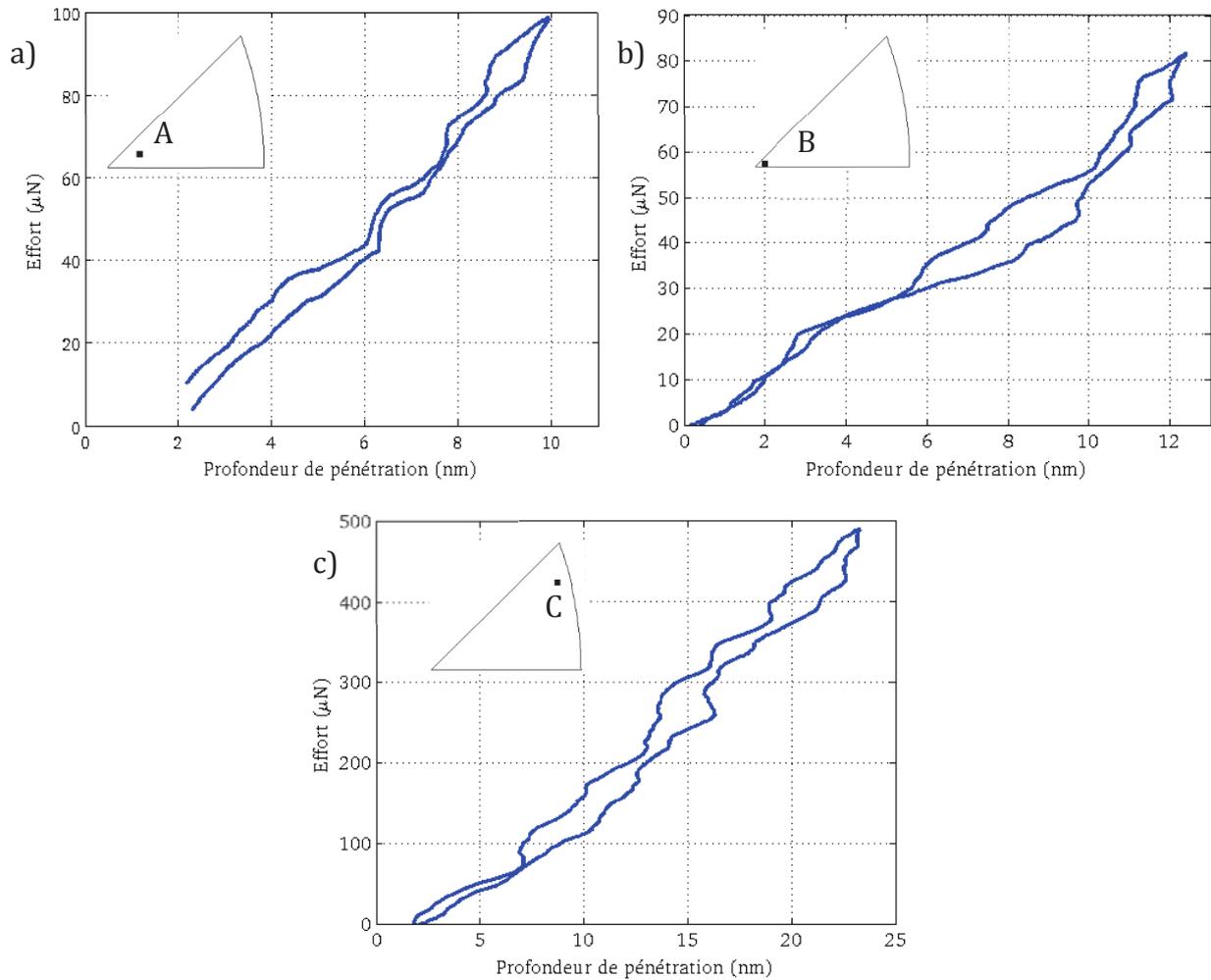


Figure (IV-12) : Courbes effort-pénétration résultant de tests de nanoindentation menés sur un échantillon de CuAlBe superélastique sur les grains a) A , b) B and c) C.

La charge maximale atteinte par la courbe sélectionnée pour le grain B (figure (IV-12b)) est de 80 μN au lieu des 100 μN décrits par la consigne. Encore une fois, ce décalage provient très probablement de difficultés dans la détection du contact. En effet, il faut noter qu'une consigne de 100 μN correspond à la limite inférieure de la gamme d'efforts applicables de la machine de nanoindentation (cf. chapitre 3).

Les trois courbes de la figure (IV-12), bien que réalisées sur des grains d'orientations différentes, commencent toutes par un chargement initial proche d'une parabole arrêté par une première excursion en déplacement. D'autres « pop-ins » apparaissent ensuite lors de la charge, et la décharge montre plusieurs excursions en déplacement (dénommées « pop-out »). La profondeur de pénétration à la fin de la décharge est quasiment nulle pour le grain A (environ 0,5 nm) et égale à zéro pour les grains B et C. La fin de la courbe de décharge rejoint alors le début de la courbe de charge, comme ce que l'on observe sur

une courbe typique de traction d'un CuAlBe superélastique à l'échelle macroscopique (cf. figure (IV-2)).

La figure (IV-13) reprend les courbes de nanoindentation de la figure (IV-12) en mettant en évidence les excursions en déplacement durant la charge et la décharge. Pour les grains A et B, quatre « pop-ins » sont observés durant la charge et quatre « pop-outs » durant la décharge. Pour le grain C, sept « pop-ins » apparaissent pendant la charge et autant de « pop-outs » sont observés durant la phase de décharge.

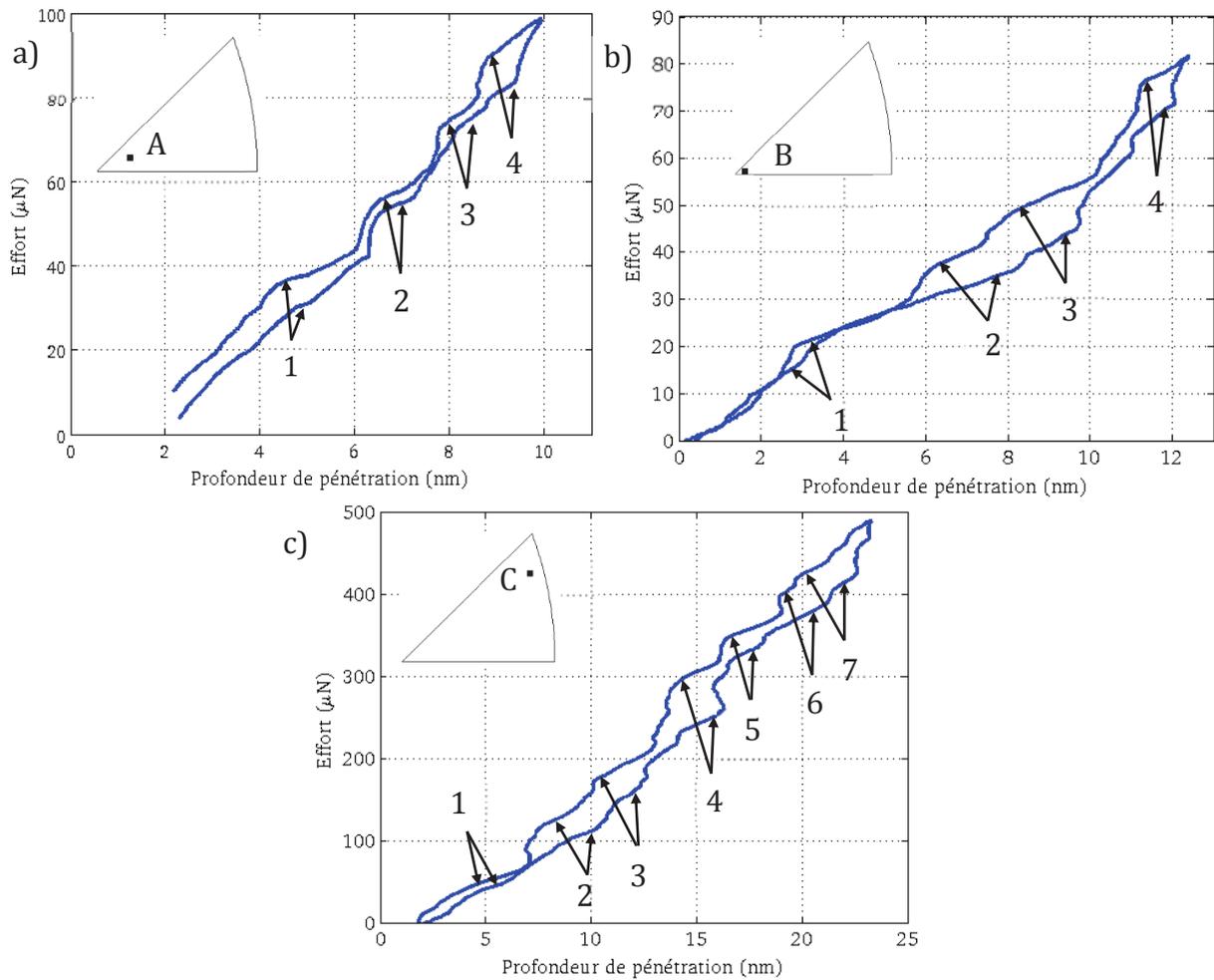


Figure (IV-13) : Courbes forces-déplacement de nanoindentation réalisées sur les grains a) A, b) B, c) C, les « pop-ins » et les « pop-outs » sont numérotés de 1 à 7.

Les charges critiques d'activation des « pop-ins » F_c^{PI} et des « pop-out » F_c^{PO} relevées sur la figure (IV-13) sont reportées dans le tableau (IV-5) pour les trois grains.

	Charge de « pop-in » F_c^{PI} (μN)			Charge de « pop-out » F_c^{PO} (μN)		
	A ($\pm 5 \mu\text{N}$)	B ($\pm 5 \mu\text{N}$)	C ($\pm 10 \mu\text{N}$)	A ($\pm 5 \mu\text{N}$)	B ($\pm 5 \mu\text{N}$)	C ($\pm 10 \mu\text{N}$)
1	25	20	55	20	15	50
2	45	35	125	45	35	115
3	65	45	175	65	45	150
4	80	75	290	75	70	250
5	-	-	350	-	-	340
6	-	-	400	-	-	380
7	-	-	420	-	-	415

Tableau (IV-5) : Charges critiques d'activation des « pop-ins » et des « pop-outs » pour les grains A, B et C déterminés pour un échantillon de CuAlBe superélastique.

Le tableau (IV-5) indique que le premier « pop-in » apparaît pour un effort appliqué de $20 \pm 5 \mu\text{N}$ pour les grains A et B présentant une orientation proche de [001] et pour une charge de $55 \pm 10 \mu\text{N}$ pour le grain C avec une orientation proche de [111].

Il est difficile de parler de répétabilité sur les essais de nanoindentation menés sur le CuAlBe en raison du problème de détection du contact au début de la courbe à cette échelle très fine. En effet, de nombreux tests ont été menés sur chacun des grains et seules les trois courbes présentées ici montrent clairement une première pente quasi-parabolique, d'évidentes excursions en déplacement durant la charge et la décharge et un déplacement résiduel nul. Cependant, les courbes résultantes obtenues sur les grains A et B d'orientation proche présentent de fortes similitudes. Toutes deux montrent 4 excursions en déplacement durant la charge et la décharge et les charges de « pop-in » et de « pop-out » de chacun de ces événements sont relativement proches, suggérant le caractère réitérable de ces essais.

IV.3. Analyse des résultats et discussion

La figure (IV-14) résume schématiquement les observations expérimentales précédentes, sous l'hypothèse que la contrainte appliquée engendre la formation de deux « pop-ins » durant la charge et de deux « pop-outs » durant la décharge. Il a été observé précédemment que les essais de nanoindentation menés sur le CuAlBe superélastique résultent en une première pente quasi parabolique (notée 1 sur la figure (IV-14)) arrêtée par un premier « pop-in ». Cette première excursion en déplacement s'active pour un effort appliqué noté F_c^{PI1} (force critique d'activation du

premier « pop-in », notée 2 sur la figure (IV-14)) puis s'arrête en le point noté 3 de la figure (IV-14), montrant une légère pente. Cette excursion en déplacement est suivie d'une nouvelle phase de charge quasi-parabolique, interrompue par l'apparition d'un nouveau « pop-in » lorsque l'effort appliqué atteint F_c^{PI2} (point n°4), la charge critique d'apparition du second « pop-in ». Cette excursion en déplacement se propage jusqu'au point noté 5 sur la figure (IV-14) où la courbe reprend une forme quasi-parabolique. A charge imposée, un certain nombre d'excursions en déplacement sont présents.

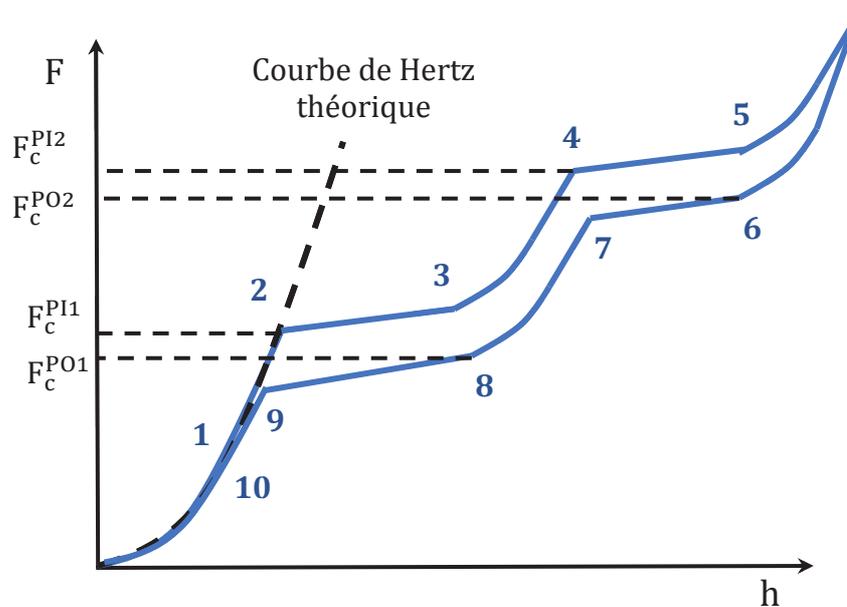


Figure (IV-14) : Schéma d'une courbe résultante de nanoindentation sur du CuAlBe : 1 : réponse élastique initiale, « fittée » par la courbe élastique de Hertz (en pointillés), 2 : fin du régime élastique à la charge critique d'activation du premier « pop-in » F_c^{PI1} , 3 : fin du « pop-in », 4 : charge critique d'activation du second « pop-in » F_c^{PI2} , 5 : fin du « pop-in », 6 : charge critique d'activation du premier « pop-out » F_c^{PO2} , 7 : fin du « pop-out », 8 : charge critique d'activation du second « pop-out » F_c^{PO1} , 9 : fin du « pop-out » et 10 : décharge élastique.

De la même manière, la phase de décharge commence avec une certaine pente, interrompue par l'apparition d'un premier « pop-out » lorsque l'effort appliqué atteint F_c^{PO2} (n°6). Cette excursion en déplacement s'arrête au point noté 7 sur la figure (IV-14) puis la décharge reprend son cours jusqu'à l'apparition d'un second « pop-out » à $F = F_c^{PO1}$ (n°8). Cette excursion en déplacement s'étend jusqu'au point noté 9 sur la figure (IV-14) puis la fin de la courbe rejoint la pente initiale.

Il a été montré dans le chapitre précédent que, dans le cas d'essais de nanoindentation réalisés sur un matériau CFC, la pente quasi-parabolique initiale correspond à l'élasticité de Hertz. Nous allons vérifier que cette pente initiale correspond bien au comportement élastique de l'austénite, et, afin de déterminer l'influence de l'orientation

cristallographique, la théorie élastique de Hertz sera appliquée non seulement sous hypothèse d'isotropie mais aussi d'anisotropie élastique. Puis nous nous intéresserons aux charges de « pop-in » et de « pop-out » en termes de transformation de phase. Le critère de Patel-Cohen d'indentation développé au chapitre II sera appliqué au cas de l'alliage CuAlBe comme une fonction de l'orientation des grains afin de valider les résultats expérimentaux et de décrire l'initiation de la transformation martensitique en terme de localisation de l'activation et de systèmes de variantes activés. Finalement, la force critique d'activation théorique de la transformation martensitique est calculée dans le cas d'essais de nanoindentation et comparée à celle récemment obtenue lors d'un chargement de traction macroscopique [Kao06a] [Kao06b].

IV.3.1. Réponse élastique de Hertz

Dans l'étude du nickel (chapitre III), la première partie parabolique des courbes de nanoindentation a été modélisée à l'aide de l'équation (II-13) décrivant l'élasticité de Hertz jusqu'à l'apparition du premier évènement inélastique. Dans le cas présent il est supposé que la réponse initiale du matériau correspond à l'élasticité de l'austénite. Afin de vérifier la validité de cette hypothèse il est nécessaire au préalable de connaître les propriétés élastiques de l'alliage CuAlBe. Ces propriétés sont reportées dans le tableau (IV-6).

	E_s (GPa)	ν_s	C_{11} (GPa)	C_{12} (GPa)	C_{44} (GPa)	A	$\nu_{\langle 100 \rangle}$
CuAlBe	110	0,3	138	124	93	13	0,47

Tableau (IV-6) : Module d'Young et coefficient de Poisson isotropes (E_s et ν_s), constantes élastiques (C_{11} , C_{12} et C_{44} , d'après [Rio91]) et valeurs calculées du facteur d'anisotropie A et du coefficient de Poisson $\nu_{\langle 100 \rangle}$ du CuAlBe.

Les constantes isotropes E_s et ν_s sont issues de Sánchez-Arévalo et al. [Sán08]. Les constantes élastiques C_{11} , C_{12} et C_{44} quant à elles sont issues de Rios-Jara et al. [Rio91] et permettent le calcul du coefficient de Poisson dans la direction $\langle 100 \rangle$ et du facteur d'anisotropie A d'après respectivement les équations (II-20) et (II-21).

IV.3.1.1. *Elasticité isotrope*

Sous hypothèse d'élasticité isotrope, le module réduit s'exprime selon l'équation (II-5), avec $\nu_i = 0,07$ et $E_i = 1141$ GPa respectivement le coefficient de Poisson et le module d'élasticité du diamant, et ν_s et E_s respectivement le coefficient de Poisson et le module d'élasticité isotropes de l'austénite du CuAlBe dont les valeurs numériques sont

reportées dans le tableau (IV-6). Le module réduit E_r isotrope ainsi obtenu est d'environ 109 GPa. Les courbes de Hertz isotropes résultantes sont représentées en superposition des essais de nanoindentation sur la figure (IV-17)).

IV.3.1.2. *Elasticité anisotrope*

Le chapitre II a fait état de deux méthodes permettant de prendre en compte l'anisotropie dans le calcul de l'élasticité de Hertz. La première méthode (cf chapitre II) consiste à substituer le module d'élasticité isotrope par un module d'Young directionnel E_{hkl} selon l'équation (II-15). L'évolution du module E_{hkl} en fonction de l'orientation cristallographique de l'austénite a été calculé à partir des constantes élastiques C_{11} , C_{12} et C_{44} du CuAlBe (cf. tableau (IV-6)). Le résultat est représenté sur une figure de pôle inverse (figure (IV-15)).

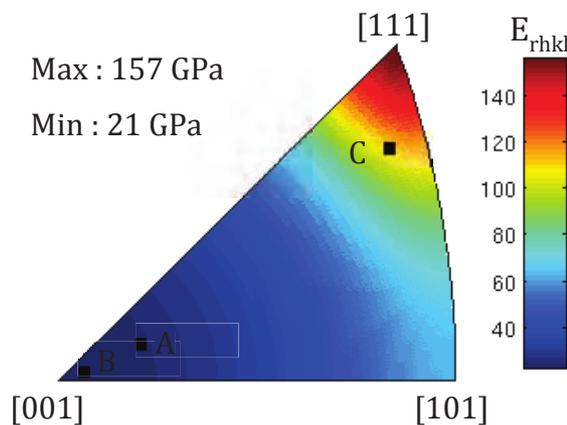


Figure (IV-15) : Figure de pôle inverse représentant l'évolution du module réduit directionnel calculé pour le CuAlBe. L'orientation des 3 grains indentés est indiquée par les carrés noirs.

Le module d'Young directionnel du CuAlBe varie entre 21 GPa pour une orientation cristallographique de [001] et 157 GPa en [111]. Ce résultat illustre la forte anisotropie du CuAlBe. Les valeurs du module E_{hkl} et du module réduit correspondant sont reportées dans le tableau (IV-7) pour les trois orientations considérées dans cette étude.

	A	B	C
E_{hkl} (GPa)	23	21	110
E_r (GPa)	23	21	109

Tableau (IV-7) : Valeurs calculées en élasticité anisotrope du module d'Young directionnel et du module réduit correspondant pour les grains A, B et C.

Les grains A et B présentant une orientation proche de [001] montrent tous deux un module d'Young directionnel proche de 23 GPa, alors que le grain C d'orientation proche de [111] montre un E_{hkl} bien supérieur (≈ 110 GPa). Les courbes de Hertz ainsi obtenues sont superposées aux courbes résultantes des essais de nanoindentation menés sur les grains A, B et C, figure (IV-17).

La seconde méthode permettant de tenir compte de l'anisotropie consiste à considérer le module effectif d'indentation d'après les tables et abaques de Vlassak et Nix [Vla93] [Vla94]. Le module réduit s'exprime alors selon l'équation (II-17). Le module effectif $E_{\text{eff}}^{(hkl)}$ peut soit être obtenu graphiquement par extrapolation des abaques données par Vlassak et Nix [Vla93], soit être calculé selon l'équation (II-23). Il faut cependant noter que le CuAlBe présente un facteur d'anisotropie très important ($A = 13$), et que les abaques [Vla93] et les tables [Vla94] de Vlassak et Nix sont respectivement limitées à des facteurs d'anisotropie de 10 et 8. Nous avons cependant utilisé les deux méthodes proposées par Vlassak et Nix afin de calculer le module effectif en arrondissant la valeur du coefficient de Poisson dans la direction $\langle 100 \rangle$ de 0,47 à $\nu_{\langle 100 \rangle} = 0,45$.

Dans un premier temps, les abaques de [Vla93] représentant le module d'indentation normalisé E_N en fonction du facteur d'anisotropie et du coefficient de Poisson dans la direction [001] ont été extrapolées selon une loi logarithmique jusqu'à $A = 13$ compte tenu de la forme monotone croissante des courbes (figure (IV-16)). Les valeurs du module normalisé E_N obtenues d'après les courbes sont respectivement de 0,82 et 1,09 pour les orientations idéales [100] et [111]. Le module effectif d'indentation a alors été obtenu d'après l'équation (II-22). Les valeurs de E_{eff} ont alors été calculées à partir du module d'indentation normalisé, du coefficient de Poisson et du module d'élasticité isotropes. Les modules effectifs d'indentation ainsi obtenus sont $E_{\text{eff}}^{111} = 132$ GPa et $E_{\text{eff}}^{001} = 99$ GPa (cf. tableau (IV-9)).

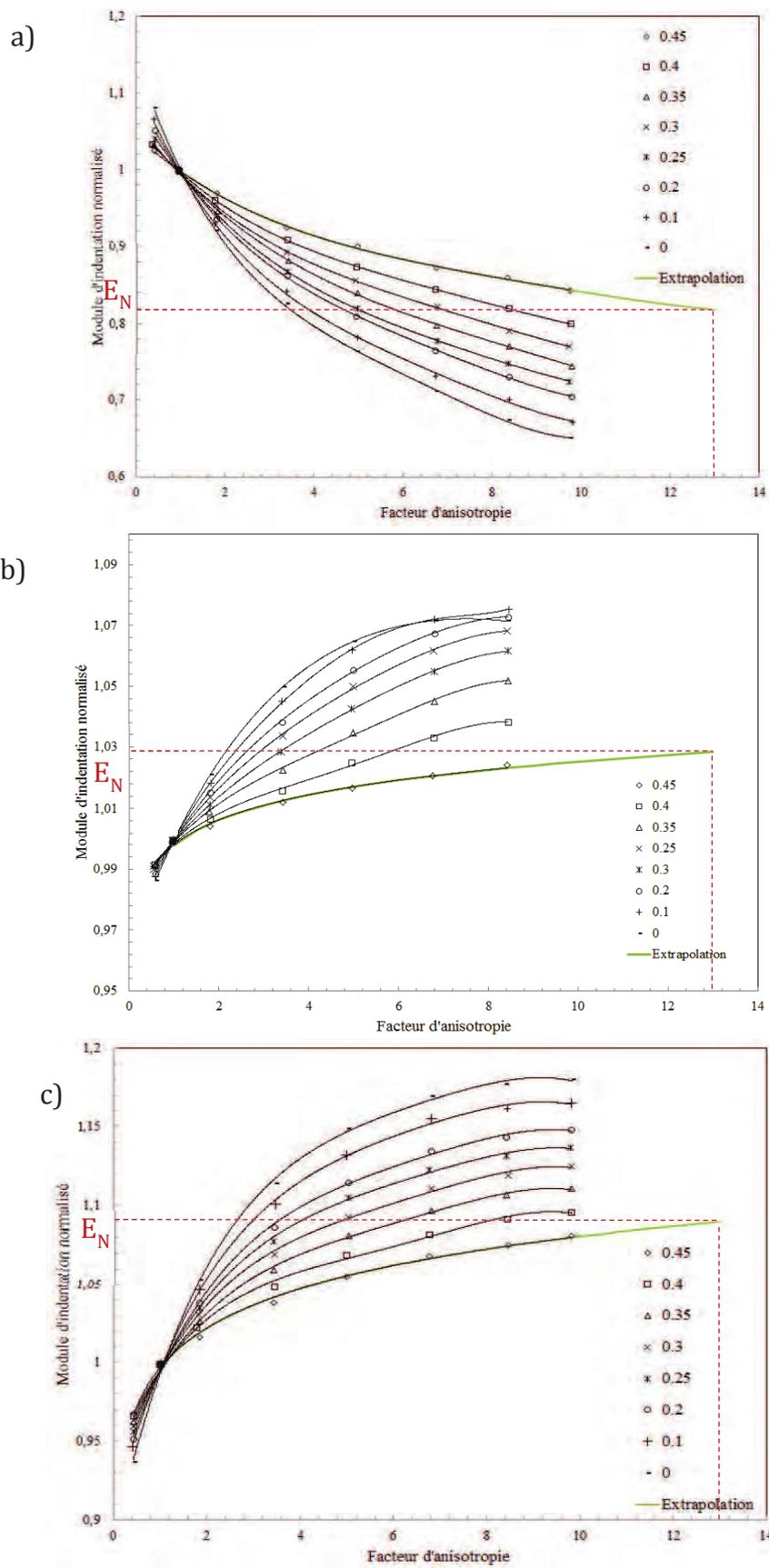


Figure (IV-16) : Extrapolation des abaques de Vlassak et Nix [Vla93] jusqu'à $A = 13$ (représentée en vert sur les courbes) pour 3 orientations idéales : a) [100], b) [110] et c) [111].

Le module effectif d'indentation $E_{\text{eff}}^{(\text{hkl})}$ a ensuite été calculé à partir des tables, qui ont été exploitées malgré leur limite en $A = 8$. Le terme $\beta_{(\text{hkl})}$ de l'équation (II-23), dont l'expression est décrite au chapitre II (équation (II-24)), a été déterminé à partir des constantes a_{VN} , c_{VN} , A_0 et B_{VN} issues des tables de Vlassak et Nix. Les valeurs de ces constantes, déterminées pour un coefficient de Poisson dans la direction $\langle 100 \rangle$, sont reportées dans le tableau (IV-8) pour les orientations idéales [100] et [111]. Une autre possibilité serait de reprendre tous les calculs de [Vla93] en intégrant les fonctions de Green associées pour un milieu semi-infini en élasticité anisotrope selon le formalisme de Stroh (cf. chapitre II) sous Simula+ et d'étendre les abaques de [Vla93] jusqu'à $A=13$. Cette option n'a pas été choisie faute de temps mais sera étudiée ultérieurement à cette thèse.

Orientation	a_{VN}	c_{VN}	A_0	B_{VN}
[100]	1,219	-0,219	0	0,2341
[111]	0,750	0,236	-0,472	0,1508

Tableau (IV-8) : Valeur des paramètres a , c , B , A_0 pour les orientations [100] et [111] d'après la table de Vlassak et Nix.

Les valeurs du module effectif d'indentation ainsi obtenues pour les orientations idéales [100] et [111] sont identiques aux valeurs de E_{eff} déterminées d'après les abaques soit: $E_{\text{eff}}^{111} = 133$ GPa et $E_{\text{eff}}^{001} = 99$ GPa. Le tableau (IV-9) résume les valeurs du module effectif d'indentation pour les deux orientations considérées et du module réduit résultant (équation (II-17)).

Orientations idéales	$[001]_{\text{CuAlBe}}$	$[111]_{\text{CuAlBe}}$
E_{eff} (GPa)	99	133
E_r (GPa)	91	119

Tableau (IV-9) : Module effectif d'indentation et module réduit pour les orientations idéales [001] et [111] d'un alliage de CuAlBe austénitique.

Pour les trois grains indentés, les courbes d'élasticité de Hertz ont été calculées à partir de l'équation (II-13) et du module réduit de l'orientation idéale la plus proche (respectivement [001] pour les grains A et B et [111] pour le grain C). Les estimations de Hertz en élasticité anisotrope sont superposées sur la figure (IV-17) aux courbes de nanoindentation.

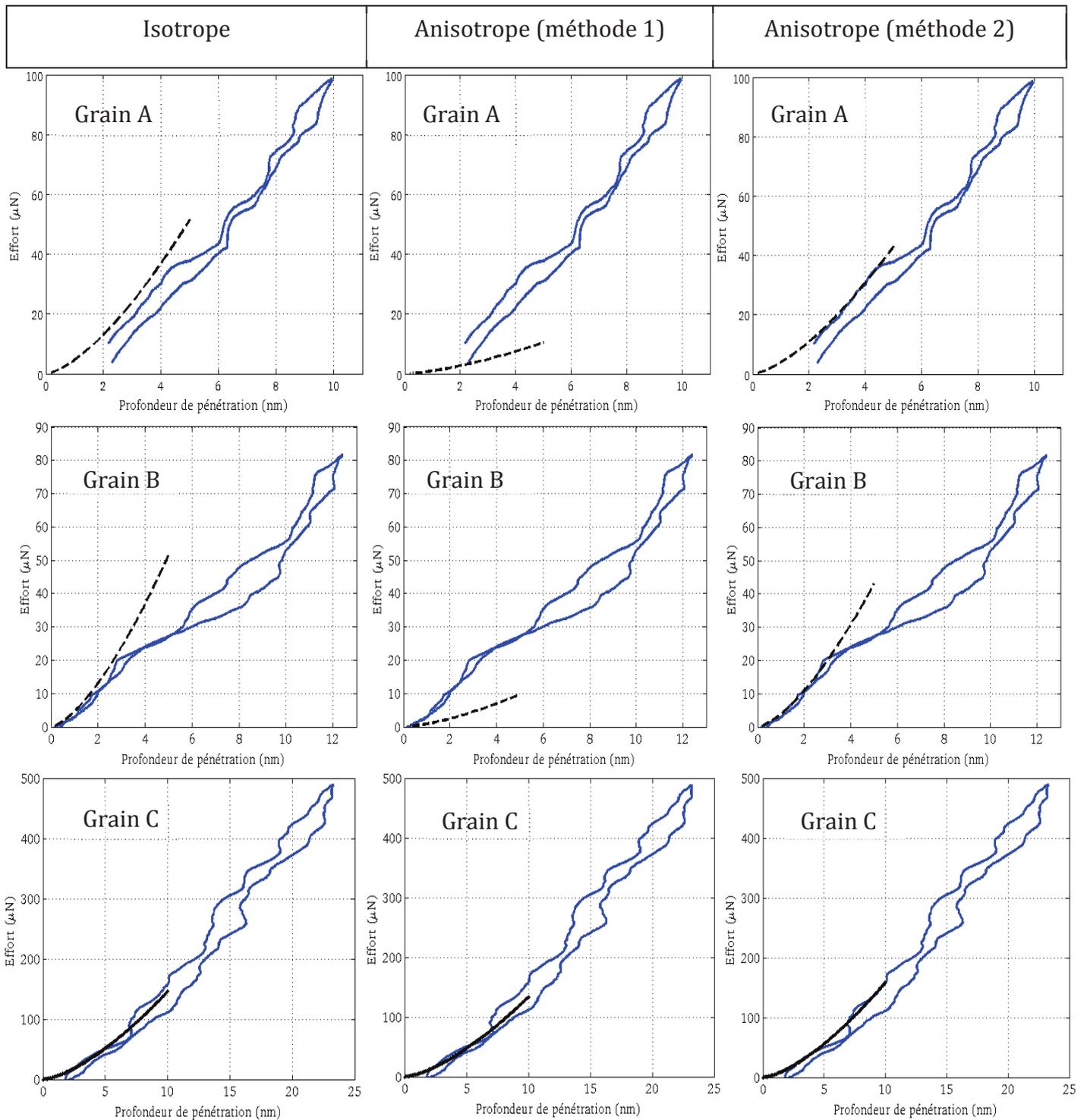


Figure (IV-17): Courbes forces-déplacement de nanoindentation réalisées sur les grains A, B, C et solutions élastiques de Hertz isotrope et anisotrope (méthodes 1 et 2, décrites dans le texte) des orientations idéales [001] (en pointillés) et [111] (trait plein).

On observe sur la figure (IV-17) que la prise en compte de l'anisotropie par la méthode 1 (simple module d'Young directionnel) ne permet pas d'obtenir une estimation convenable du comportement initial du matériau, mis à part pour le grain C dont le module directionnel est proche du module isotrope. L'hypothèse d'isotropie élastique

conduit à une estimation convenable du comportement initial du matériau. Cependant les courbes obtenues par la méthode de Vlassak et Nix, prenant en compte l'anisotropie, produisent la meilleure estimation du régime élastique initial de l'austénite pour les trois grains étudiés. Pour les 3 grains, le début de la charge correspond bien à la théorie du contact élastique. Les courbes dévient ensuite de l'estimation de Hertz par l'apparition d'un premier « pop-in », confirmant l'hypothèse que la pente initiale correspond à l'élasticité de l'austénite.

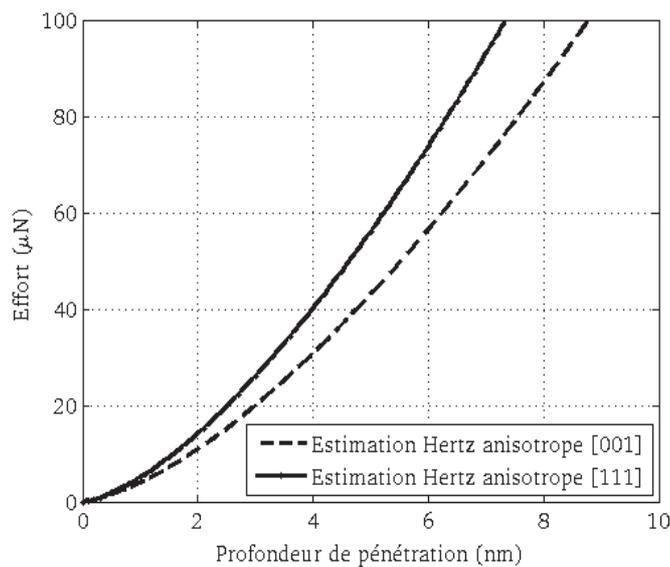


Figure (IV-18) : Solutions de Hertz dans l'hypothèse d'anisotropie élastique pour les orientations idéales [001] et [111].

La figure (IV-18) représente les courbes d'élasticité anisotrope de Hertz (d'après la méthode de Vlassak et Nix [Vla93] [Vla94]) pour les orientations idéales [001] et [111]. Il est clair que la pente de la courbe anisotrope de Hertz pour l'orientation [111] est plus raide que celle de l'orientation [001]. Ces courbes théoriques montrant un bon fit avec le début des courbes de nanoindentation pour les trois grains. De plus, la figure (IV-18) met en évidence l'influence non négligeable de l'anisotropie élastique sur le régime élastique initial de l'austénite.

IV.3.2. Charges de « pop-in » et de « pop-out » : signature de réversibilité de la transformation martensitique

Il a été observé précédemment que les essais de nanoindentation menés sur l'alliage CuAlBe résultent en un recouvrement complet de la déformation. Les excursions en déplacement observées lors de la charge de l'AMF ne sont donc pas dues à l'activation de plasticité irréversible contrairement au nickel. Cependant, dû à l'apparition d'un

premier « pop-in », la courbe de nanoindentation dévie du régime élastique de l'austénite montrant l'activation d'un mécanisme inélastique. La présence de « pop-ins » lors de la charge, de « pop-outs » lors de la décharge et l'absence de déplacement résiduel amènent à interpréter ce mécanisme inélastique comme une transformation de phase réversible.

Les courbes de nanoindentation présentées figure (IV-13) montrent plusieurs excursions en déplacement durant la charge et la décharge. Les charges d'activation des « pop-ins » et « pop-outs » sont reportées dans le tableau (IV-10) pour les trois grains. Chaque essai présente le même nombre d'excursions en déplacement durant la charge et pendant la phase de décharge. Il est aussi observé que les charges de « pop-out » sont proches des charges d'activation des « pop-ins » mais sensiblement plus faibles. Il semble donc qu'à chaque « pop-in » apparaissant pendant la charge corresponde un « pop-out » durant la décharge. Chaque activation étant précédée par une phase de chargement élastique, on peut donc interpréter chaque « pop-in » comme étant associé à la formation d'une plaquette de martensite et le « pop-out » correspondant comme décrivant la transformation inverse de cette plaquette. Cela montre la discontinuité spatiotemporelle de la propagation de la transformation de phase à l'échelle nanométrique.

Les excursions en déplacement observées sur les courbes de nanoindentation montrent une légère pente, contrairement au cas du nickel où les excursions sont clairement des plateaux. Cette différence dans les pentes de « pop-in » et de « pop-out » peut soit être liée à la raideur de la machine de nanoindentation, soit découler d'une différence dans les mécanismes observés entre génération/propagation de dislocations et activation de la transformation martensitique.

Il a été observé précédemment que les excursions en déplacement apparaissant lors de la charge forment une hystérésis avec celles observées lors de la décharge. L'amplitude de ces hystérésis, notée ΔF , peut être mesurée en soustrayant la charge de fin d'un « pop-out » à la charge d'activation du « pop-in » correspondant (cf. figure(IV-19)):

$$\Delta F = F_c^{PI} - F_c^{POf} \quad (IV-1)$$

où la charge de fin d'un « pop-out » F_c^{POf} est déterminée en extrapolant l'excursion jusqu'à la pente quasi-parabolique précédant le « pop-in » correspondant.

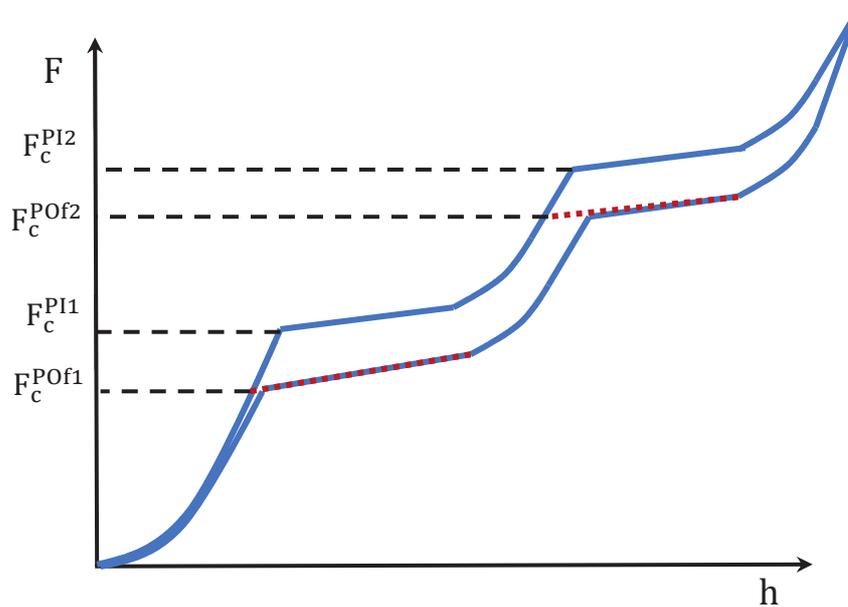


Figure (IV-19) : Détermination des charges de fin de « pop-out » F_c^{POf} , les traits pointillés rouges correspondent à l'extrapolation des excursions en déplacement jusqu'à la pente parabolique précédant le « pop-in » correspondant.

Les valeurs des charges de fin de « pop-out » ainsi déterminées sont reportées dans le tableau (IV-10) en fonction des charges d'apparition des « pop-ins » et de l'amplitude d'hystérésis calculée à partir de l'équation (IV-1) pour les trois grains étudiés.

Sous hypothèse d'un chargement isotherme, les hystérésis observées lors de sollicitations macroscopiques des AMF sont interprétées comme relatives à la dissipation d'énergie provoquée par la transformation de phase directe puis inverse (cf. figure (IV-2)).

	Charge de « pop-in » F_c^{PI} (μN)			Charge de fin de « pop-out » F_c^{POf} (μN)			Amplitude d'hystérésis ΔF (μN)		
	A ($\pm 5 \mu\text{N}$)	B ($\pm 5 \mu\text{N}$)	C ($\pm 10 \mu\text{N}$)	A ($\pm 5 \mu\text{N}$)	B ($\pm 5 \mu\text{N}$)	C ($\pm 10 \mu\text{N}$)	A ($\pm 3 \mu\text{N}$)	B ($\pm 3 \mu\text{N}$)	C ($\pm 10 \mu\text{N}$)
1	25	20	55	15	15	25	10	5	30
2	45	35	125	40	30	80	5	5	45
3	65	45	175	60	35	130	5	10	45
4	80	75	290	70	65	230	10	10	60
5	-	-	350	-	-	320	-	-	30
6	-	-	400	-	-	380	-	-	20
7	-	-	420	-	-	390	-	-	30

Tableau (IV-10) : Charges critiques d'activation des « pop-ins » et des « pop-outs » et amplitude des hystérésis pour les grains A, B et C déterminés pour un échantillon de CuAlBe superélastique.

Dans le cadre de cette étude nous avons interprété chaque couple de « pop-in » / « pop-out » comme la formation puis la désactivation d'une plaquette de martensite. L'hystérésis formée par deux excursions en déplacement correspond donc à la dissipation relative à la formation d'une plaquette de martensite et à sa transformation inverse. Le tableau (IV-10) montre que l'amplitude d'hystérésis mesurée pour le grain C d'orientation proche de [111] ($37 \pm 10 \mu\text{N}$) est supérieure au ΔF des grains A et B d'orientation proche de [001] ($\Delta F^A = \Delta F^B = 7 \pm 5 \mu\text{N}$), laissant supposer que l'orientation cristallographique influe sur l'amplitude d'hystérésis (donc la dissipation).

Le tableau (IV-10) met aussi en évidence le fait que les charges d'activation du premier « pop-in » des orientations considérées s'ordonnent de la façon suivante : $F_{c<111>}^{PI} > F_{c<001>}^{PI}$. Dans la partie suivante, le calcul du critère de Patel-Cohen d'indentation en fonction de l'orientation cristallographique permettra de s'assurer de ces différentes observations.

IV.3.3. Charge de « pop-in » : activation des variantes

IV.3.3.1. Critère de Patel et Cohen

Les figures (IV-20a) et (IV-20b) représentent la distribution du facteur de Patel et Cohen (noté PC) dans une figure de pôle inverse pour des sollicitations uniaxiales (traction et compression).

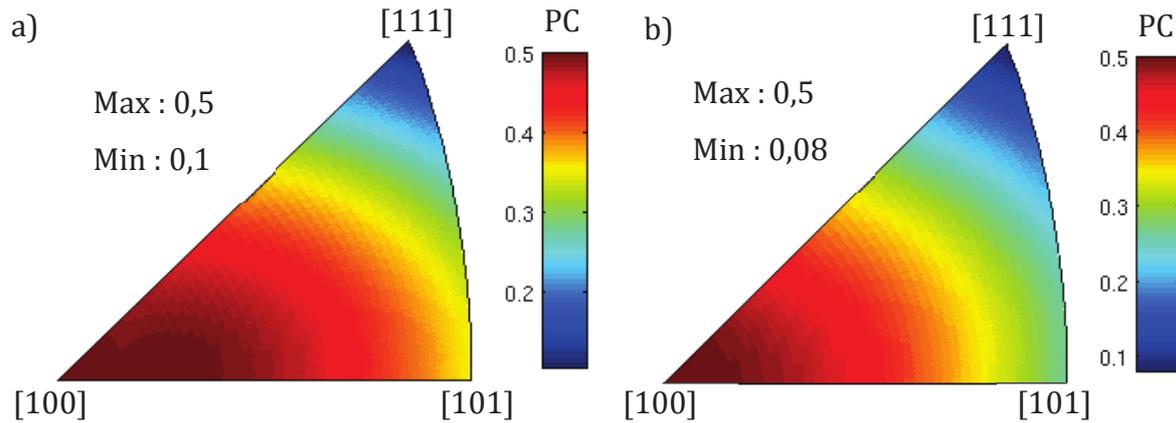


Figure (IV-20) : Figures de pôle inverses représentées dans le cas d'un échantillon de CuAlBe superélastique en fonction du facteur de Patel et Cohen pour des sollicitations: a) traction et b) compression.

La valeur du PC varie entre 0,1 et 0,5 pour une sollicitation de type traction et entre 0,08 et 0,5 pour une sollicitation en compression. La distribution des facteurs forme des ellipses centrées en [100]. Cependant, à la différence de l'activation de plasticité dans les structures CFC (cf. chapitre III) où la répartition des facteurs de Schmid est identique en traction et en compression, la distribution des facteurs de Patel et Cohen pour ces deux types de sollicitations est différente (figures (IV-20a) et (IV-20b)). Cette différence est à l'origine de l'asymétrie du comportement des AMF entre leur réponse à un chargement de traction et de compression. Ce phénomène a pour origine la réduction du niveau de symétrie de la maille élémentaire au cours de la transformation de l'austénite (cubique) à la martensite (orthorhombique) [Pat95]. Cette faible symétrie de la phase martensitique entraîne une dépendance des déformations de transformation, donc du critère d'activation (cf. équations (II-69) et (II-72)), au type de chargement.

La figure (IV-21) représente la variation du facteur de Patel-Cohen d'indentation (PC_{ind}) en fonction de l'orientation cristallographique pour un contact sphérique élastique. Le calcul des PC_{ind} a été présenté au chapitre II (équation (II-74)) et dépend de la force motrice d'activation $F_d^{(v)}(x,y,z)$ qui est elle-même calculée à partir du champ de contrainte d'indentation issu de la mécanique du contact en élasticité isotrope. La répartition des PC_{ind} semble former des arcs de cercle concentriques, alors que la distribution des PC dans le cas uniaxial formait des arcs d'ellipse. On retrouve ici la même différence dans la répartition (circulaire ou elliptique) des critères d'activation entre sollicitation uniaxiale et indentation que dans le cas de l'activation de la plasticité cristalline dans le nickel. Dans le cas du CuAlBe, la valeur des critères de Patel-Cohen

d'indentation est maximale (0,31) au centre des cercles, en [001], et décroît en s'éloignant du centre pour atteindre un minimum (0,22) en [111].

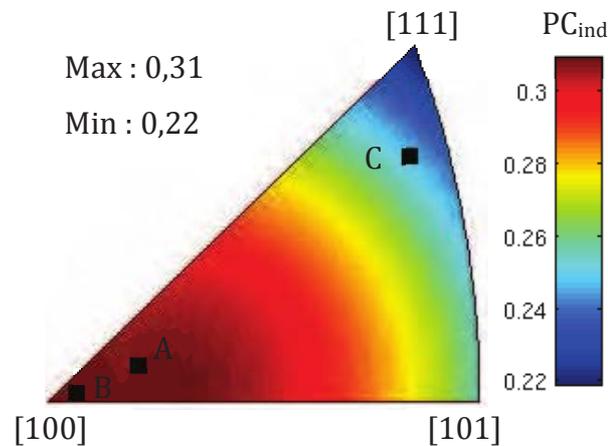


Figure (IV-21) : Figure de pôle inverse représentée en fonction du facteur de Patel-Cohen d'indentation dans le cas d'un échantillon de CuAlBe superélastique soumis à un chargement de nanoindentation, les carrés noirs représentent la position des grains indentés.

Les grains A, B et C considérés dans cette étude sont positionnés sur une figure de pôle inverse représentée en fonction du critère de Patel-Cohen d'indentation, figure (IV-21).

Les facteurs de Patel-Cohen d'indentation déterminés pour les grains A, B et C considérés expérimentalement sont représentés dans le tableau (IV-10) :

Grain	A	B	C
PC _{ind}	0,309	0,310	0,233

Tableau (IV-11) : Facteur de Patel-Cohen d'indentation pour les grains A, B, et C de l'échantillon de CuAlBe superélastique.

Les valeurs des PC_{ind} des grains A et B sont très proches du facteur de Patel-Cohen d'indentation maximum (0,31) avec PC_{ind} = 0,309 pour le grain A et PC_{ind} = 0,310 pour le grain B. Cela implique que la charge d'activation des « pop-ins » soit moins importante pour les grains A et B que pour le grain C qui présente un PC_{ind} proche du minimum (0,22) avec PC_{ind} = 0,233.

Cette prédiction d'une activation de la transformation martensitique plus « aisée » pour un grain d'orientation [001] que pour un grain orienté dans la direction [111] corrobore les résultats expérimentaux donnant une charge de « pop-in » supérieure pour le grain C que pour les grains A et B. Cela démontre bien, à l'échelle nanométrique, la dépendance de l'activation de la transformation martensitique avec l'orientation cristallographique.

IV.3.3.2. Caractérisation de l'activation de la transformation de phase

a. Position de l'activation

Le calcul du critère de Patel-Cohen d'indentation repose sur une recherche de la force motrice maximale F_c sous l'indent (cf. chapitre II). La force motrice étant fonction de la position (x, y, z) considérée, il est donc possible d'extraire la localisation de l'activation de la transformation martensitique à partir du calcul du critère de Patel-Cohen d'indentation. Afin de déterminer l'influence de ce critère sur la localisation de l'activation de la première variante de martensite, 4000 orientations aléatoirement disposées dans une figure de pôle ont été considérées dans ce calcul. La position de l'activation a été relevée pour chacune de ces orientations cristallographiques de l'austénite et placée dans une zone représentant le volume affecté par l'indentation (figure (IV-22)). Chaque point de la figure (IV-22) correspond donc à la position de la formation de la première plaquette de martensite sous l'indent (sous hypothèse d'un contact sphérique) dans le repère macroscopique pour chacune des 4000 orientations cristallographiques considérées. La couleur des points réfère au niveau du critère de Patel-Cohen d'indentation (bleu : faible PC_{ind} , rouge : fort PC_{ind}). Les pas ainsi que les encadrements utilisés pour x/a , y/a et z/a sont reportés dans le tableau (IV-14).

	x/a	y/a	z/a
Pas	0,05	0,05	0,02
Encadrement	[-1 ; 1]	[-1 ; 1]	[0,38 ; 0,48]

Tableau (IV-12) : Pas et encadrements des valeurs utilisées pour x/a , y/a et z/a dans la simulation de la position d'activation de la plasticité.

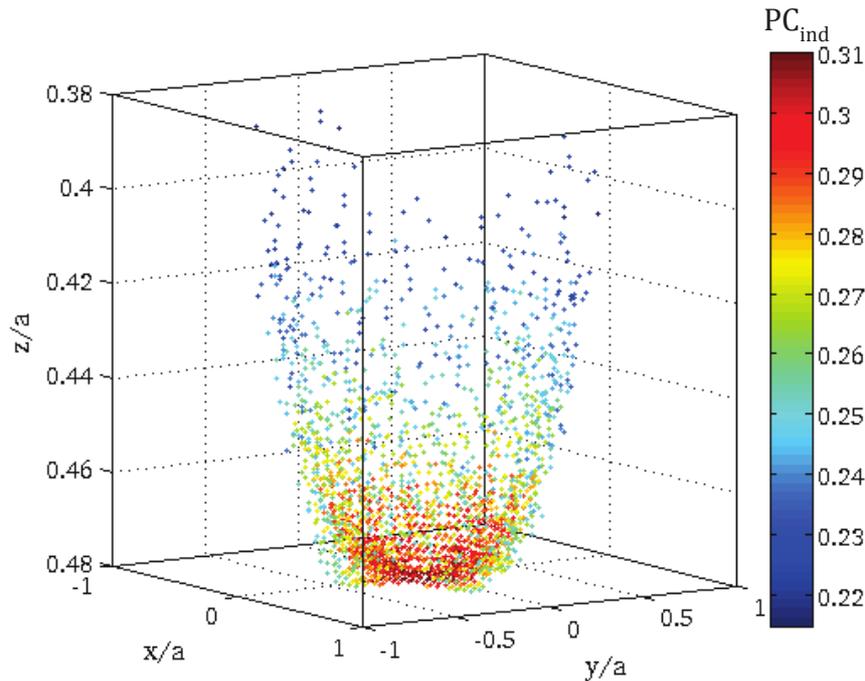


Figure (IV-22) : Position de l'activation de la première variante de martensite en fonction de l'orientation cristalline dans le cas d'un échantillon de CuAlBe initialement austénitique sous indentation sphérique.

La répartition des sites d'activation de la transformation martensitique prend la forme d'un parabolôïde de révolution tronqué à son extrémité, dont l'axe de révolution correspond à l'axe de l'indent. En fonction de l'orientation du grain indenté la force critique apparaît à une profondeur $z/a = 0,43 \pm 0,05$. Pour les orientations cristallines les plus favorables à l'activation de la transformation, i.e. présentant un PC_{ind} élevé, l'activation se situe majoritairement vers l'extrémum du parabolôïde au voisinage de $z/a = 0,48$, alors que pour les orientations moins favorables l'activation de la transformation se situe aux environs de $z/a = 0,41 \pm 0,03$.

La figure (IV-23) représente des coupes bidimensionnelles (2D) de la figure (IV-22) en $x/a = 0$, $y/a = 0$ et $z/a = 0,48$. La coupe réalisée en $z/a = 0,48$ (figure (IV-23c)) montre une répartition circulaire des sites d'activation autour de l'axe z dans le plan (x, y). Les PC_{ind} les plus élevés se trouvent au centre de ce cercle, près de l'axe z, alors que les PC_{ind} les plus faibles constituent le contour extérieur de ce cercle. Les coupes en $x/a = 0$ et $y/a = 0$ (figure (IV-23a) et (IV-23b)) indiquent que les PC_{ind} maximaux forment une demi-ellipse dont le grand axe est confondu avec l'axe z et le centre situé en $z/a = 0,48$. Plus la formation de la première plaquette de martensite a lieu loin de ce foyer d'activation de transformation, plus les PC_{ind} sont faibles.

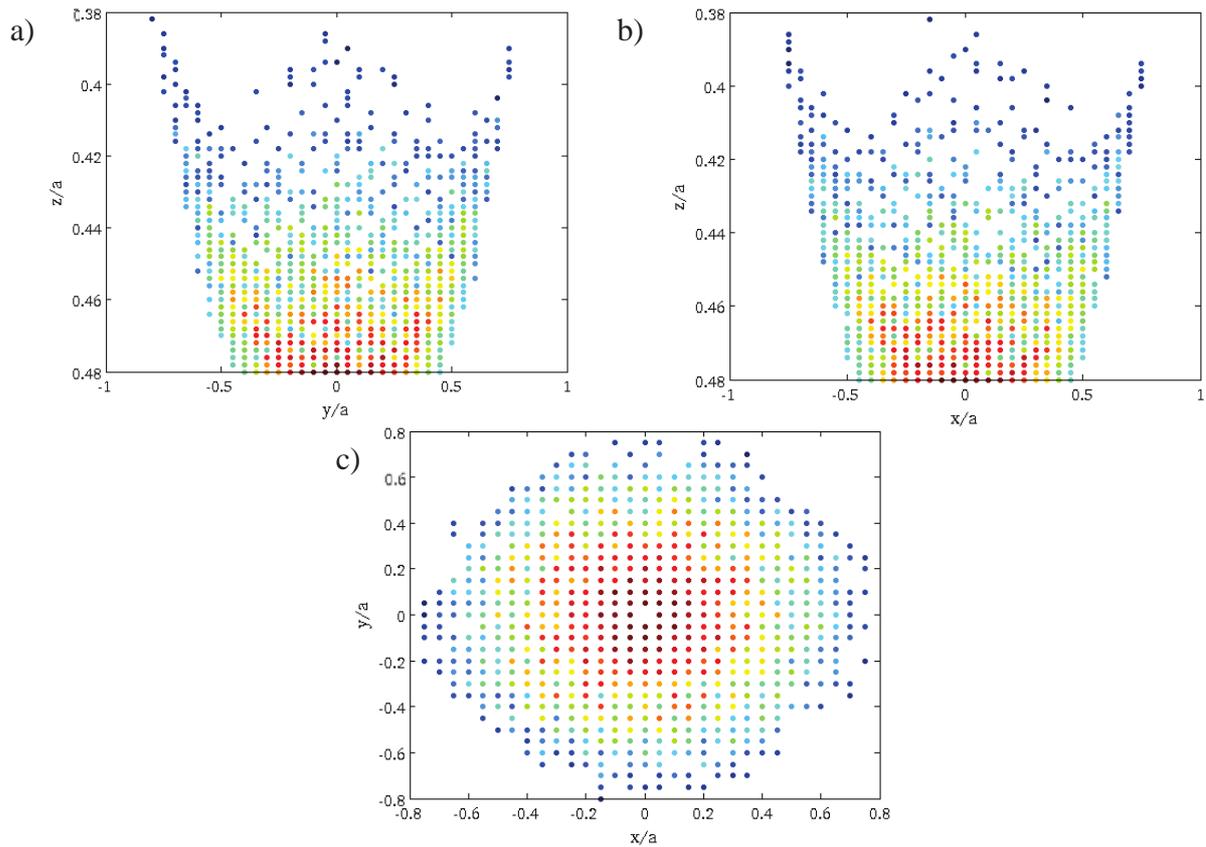


Figure (IV-23) : Coupes 2D de la figure (IV-19) en a) $x/a=0$, b) $y/a=0$ et c) $z/a=0,48$, le code couleur correspond à celui de la figure (IV-19).

Ces résultats montrent qu'en considérant l'anisotropie cristalline (différentes variantes de martensite étant potentiellement actives), on trouve un site d'activation préférentiel proche de $z/a = 0,48$ centré autour de l'axe z . Dans la suite, nous nous focalisons sur la recherche du premier système de variante actif sous l'indent que nous attribuerons au premier « pop-in » (et « pop-out » associé).

b. Prédiction du système de variante actif

L'expression de la force motrice dépend non seulement du champ de contrainte généré par l'indentation, mais aussi du tenseur d'orientation $R_{ij}^{(v)}$ considéré. Le tenseur d'orientation étant fonction de la variante (v) activée, il est alors possible de remonter à la première variante activée à partir du calcul de la force motrice maximale (cf. chapitre II).

Le calcul a tout d'abord été réalisé dans le cas de chargements uniaxiaux. La figure (IV-24) représente les premiers systèmes de variantes activés sur une figure de

pôle pour des sollicitations en traction (figure (IV-24a)) et en compression (figure (IV-24b)) en utilisant la numérotation des variantes du tableau (IV-2).

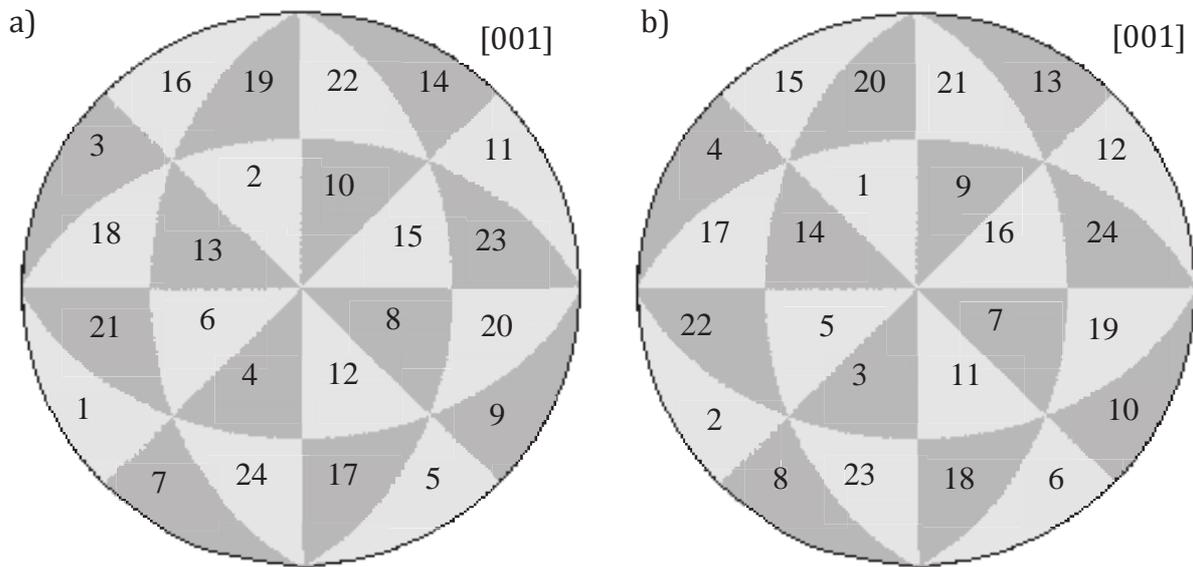


Figure (IV-24) : Projections stéréographiques standards représentant les systèmes de variantes activés sous chargement a) de traction et b) de compression pour du CuAlBe à l'état austénitique en employant la numérotation du tableau (IV-2).

Il apparaît sur la figure (III-24) que la position de la première variante activée sur la figure de pôle est différente en fonction de la direction chargement. En effet les premiers systèmes de variantes activés sont alternés deux à deux entre un chargement de traction et un chargement de compression (exemple : 1 et 2 sont inversées, 3 et 4 ... 23 et 24 sont inversées). Cette différence observée dans les systèmes de variantes activés découle de l'asymétrie du comportement des AMF entre leur réponse à un chargement de traction et de compression (cf. paragraphe IV.3.3.1).

Le champ de contrainte homogène de traction/compression est alors remplacé par celui décrivant l'état de contrainte hétérogène dû à l'indentation issu du calcul micromécanique décrit au chapitre II. La répartition des systèmes de glissement sur la projection stéréographique standard ainsi obtenue est représentée figure (III-25).

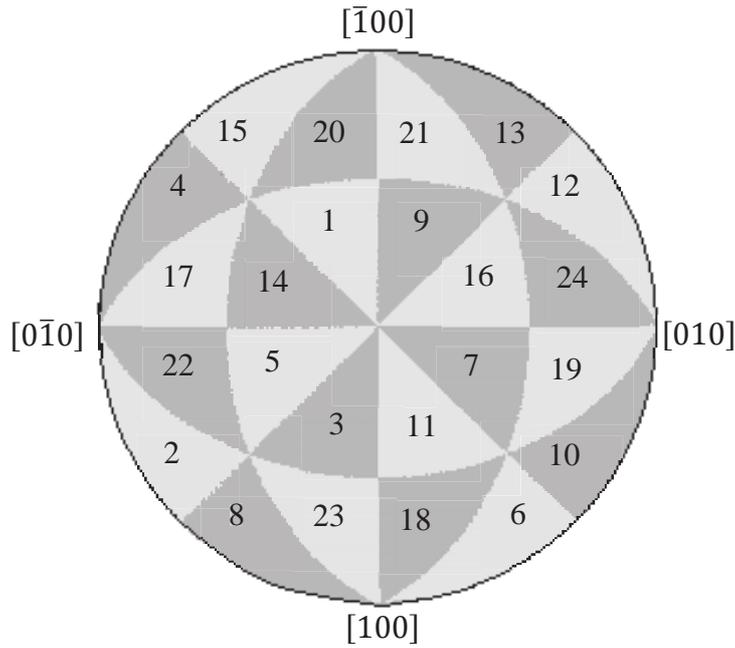


Figure (IV-25) : Projection stéréographique standard représentant les systèmes de variantes activés sous chargement d'indentation pour l'alliage CuAlBe à l'état austénitique en employant la numérotation du tableau (IV-2)).

On observe que la répartition des variantes dans la figure de pôle est identique pour des sollicitations en compression et en nanoindentation. Cette observation peut être expliquée par le fait que localement un chargement de nanoindentation s'apparente à un chargement de compression.

IV.3.4. Force critique d'activation : comparaison nano/macro

Une estimation théorique de la force critique d'activation de la transformation martensitique d'une variante, notée F_c , peut être déduite des équations (II-11) et (II-74) :

$$F_c = gPC_{ind} \left(\frac{6F_c^{PI} E_r^2}{\pi^3 R^2} \right)^{1/3} \quad (IV-2)$$

Cette équation montre que la force critique est liée à l'amplitude de la déformation g , au facteur de Patel-Cohen d'indentation PC_{ind} , au module réduit E_r , au rayon de l'indent et à la charge de « pop-in » F_c^{PI} déterminée expérimentalement. Les forces critiques calculées d'après l'équation (IV-2) sont reportées dans le tableau (IV-12) pour les grains A, B, C et pour le cas isotrope. Les valeurs de la charge d'activation du premier « pop-in » et du critère de Patel-Cohen d'indentation sont aussi indiquées dans ce tableau. Les incertitudes sur les valeurs de F_c sont calculées en considérant les erreurs sur le rayon effectif de pointe, la charge d'activation du premier « pop-in » et le module réduit

(estimée à 2 GPa). La valeur du F_c^{PI} isotrope a été estimée en calculant la moyenne des charges d'activation du premier « pop-in » pour les trois grains étudiés. Les calculs et estimations des incertitudes sont présentés en annexe D.

Grain	Charge d'activation du premier « pop-in » F_c^{PI} (μN)	Facteur de Patel-Cohen d'indentation PC_{ind}	F_c (MPa) (éq. (IV-7))
A	25 ± 5	0,309	233 ± 65
B	20 ± 5	0,310	217 ± 65
C	55 ± 10	0,233	273 ± 63
Isotrope	33 ± 7	0,31	290 ± 65

Tableau (IV-13) : Charge d'activation du premier pop-in, facteur de Patel-Cohen d'indentation et force critique estimée à partir de l'équation (IV-2) pour les trois grains indentés.

Les forces critiques ainsi obtenues pour les grains A et B sont de l'ordre de 225 ± 70 MPa, donc inférieures à la force critique du grain C (275 ± 65 MPa). Ceci rejoint les considérations effectuées précédemment, prédisant l'activation de la transformation martensitique du grain C sous une contrainte appliquée plus élevée que pour les grains A et B. On observe, à l'instar de la cission résolue maximale dans le cas du nickel (cf. chapitre III), que la force critique dans le cas isotrope est supérieure aux F_c des orientations considérées, notamment celle du grain C, supposément maximale. Cette observation montre que la considération de l'isotropie surestime ici la force critique d'activation théorique.

Les forces critiques d'activation ont ensuite été estimées dans le cas de la sollicitation en traction d'un échantillon massif de CuAlBe, à partir de l'équation suivante :

$$F_c = \max_{(v)} \left(g R_{ij}'^{(v)} \sigma_{ij} \right) \quad (\text{IV-3})$$

où le tenseur d'orientation $R_{ij}'^{(v)}$ est déterminé à partir de l'équation (II-70) et des tableaux (IV-1) et (IV-2) et le tenseur de contraintes internes σ_{ij} résultant de la sollicitation en traction d'un grain d'une certaine orientation est issu de la thèse de Kaouache [Kao06b]. Pour cela deux grains d'un échantillon de CuAlBe polycristallin initialement austénitique (de même composition chimique que le matériau considéré dans cette étude) notés G37P3 et G16P3 et respectivement proches des orientations [001] et [111] ont été considérés. Les angles d'Euler de ces grains sont reportés dans le

tableau (IV-12) et les orientations sont représentées sur une figure de pôle inverse, figure (IV-26).

Grain	Angles d'Euler ($\varphi_1, \phi, \varphi_2$)
G37P3	(238°, 27°, 41°)
G16P3	(117°, 34°, 11°)

Tableau (IV-14) : Angles d'Euler des grains G37P3 et G16P3 [Kao06b].

On observe sur la figure (IV-26) que les orientations des grains G37P3 et G16P3 ne se positionnent pas exactement de la même façon que nos grains A, B et C sur la figure de pôle inverse, mais nous supposerons pour la discussion qu'ils sont suffisamment proches pour une estimation de la force critique.

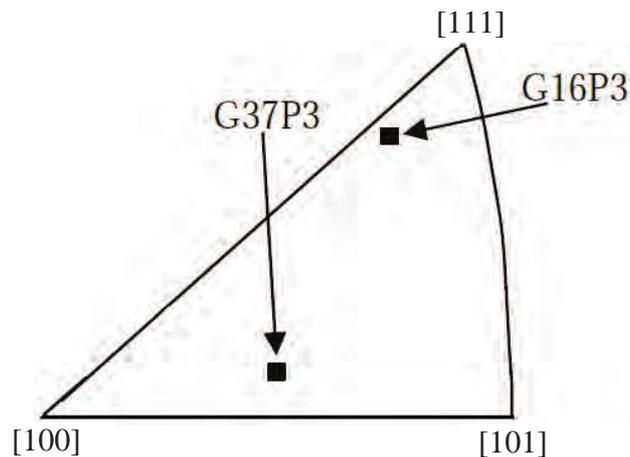


Figure (IV-26) : Position des grains G37P3 et G16P3 d'après [Kao06b].

La figure (IV-27), issue de [Kao06b], représente l'évolution des composantes du tenseur de contraintes internes dans les grains G37P3 et G16P3 sous un chargement de traction macroscopique, jusqu'à apparition de la première plaquette de martensite.

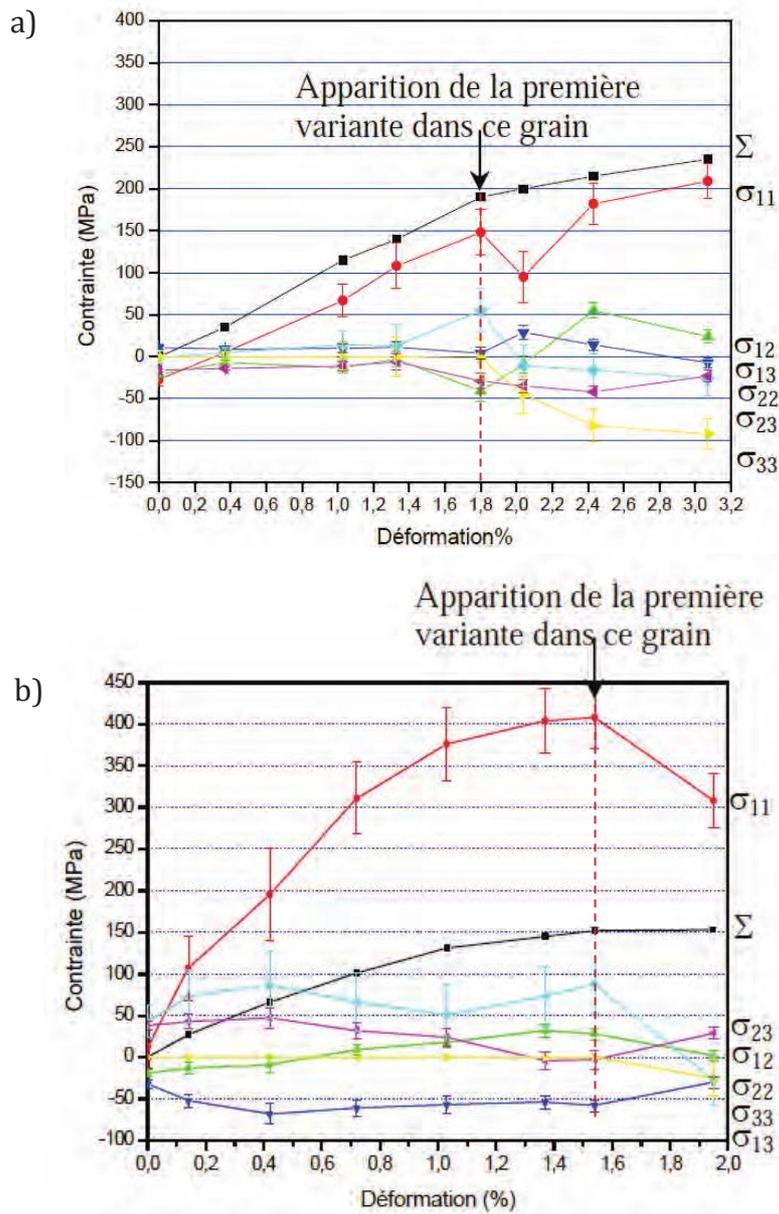


Figure (IV-27) : Evolution de la contrainte macroscopique et des composantes du tenseur de contraintes dans les grains a) G37P3 et b) G16P3 au cours d'essai de traction in-situ [Kao06b].

Les valeurs de la contrainte macroscopique et des composantes du tenseur de contraintes internes relevées à partir de la figure (IV-27) sont reportées dans le tableau (IV-13) pour les grains G37P3 et G16P3.

Grain	Σ (en MPa)	σ_{11} (en MPa)	σ_{22} (en MPa)	σ_{33} (en MPa)	σ_{12} (en MPa)	σ_{13} (en MPa)	σ_{23} (en MPa)
G37P3	190	150	50	0	-40	0	-30
G16P3	150	400	90	0	30	-50	0

Tableau (IV-15) : Valeurs de la contrainte macroscopique et des composantes du tenseur de contraintes internes dans les grains G37P3 et G37P3 lors de l'apparition de la première plaquette de martensite au cours d'un essai de traction in-situ.

Sous ces hypothèses, les forces critiques d'un échantillon de CuAlBe sollicité en traction sont de l'ordre de 14 MPa pour des grains d'orientations proches de [001] et de [111]. Les valeurs obtenues par nanoindentation sont d'environ 240 MPa, ce qui est significativement plus grand que les valeurs du matériau à l'échelle macroscopique. D'après San Juan et al. [San12], qui a discuté ces effets dans le cadre de micro-piliers monocristallins, les défauts microstructuraux aidant à l'activation préférentielle de martensite dans le matériau macroscopique sont les joints de grain, les dislocations et les défauts de surface dus aux concentrations de contraintes. Cependant, dans cette étude les paramètres ont été fixés de façon à réduire au maximum la densité de défauts :

- (i) Les essais de nanoindentation ont été opérés au centre des grains afin d'éviter toute interaction avec les joints de grains et donc de limiter les effets de contraintes d'incompatibilité modifiant le champ de contrainte local dans le critère de Patel-Cohen
- (ii) L'échantillon a été poli mécaniquement avec soin avant d'être électropoli préalablement à chaque essai, dans le but de limiter l'effet des défauts de surface susceptibles d'activer plus facilement la transformation martensitique
- (iii) Le volume affecté sous l'indent est très faible, ce qui réduit la probabilité de la présence de dislocations ou de défauts ponctuels (par rapport aux éprouvettes utilisées dans [Kao06b]).

La densité de sites microstructuraux préférentiels pour l'activation de martensite était donc très faible lors des essais de nanoindentation, conduisant ainsi à une plus grande force critique d'activation. Même si le calcul du champ de contrainte en nanoindentation a été effectué en élasticité isotrope (et qu'un calcul anisotrope complet serait utile dans le futur), les éléments discutés de (i) à (iii) expliqueraient la différence significative

entre les forces critiques obtenues par nanoindentation et les forces critiques sous sollicitation uniaxiales dans quelques grains d'un polycristal.

IV.4. Conclusions du chapitre

Une étude théorique et expérimentale de nanoindentation à faible charge a été réalisée sur un alliage de CuAlBe superélastique afin de déterminer l'influence de l'orientation cristallographique sur l'activation de la transformation martensitique à l'échelle nanométrique.

Les essais de nanoindentation ont été réalisés sur trois grains d'orientations distinctes (dont une très distincte des deux autres) d'un échantillon initialement austénitique. La réponse initiale du matériau au chargement d'indentation est élastique, interrompue par une première excursion en déplacement suivie par un certain nombre d'évènements de type « pop-in » lors de la charge. La décharge montre le même nombre d'excursions en déplacement que la charge, avant de rejoindre la pente élastique initiale. Les courbes d'indentation à faible charge ne présentent aucune déformation résiduelle. La présence d'évènements de type « pop-in » lors de la charge et d'évènements de type « pop-out » lors de la décharge ainsi que l'absence de déformation résiduelle mène à interpréter ces courbes comme la signature d'une transformation martensitique réversible induite par la contrainte. Le même nombre d'excursions en déplacement étant observé lors de la charge et de la décharge, chaque « pop-in » est interprété comme correspondant à la formation d'une plaquette de martensite et chaque « pop-out » comme la transformation inverse de cette plaquette. Cela met en évidence la discontinuité spatiotemporelle de la propagation de la transformation de phase. Bien que la réponse globale du matériau au chargement de nanoindentation soit similaire quelle que soit l'orientation du grain indenté, une différence notable a été observée dans les charges d'activation des « pop-ins » et des « pop-outs ». Des charges d'activation plus faibles ont été reportées pour les grains présentant une orientation proche de [100] que pour le grain d'orientation proche de [111], suggérant une orientation plus favorable à l'activation de la transformation.

Le critère de Patel-Cohen d'indentation, présenté au chapitre II, a été appliqué dans cette étude afin de caractériser l'activation de la transformation martensitique sous

chargement d'indentation pour un contact sphérique. Dans ce chapitre, le PC_{ind} a été calculé sous hypothèse d'un matériau élastique isotrope (au niveau du champ de contraintes) et utilisé afin de prédire l'activation de la première variante de martensite sous l'indent en fonction de l'orientation du cristal d'austénite initial. Cette étude a montré que l'activation de la transformation de phase sous l'indent est plus « aisée » pour une orientation proche de [100] que pour une orientation voisine de [111], corroborant ainsi les observations expérimentales. D'après les calculs numériques, la position de la formation de la première plaquette de martensite par rapport à l'indent dépend fortement de l'orientation du grain considéré de façon à ce que l'ensemble des positions possibles d'activation forme un parabolôïde de révolution. Les orientations montrant un PC_{ind} élevé, donc favorables à l'activation de la transformation se situent majoritairement au sommet tronqué de cette parabole, formant un cercle autour de l'axe z à une profondeur proche de $z/a = 0,48$. L'orientation cristallographique influe donc sur l'activation de la transformation martensitique que ce soit en termes de charge critique d'activation ou de position de l'activation.

Il a finalement été montré que la force d'activation théorique déduite d'après un chargement de nanoindentation est significativement supérieure à celle déduite d'un chargement uniaxial macroscopique dans quelques grains d'un polycristal effectué dans une thèse antérieure. Cette observation peut s'expliquer par la faible densité de points microstructuraux préférentiels pour l'activation de martensite lors d'un essai de nanoindentation.

Cette étude ouvre des perspectives sur l'étude de la nucléation de la transformation à l'échelle nanométrique. Des essais de caractérisation 3D tels que la tomographie pourraient notamment permettre la détermination expérimentale de la position de la formation de la première plaquette de martensite.

Conclusion générale

Ce travail de recherche s'inscrit dans une démarche d'étude des événements discrets à l'origine de mécanismes inélastiques de type glissement ou transformation de phase. Il traite plus particulièrement de la modélisation et de la caractérisation par nanoindentation de l'activation de la plasticité dans les matériaux CFC et de la transformation martensitique dans les AMF. Nous avons vu dans une étude bibliographique que la nanoindentation est une technique expérimentale permettant la caractérisation des matériaux à l'échelle nanométrique, mais que peu d'efforts ont été fournis jusqu'à présent pour caractériser et quantifier l'initiation de la transformation martensitique des AMF à cette même échelle notamment en ce qui concerne l'influence de l'anisotropie plastique associée à l'orientation cristallographique de la phase mère. Cette étude étant relativement complexe et ne faisant pas l'objet de nombreuses publications, une première étude a été réalisée sur le cas référent de l'initiation de la plasticité cristalline dans le nickel pur, ceci afin de valider la procédure expérimentale et le modèle micromécanique.

Des essais de nanoindentation réalisés sur un échantillon de nickel pur ont montré que la réponse initiale du matériau au chargement non-homogène d'indentation est élastique. En effet, il a été montré que la pente parabolique initiale observée sur les courbes d'indentation peut être modélisée par l'estimation de Hertz sous hypothèse d'anisotropie élastique. Il a été observé que pour une certaine charge critique la courbe d'indentation dévie de celle de l'élasticité de Hertz par l'apparition d'une excursion en déplacement. Associé à la présence d'un important déplacement résiduel après décharge complète, ce « pop-in » a été interprété comme témoignant de l'activation de la plasticité dans le matériau indenté. L'apparition des « pop-ins » observés par nanoindentation du nickel est donc intrinsèquement liée à l'activation de la plasticité, ce qui est en accord avec la littérature. Il a, de plus, été observé que les charges d'activation et les longueurs de « pop-in » varient en fonction de l'orientation du grain indenté.

L'activation de la plasticité cristalline a été modélisée par une adaptation du facteur de Schmid classique (décrit pour des sollicitations uniaxiales type traction ou compression dans les CFC) : le « facteur de Schmid d'indentation », proposé initialement par Li et al. [Li11]. Il a été montré que ce facteur de Schmid d'indentation varie en fonction de

l'orientation cristallographique, de façon inversement proportionnelle aux charges critiques d'activation observées expérimentalement au niveau des charges de « pop in ». D'après les calculs numériques réalisés dans un cadre élastique isotrope, la position de l'activation de dislocations par rapport à l'indent dépend fortement de l'orientation du grain considéré de façon à ce que l'ensemble des positions possibles d'activation forme un paraboløide de révolution. Il a aussi été montré que la sélection du premier système de glissement activé sous l'indent dépend uniquement de l'orientation du grain, et non pas du type de chargement. En reliant la longueur des excursions au nombre de dislocations générées par l'indentation, une relation basée sur le bilan d'énergie a été établie entre l'orientation cristallographique et le nombre de dislocations activées sous l'indent. L'orientation cristallographique joue donc un rôle déterminant sur l'initiation de la plasticité cristalline, que ce soit en termes de charge critique d'activation, de nombre de dislocations générées, de système de glissement sollicité ou de position spatiale de l'activation.

Des essais de nanoindentation ont ensuite été réalisés sur un échantillon d'alliage CuAlBe initialement dans un état austénitique à température ambiante. Il a été montré que la réponse initiale du matériau au chargement d'indentation correspond à l'élasticité de l'austénite, et qu'elle peut être modélisée par l'estimation de Hertz en anisotropie élastique. La courbe d'indentation dévie de cette courbe élastique par l'apparition d'une première excursion en déplacement suivie par un certain nombre d'évènements de type « pop-in » lors de la charge. La décharge montre le même nombre d'excursions en déplacement que la charge, avant de rejoindre la pente élastique initiale. La déformation résiduelle observée sur les courbes d'indentation est nulle ou quasi-nulle. La présence d'évènements de type « pop-in » lors de la charge et d'évènements de type « pop-out » lors de la décharge ainsi que d'une très faible déformation résiduelle mène à interpréter ces courbes comme témoignant d'une transformation martensitique réversible induite par la contrainte. Le même nombre d'excursions en déplacement étant observé lors de la charge et de la décharge, chaque « pop-in » a été interprété comme correspondant à la formation d'une plaquette de martensite et chaque « pop-out » comme la transformation inverse de cette plaquette. Cela montre la discontinuité spatiotemporelle de la propagation de la transformation de phase.

Dans le cas de la transformation martensitique des AMF, aucun critère n'avait été proposé à notre connaissance jusqu'à présent afin de prédire l'activation de ce mécanisme sous chargement hétérogène (ce qui a motivé la publication des résultats de la thèse dans le journal Mater. Sci. Eng. A en 2013 [Cae13]). Un nouveau critère a donc été développé pour la première fois dans cette étude, le critère de Patel et Cohen d'indentation. Il a été montré que ce nouveau critère ne s'applique pas seulement à la formation de la première plaquette de martensite, mais aussi à sa transformation inverse (retour à l'état austénitique) notamment concernant le premier « pop-in » et le dernier « pop-out » associé. Les essais de nanoindentation réalisés sur l'alliage CuAlBe initialement austénitique ont montré une différence dans les charges d'activation des « pop-ins » et des « pop-outs » et également dans les amplitudes de l'hystérésis en fonction de l'orientation du grain indenté suggérant de facto qu'il existe des orientations préférentielles pour l'activation de la transformation. Il a été montré que le critère de Patel-Cohen d'indentation varie en fonction de l'orientation cristallographique de façon inversement proportionnelle aux charges critiques obtenues par nanoindentation, corroborant ainsi les observations expérimentales. D'après les calculs numériques la position de l'activation de la première variante de martensite par rapport à l'indent dépend fortement de l'orientation du grain considéré : l'ensemble des positions possibles d'activation forme un paraboloïde de révolution sous l'indent. Les orientations montrant un critère de Patel-Cohen d'indentation élevé, donc favorables à l'activation de la transformation, se situent majoritairement au sommet tronqué de cette parabole, formant un cercle autour de l'axe de l'indent à une profondeur proche de 0,48 fois le rayon de contact. Il a aussi été montré que la sélection de la première variante activée dépend de l'orientation cristallographique mais aussi du type de sollicitation. L'orientation cristallographique influe donc sur l'activation de la transformation martensitique que ce soit en termes de charge critique d'activation, de position de l'activation ou de sélection de la première variante activée.

Cette étude ouvre des perspectives sur l'étude de l'initiation de la transformation martensitique à l'échelle nanométrique dont les principales sont listées ci-après à court et moyen terme. L'initiation de la plasticité cristalline et de la transformation martensitique a été modélisée à partir de critères d'activation basés sur des considérations micromécaniques. Des calculs de dynamique moléculaire représentant l'activation de ces mécanismes sous chargement de nanoindentation pourraient bientôt

être réalisés et ainsi venir corroborer les résultats obtenus par la modélisation micromécanique en termes de force critique et de position de l'activation. L'enjeu principal de ces simulations sera d'utiliser un potentiel interatomique performant pour le CuAlBe, qui n'a, à notre connaissance, pas encore été déterminé.

La modélisation de l'activation des deux mécanismes inélastiques considérés dans cette étude a nécessité le calcul du champ de contrainte induit dans le matériau par la pénétration de l'indent avec rayon de contact sphérique. Ce champ de contrainte généré par l'indentation a été déterminé d'après la mécanique du contact de Johnson, sous hypothèse d'un matériau élastique linéaire isotrope. Or afin de prendre en compte les effets d'orientation (importants à l'échelle de l'étude) et la forte anisotropie cristalline du CuAlBe ($A = 13$), il s'avère pertinent de considérer l'anisotropie du matériau dans le calcul du champ de contrainte en utilisant les fonctions de Green de milieux semi-infinis et le formalisme des matrices de Stroh.

Une fois le code validé en anisotropie élastique il pourrait alors être intégré aux modèles micromécaniques et éléments finis (par le biais de sous-routines UMAT pour Abaqus) développés par ailleurs au laboratoire. Cela permettrait à ces modèles de prendre en considération le caractère discret des mécanismes inélastiques étudiés dans cette thèse au niveau de leur force d'activation directionnelle..

Les campagnes d'essais menées sur le nickel et sur l'alliage CuAlBe se sont respectivement concentrées sur 4 et 3 orientations particulières. Afin d'étendre la gamme de points de comparaison expérience/théorie, il serait pertinent d'augmenter la base de données expérimentale.

Il a été observé lors des tests d'indentation menés sur le CuAlBe que le bruit est beaucoup plus important et la détection du point de contact plus difficile que pour les essais menés sur le nickel. Cela a été attribué à la faible profondeur d'indentation nécessaire à l'observation d'excursions en déplacement dus à la transformation martensitique et à la très faible charge d'activation de ces « pop-ins ». L'utilisation d'un ultra-nanoindenteur présentant des gammes d'efforts et de déplacements plus faibles que la machine d'indentation utilisée dans cette étude pourrait limiter ces phénomènes et permettre une meilleure détermination des charges critiques d'activation des « pop-ins » et des « pop-out » mais aussi des longueurs de ces excursions.

Dans cette thèse, les forces thermodynamiques obtenues par le calcul ont pu être comparées et validées par les courbes résultantes de nanoindentation. Cependant, par faute de temps, les données relatives à la position de l'activation et à la sélection du premier évènement inélastique (système de glissement ou variante) n'ont pas pu être validées par l'expérience. Des essais de caractérisation 3D tels que des tests de nanoindentation réalisés sous microtomographie pourraient notamment permettre la détermination expérimentale de la première plaquette de martensite et de sa position sous l'indent.

Cette étude s'est concentrée sur la transformation martensitique induite par la contrainte à température ambiante. La mise en place d'un système de chauffage-refroidissement pourrait permettre la détermination de l'influence de la température sur la transformation martensitique lors d'un chargement de nanoindentation. Des essais à température supérieure à l'ambiante pourraient aussi permettre de caractériser la réorientation de la martensite thermique lors de l'application d'une contrainte.

Il a été noté dans le premier chapitre que l'étude des effets de taille est l'un des enjeux actuels de la nanoindentation. Etant donné la faible échelle de la présente étude, nombre de ces effets peuvent intervenir sur les résultats expérimentaux. En particulier, la détermination de l'influence du rayon d'indent et de la distance entre l'indentation et le joint de grain le plus proche sur l'activation de la transformation martensitique permettrait à l'avenir d'évaluer l'influence de ces effets de taille sur les résultats de nanoindentation.

Bibliographie

- [Ahn10] T.-H. Ahn, C.-S. Oh, D.H. Kim, K.H. Oh, H. Bei, E.P. George, H.N. Han, Investigation of strain-induced martensitic transformation in metastable austenite using nanoindentation, *Scripta Materialia*, **63** (2010) 540-543.
- [Ant02] J.M. Antunes, A. Cavaleiro, L.F. Menezes, M.I. Simões, J.V. Fernandes, Ultra-microhardness testing procedure with Vickers indenters, *Surface Coatings Technology*, **149** (2002) 27-35.
- [Arc09] M. Arciniegas, Y. Gaillard, J. Peña, J.M. Manero, F.J. Gil, Thermoelastic phase transformation in TiNi alloys under cyclic instrumented indentation, *Intermetallics*, **17** (2009) 784-791.
- [Bah98] D.F. Bahr, D.E. Kramer, W.W. Gerberich, Non-linear deformation mechanisms during nanoindentation, *Acta Materialia*, **46** (1998) 3605-3617.
- [Bah05] D.F. Bahr, G. Vasquez, Effect of solid solution impurities on dislocation nucleation during nanoindentation, *Journal of Materials Research*, **20** (2005) 1947-1951.
- [Bar12] A. Barnoush, Correlation between dislocation density and nanomechanical response during nanoindentation, *Acta Materialia*, **60** (2012) 1268-1277.
- [Bas06] S. Basu, A. Moseon, M.W. Barsoum, On the determination of spherical nanoindentation stress-strain curves, *Journal of Materials Research*, **21** (2006) 2628-2637.
- [Bob96] M.S. Bobji, M. Fahim, S.K. Biswas, Hardness estimated from the indentation of a spherical body. Some implications for nanoindentation test results, *Tribology Letters*, **2** (1996) 381-391.
- [Bob99] M.S. Bobji, K. Shivakumar, H. Alehossein, V. Venkateshwarlu, S.K. Biswas, Influence of surface roughness on the scatter in hardness measurements-a numerical study, *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, **36** (1999) 399-404.
- [Bol98] A. Bolshakov, G.M. Pharr, Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques, *Journal of Materials Research*, **17** (1998) 1049-1058.

[Bou85] J. Boussinesq, Application des potentiels à l'étude de l'équilibre et du mouvement des solides élastiques, Gautier-Villars, Paris, 1885.

[Buc03] J.L. Bucaille, S. Stauss, E. Felder, J. Michler, Determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using different sharp indenters, *Acta Materialia*, **51** (2003) 1663-1678.

[Cae13] C. Caër, E. Patoor, S. Berbenni, J.-S. Lecomte, Stress-induced pop-in and pop-out events in CuAlBe shape memory alloys, *Materials Science and Engineering A*, **587** (2013) 304-312.

[Cao04] Y.P. Cao, J. Lu, A new method to extract the plastic properties of metal materials from an instrumented spherical indentation loading curve, *Acta Materialia*, **52** (2004) 4023-4032.

[Cao05] Y. Cao, D. Yang, W. Soboyejoy, Nanoindentation method for determining the initial contact and adhesion characteristics of soft polydimethylsiloxane, *Journal of Materials Research*, **20** (2005) 2004-2011.

[Cer82] V. Cerruti, Recherche intorno all' equilibrio de' corpi elastici isotropi, Reale Accademia dei Lincei Roma, **13** (1882) 81-122.

[Cha09] L. Chang, L.C. Zhang, Deformation mechanisms at pop-out in monocrystalline silicone nanoindentation, *Acta Materialia*, **57** (2009) 2148-2153.

[Che04] Y.-T. Cheng, C.-M. Cheng, Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements, *Materials Science and Engineering R*, **44** (2004) 91-149.

[Che09] Y. Chemisky, Modélisation du comportement macroscopique des alliages à mémoire de forme – Application aux matériaux composites, Thèse de doctorat, Université Paul Verlaine, 2009.

[Che11] Y. Chemisky, A. Duval, E. Patoor, T. Ben Zineb, Constitutive model for shape memory alloys including phase transformation, martensitic reorientation and twins accommodation, *Mechanics of Materials*, **43** (2011) 361-376.

[Che98] Y.-T. Cheng, C.-M. Cheng, Scaling approach to conical indentation in elastic-plastic solids with work-hardening, *Journal of Applied Physics*, **84** (1998) 1284-1291.

- [Che99] Y.-T. Cheng, C.-M. Cheng, Scaling relationships in conical indentation of elastic perfectly plastic solids, *International Journal of Solids and Structures*, **36** (1999) 1231-1243.
- [Chi02] Y.L. Chiu, A.H.W. Ngan, Time-dependent characteristics of incipient plasticity in nanoindentation of a Ni₃Al single crystal, *Acta Materialia*, **50** (2002) 1599-1611.
- [Cho03] N. Chollacoop, M. Dao, S. Suresh, Depth-sensing instrumented indentation with dual sharp indenters, *Acta Materialia*, **51** (2003) 3713-3729.
- [Cor09] M.J. Cordill, N.R. Moody, W.W. Gerberich, The role of dislocation walls for nanoindentation to shallow depths, *International Journal of Plasticity*, **25** (2009) 281-301.
- [Cro07] W.C. Crone, H. Brock, A. Creuziger, Nanoindentation and microindentation of CuAlNi shape memory alloy, *Experimental Mechanics*, **47** (2007) 133-142.
- [Dao01] 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*, **49** (2001) 3899-3918.
- [DCO70] DCOM70-050, Indentation Manual.
- [Deu07] J. Deuschle, S. Enders, E. Artz, Surface detection in nanoindentation of soft polymers, *Journal of Materials Research*, **22** (2007) 3107-3119.
- [DeV78] J. De Vos, E. Aernoudt, L. Delaey, The crystallography of the martensitic transformation of B.C.C. into 9R: a generalized mathematical model, *Zeitschrift für Metallkunde*, **69** (1978) 438-455.
- [Die08] M. Dietiker, R.D. Nylas, C. Solenthaler, R. Spolenak, Nanoindentation of single-crystalline gold thin films: correlating hardness and the onset of plasticity, *Acta Materialia*, **56** (2008) 3887-3899.
- [Doe86] M.F. Doerner, W.D. Nix, A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments, *Journal of Materials Research*, **1** (1986) 601-609.

- [Dur06] K. Durst, B. Backes, O. Franke, M. Göken, Indentation size effect in metallic materials: Modeling strength from pop-in to macroscopic hardness using geometrically necessary dislocations, *Acta Materialia*, **54** (2006) 2547-2555.
- [Ebi10] T. Ebisu, S. Horibe, Analysis of the indentation size effect in brittle materials nanoindentation load-displacement curve, *Journal of the European Ceramic Society*, **30** (2010) 2419-2426.
- [Ent96] D. Entemeyer, Etude micromécanique du comportement thermodynamique des alliages à mémoire de forme, Thèse de doctorat, Université de Metz, 1996.
- [Esp06] H.D. Espinosa, M. Panico, S. Berbenni, K.W. Schwarz, Discrete dislocation dynamics simulations to interpret plasticity size and surface effects in freestanding FCC thin films, *International Journal of Plasticity*, **22** (2006) 2091-2117.
- [Fie93] J.S. Field, M.V. Swain, A simple predictive model for spherical indentation, *Journal of Materials Research*, **8** (1993) 297-306.
- [Fis00] A.C. Fischer-Cripps, A review of analysis methods for sub-micron indentation testing, *Vacuum*, **58** (2000) 569-585.
- [Fis06] A.C. Fischer-Cripps, Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data, *Surface and Coatings Technology*, **200** (2006) 4153-4165.
- [Fis09] A.C. Fisher-Cripps, The IBIS Handbook of Nanoindentation, Fischer-Cripps Laboratories Pty Ltd., Forestville, Australia, 2009.
- [Fra93] D. François, A. Pineau, A. Zaoui, Viscoplasticité, endommagement, mécanique de la rupture, mécanique du contact, Hermès, Paris, 1993.
- [Fri06] C.P. Frick, T.W. Lang, K. Spark, K. Gall, Stress-induced martensitic transformations and shape memory at nanometer scales, *Acta Materialia*, **54** (2006) 2223-2234.
- [Fuj08] N. Fujisawa, R.T. Keikotlhaile, J.E. Bradby, J.S. Williams, Indentation-induced phase transformations in silicon as a function of history of unloading, *Journal of Materials Research*, **23** (2008) 2645-2649.

- [Gai06] Y. Gaillard, C. Tromas, J. Woïrgard, Quantitative analysis of dislocation pile-ups nucleated during nanoindentation in MgO, *Acta Materialia*, **54** (2006) 1409-1417.
- [Gao00] W. Gao, R.J. Hocken, J.A. Patten, J. Lovingood, D.A. Lucca, Construction and testing of a nanomachining instrument, *Journal of the International Societies for Precision Engineering and Nanotechnology*, **24** (2000) 320-328.
- [Ger95] W.W. Gerberich, S.K. Venkataraman, H. Huang, S.E. Harvey, D.L. Kohlstedt, The injection of plasticity by millinewton contacts, *Acta Metallurgica et Materialia*, **43** (1995) 1569-1576.
- [Ger96] W.W. Gerberich, J.C. Nelson, E.T. Lilleoden, P. Anderson, J.T. Wyrobek, Indentation induced dislocation nucleation: the initial yield point, *Acta Materialia*, **44** (1996) 3585-3598.
- [Ger99] W.W. Gerberich, D.E. Kramer, N.I. Tymiak, A.A. Volinsky, D.F. Bahr, M.D. Kriese, Nanoindentation-induced defect-interface interactions: phenomena, methods and limitations, *Acta Materialia*, **47** (1999) 4115-4123.
- [Ger05] W.W. Gerberich, M.J. Cordill, W.M. Mook, N.R. Moody, C.R. Perrey, C.B. Carter, R. Mukerjee, S.L. Girshick, *Acta Materialia*, **53** (2005) 2215-2229.
- [Gou00] A. Gouldstone, H.-J. Koh, K.-Y. Zeng, A.E. Giannakopoulos, S. Suresh, Discrete and continuous deformation during nanoindentation of thin films, *Acta Materialia*, **48** (2000) 2277-2295.
- [Gou07] A. Gouldstone, N. Chollacoop, M. Dao, J. Li, A.M. Minor, Y.-L. Shen, Indentation across size scale and disciplines: Recent developments in experimentation and modeling, *Acta Materialia*, **55** (2007) 4015-4039.
- [Gra07] S. Graca, R. Colaço, R. Vilar, Indentation size effect in nickel and cobalt laser clad coatings, *Surface & Coatings Technology*, **202** (2007) 538-548.
- [Gui10] S. Guicciardi, C. Melandri, F.T. Monteverde, Characterization of pop-in phenomena and indentation modulus on a polycrystalline ZrB₂, *Journal of the European Ceramic Society*, **30** (2010) 1027-1034.

- [Hab06] B. Haberl, J.E. Bradby, S. Ruffell, J.S. Williams, P. Munroe, Phase transformation induced by spherical indentation in ion-implanted amorphous silicon, *Journal of Applied Physics*, **100** (2006) 013520.
- [Hay99] J.C. Hay, A. Bolshakov, G.M. Pharr, A critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data, *Journal of Materials Research*, **14** (1999) 2296-2305.
- [Hen95] B.C. Hendrix, The use of shape correction factors for elastic indentation measurements, *Journal of Materials Research*, **10** (1995) 255-257.
- [Her00] K. Herrmann, N.M. Jennett, W. Wegener, J. Meneve, K. Hasche, R. Seemann Progress in determination of the area function of indenters used for nanoindentation, *Thin Solid Films*, **377-378** (2000) 394-400.
- [Her01] E.G. Herbert, G.M. Pharr, W.C. Oliver, B.N. Lucas, J.L. Hay, On the measurement of stress-strain curves by spherical indentation, *Thin Solid Films*, **398-399** (2001) 331-335.
- [Her82] H. Hertz, Über die Berührung fester elastischer Körper, *Journal für die reine und angewandte Mathematik*, **92** (1882) 156-171.
- [Hua13] H. Huang, H. Zhao, C. Shi, L. Zhang, C. Geng, Randomness and statistical laws of indentation-induced pop-out in single crystal silicon, *Materials*, **6** (2013) 1496-1505.
- [ISO14] ISO/DIS Standard 14577-4.
- [Joh85] K.L. Johnson, Contact Mechanics, Cambridge University Press, Cambridge, 1985.
- [Jul03] T. Juliano, Y. Gogotsi, V. Domnich, Effect of indentation unloading conditions on phase transformation induced events in silicon, *Journal of Materials Research*, **18** (2003) 1192-1201.
- [Jul04] T. Juliano, V. Domnich, Y. Gogotsi, Examining pressure-induced phase transformation in silicon by spherical indentation and Raman spectroscopy: A statistical study, *Journal of Materials Research*, **19** (2004) 3099-3108.
- [Kan12] S. Kang, Y.-S. Jung, B.-G. Yoo, J.-I. Jang, Y.-K. Lee, Orientation-dependent indentation modulus and yielding in a high Mn twinning-induced plasticity steel, *Material Science and Engineering A*, **532** (2012) 500-504.

- [Kao06a] B. Kaouache, S. Berveiller, K. Inal, A. Eberhardt, E. Patoor, Martensitic transformation criteria in Cu-Al-Be shape memory alloy—In situ analysis, *Materials Science and Engineering A*, **438-440** (2006) 773-778.
- [Kao06b] B. Kaouache, Analyse multiéchelles de la transformation martensitique induite par la contrainte dans les alliages à mémoire de forme. Corrélation contraintes-microstructure, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2006.
- [Kau09] J.D. Kaufman, C.M. Klapperich, Surface detection errors cause overestimation of the modulus in nanoindentation of soft materials, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, **2** (2009) 312-317.
- [Kee05] K.O. Kese, Z.C. Li, B. Bergman, Method to account for true contact area in soda-lime glass during nanoindentation with the Berkovich tip, *Materials Science and Engineering A*, 404 (2005) 1-8.
- [Kin87] R.B. King, Elastic analysis of some punch problems for a layered medium, *International Journal of Solids and Structures*, **23** (1987) 1657-1664.
- [Kro81] E. Kröner, *Continuum theory of defects*, Physics of Defects, R. Balian et al., New York, 1981, 215-315.
- [Lag08] D.C. Lagoudas, Shape Memory Alloys – Modeling and Engineering Applications, Sciences Sup. Springer US 2008.
- [Lar96] P.-L. Larsson, A.E. Giannakopoulos, E. Söderlund, D.J. Rowcliffe, R. Vestergaard, Analysis of Berkovich indentation, *International Journal of Solids and Structures*, **33** (1996) 221-248.
- [Law12] S.K. Lawrence, D.F. Bahr, H.M. Zbib, Crystallographic orientation and indenter radius effects on the onset of plasticity during nanoindentation, *Journal of Materials Research*, **27** (2012) 3058-3066.
- [Lee05] H. Lee, J.H. Lee, G.M. Pharr, A numerical approach to spherical indentation techniques for material property evaluation, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, **53** (2005) 2037-2069.

[Li10] J. Li, Y. Ni, H. Wang, J. Mei, Effects of crystalline anisotropy and indenter size on nanoindentation by multiscale simulation, *Nanoscale Research Letters*, **5** (2010) 420-432.

[Li11] T.L. Li, Y.F. Gao, H. Bei, E.P. George, Indentation Schmid factor and orientation dependence of nanoindentation pop-in behavior of NiAl single crystals, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, **59** (2011) 1147-1162.

[Lov29] A.E.H. Love, Stress produced in a semi-infinite solid by pressure on part of the boundary, *Philosophical Transactions of the Royal Society*, **A228** (1929) 377-420.

[Ma05] X.-G. Ma, K. Komvopoulos, In situ transmission electron microscopy and nanoindentation studies of phase transformation and pseudoelasticity of shape-memory titanium-nickel films, *Journal of Materials and Research*, **20** (2005) 1808-1814.

[Mal08] B. Malard, Caractérisation multiéchelle par diffraction de neutrons et rayonnement synchrotron de la transformation martensitique sous contrainte dans un alliage à mémoire de forme CuAlBe, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2008.

[Mao12] W. Mao, Y. Shen, Nanoindentation study of pop-in phenomenon characteristics and mechanical properties of Sapphire (10 $\bar{1}2$) crystal, *Journal of the American Ceramic Society*, **95** (2012) 3605-3612.

[Mas06] J.K. Mason, A.C. Lund, C.A. Schuh, Determining the activation energy and volume for the onset of plasticity during nanoindentation, *Physical Review B*, **73** (2006) 054102.

[McE98] K.W. McElhane, J.J. Vlassak, W.D. Nix, Determination of indenter tip geometry and indentation contact area for depth-sensing indentation experiment, *Journal of Materials Research*, **13** (1998) 1300-1306.

[Mir04] R.A. Mirshams, P. Parakala, Nanoindentation of nanocrystalline Ni with geometrically different indenters, *Materials Science and Engineering A*, **372** (2004) 252-260.

[Mor04] D.J. Morris, S.B. Myers, R.F. Cook, Sharp probes of varying acuity: Instrumented indentation and fracture behavior, *Journal of Materials Research*, **19** (2004) 165-175.

- [Mor98] F. Moreau, Etude par diffraction des rayons X des effets du cyclage pseudo-élastique de l'alliage à mémoire de forme Cu-Al-Be, Thèse de doctorat, Université de Metz, 1998.
- [Moy99] S. Moyne, C. Poilane, K. Kitamura, S. Miyazaki, P. Delobelle, C. LExcellent, Analysis of the thermomechanical behavior of Ti-Ni shape memory alloy thin film by bulging and nanoindentation procedure, *A273-275 (1999) 727-732*.
- [Mui06] A.J. Muir Wood, T.W. Clyne, Measurement and modeling of the nanoindentation response of shape memory alloys, *Acta Materialia*, **54** (2006) 5067-5615.
- [Nic02] C. Niclaeys, Comportement des monocristaux en AMF. Application au comportement des polycristaux, Thèse de doctorat, Université de Metz, 2002.
- [Nic03] C. Niclaeys, T. Ben Zineb, E. Patoor, Influence of the microstructure on the SMA behavior, *Journal de Physique IV*, **112** (2003) 175-178.
- [Nic05] L. Nicola, E. Van der Giessen, A. Needleman, Size effects in polycrystalline thin films analyzed by discrete dislocation plasticity, *Thin Solid Films*, **479** (2005) 329-338.
- [Nix98] W.D. Nix, H. Gao, Indentation size effects in crystalline materials: a law for strain gradients plasticity, *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, **46** (1998) 411-425.
- [Noh08] J. Nohava, N.X. Randall, N. Conté, Novel ultra nanoindentation method with extremely low thermal drift: Principle and experimental results, *Journal of Materials Research*, **24** (2009) 873-882.
- [Ode05] G.M. Odegard, T.S. Gates, H.M. Herring, Characterization of viscoelastic properties of polymeric materials through nanoindentation, *Society for Experimental Mechanics*, **45** (2005) 130-136.
- [Oli92] W.C. Oliver, G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus, *Journal of Materials Research*, **7** (1992) 1564-1583.
- [Oli04] W.C. Oliver, G.M. Pharr, Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation, *Journal of Materials Research*, **19** (2004) 3-20.
- [Ots98] K. Otsuka, C. Wayman, Shape Memory Materials, Sciences sup. Cambridge University Press, Cambridge (Royaume-Uni), 1998.

- [Pag92] T.F. Page, W.C. Oliver, C.J. McHargue, The deformation behavior of ceramic crystals subjected to very low load (nano)indentations, *Journal of Materials Research*, **7** (1992) 450-473.
- [Pat06] E. Patoor, D.C. Lagoudas, P.B. Entchev, L.C. Brinson, X. Gao, Shape Memory Alloys, Part I: General properties and modeling of single crystals, *Mechanics of Materials*, **38** (2006) 391-429.
- [Pat09] S. Pathak, Development and validation of a novel data analysis procedure for spherical nanoindentation, Thèse de doctorat, Drexel University (Etats-Unis), 2009.
- [Pat53] J.R. Patel and M. Cohen, Criterion for the action of applied stress in the martensitic transformation, *Acta Metallurgica*, **1** (1953) 531-538.
- [Pat90] E. Patoor, M. Berveiller, Les alliages à mémoire de forme, Technologies de pointe, Hermes, 1990.
- [Pat95] E. Patoor, M. El Amrani, A. Eberhardt, M. Berveiller, Determination of the origin for the dissymmetry observed between tensile and compression tests on Shape Memory Alloys, *Journal de Physique IV*, **5** (1995) 495-500.
- [Per10] C. Perrin, Etude expérimentale et modélisation des microstructures de déformation plastique intragranulaires discrètes, Thèse de doctorat, Université Paul Verlaine de Metz, 2010.
- [Pet87] J.B. Pethica, W.C. Oliver, Tip surface interactions in STM and AFM, *Physica Scripta*, **T19A** (1987) 61-66.
- [Pfe12] J. Pfetzinger-Micklich, R. Ghisleni, T. Simon, C. Somsen, J. Michler, G. Eggeler, Orientation dependence of stress-induced phase transformation and dislocation plasticity in NiTi shape memory alloys on the micro scale, *Materials Science and Engineering A*, **538** (2012) 265-271.
- [Pfe13] J. Pfetzinger-Micklich, C. Somsen, A. Dlouhy, C. Begau, A. Hartmaier, M.F.-X. Wagner, G. Eggeler, On the crystallographic anisotropy of nanoindentation in pseudoelastic NiTi, *Acta Materialia*, **61** (2013) 602-613.

- [Pha02] G.M. Pharr, A. Bolshakov, Understanding nanoindentation unloading curves, *Journal of Materials Research*, **17** (2002) 2660-2671.
- [Pre07] W.H. Press, S.A. Teukolsky, W.T. Vetterling, B.P. Flannery, Numerical Recipes, Cambridge University Press, New-York, 2007.
- [Qas06] M. Qasmi, P. Delobelle, Influence of the average roughness R_{ms} on the precision of the modulus and hardness determination using nanoindentation technique with a Berkovich indenter, *Surface and Coatings Technology*, **201** (2006) 1191-1199.
- [Ran97] N.X. Randall, C. Julia-Schmutz, J.M. Soro, J. von Stebut, G. Zacharie, Novel nanoindentation method for characterizing multiscale materials, *Thin Solid Films*, **17** (2002) 2660-2671.
- [Rao07] R. Rao, J.E. Bradby, S. Ruffell, J.S. Williams, Nanoindentation-induced phase transformation in crystal silicon and relaxed amorphous silicon, *Microelectronics Journal*, **38** (2007) 722-726.
- [Rio91] D. Rios-Jara, A. Planes, Ll. Mañosa, J. Ortin, S. Belkahla, M. Morin, G. Guénin, J.L. Macqueron, Martensitic transition entropy changes and elastic constants of Cu-Al-Be alloys, *Journal de Physique IV*, **1** (1991) 283-288.
- [Rod03] D. Rodriguez-Marek, M. Pang, D.F. Bahr, Mechanical measurements of passive film fracture on an austenitic stainless steel, *Metallurgical and Materials Transactions A*, **34A** (2003) 1291-1296.
- [Ruf07] S. Ruffell, J.E. Bradby, J.S. Williams, P. Munroe, Formation and growth of nanoindentation-induced high pressure phases in crystalline and amorphous silicon, *Journal of Applied Physics*, **102** (2007) 063521.
- [Sal13] I. Salehinia, S.K. Lawrence, D.F. Bahr, The effect of crystal orientation on the stochastic behavior of dislocation nucleation and multiplication during nanoindentation, *Acta Materialia*, **61** (2013) 1421-1431.
- [Sán08] F.M. Sánchez-Arévalo, G. Pulos, Use of digital image correlation to determine the mechanical behavior of materials, *Materials Characterization*, **59** (2008) 1572-1579.

- [San11] J. San Juan, M.L. Nó, C.A. Schuh, Thermomechanical behavior at the nanoscale and size effects in shape memory alloys, *Journal of Materials Research*, **26** (2011) 2461-2469.
- [San12] J. San Juan, M.L. Nó, C.A. Schuh, Superelastic cycling of Cu-Al-Ni shape memory alloy micropillars, *Acta Materialia*, **60** (2012) 4093-4106. [Sch04] C.A. Schuh, A.C. Lund, Application of nucleation theory to the rate dependence of incipient plasticity during nanoindentation, *Journal of Materials Research*, **19** (2004) 2152-2158.
- [Sch06] N. Schwarzer, T. Chudoba, F. Richter, Investigation of ultra thin coatings using nanoindentation, *Surface and Coatings Technology*, **200** (2006) 5566-5580.
- [Sch35] E. Schmid, W. Boas, Kristallplastizität mit Besonderer Berücksichtigung der Metalle. Springer, New York, 1935.
- [Shi08] S. Shim, H. Bei, E.P. George, G.M. Pharr, A different type of indentation size effect, *Scripta Materialia*, **59** (2008) 1095-1098.
- [Sim71] G. Simmons, H. Wang, Single Crystal Elastic Constants and Calculated Aggregate Properties: A Handbook, second ed., MIT, Cambridge, 1971.
- [Sir99] N. Siredey, E. Patoor, M. Berveiller, A. Eberhardt, Constitutive equations for polycrystalline thermoelastic shape memory alloys. Part I. Intragranular interactions and behavior of the grain, *International Journal of Solids and Structures*, **36** (1999) 4289-4315.
- [Sne65] I.N. Sneddon, Relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile, *International Journal of Engineering Sciences*, **3** (1965) 47-57.
- [Shi04] Y. Shibutani, A. Koyama, Surface roughness effects on the displacement bursts observed in nanoindentation, *Journal of Materials Research*, **19** (2004) 183-188.
- [Shi07] Y. Shibutani, T. Tsuru, A. Koyama, Nanoplastic deformation of nanoindentation: Crystallographic dependence of displacement bursts, *Acta Materialia*, **55** (2007) 1813-1822.

- [Soe05] W.A. Soer, K.E. Aifantis, J.Th.M. De Hosson, Incipient plasticity during nanoindentation at grain boundaries in body-centered cubic metals, *Acta Materialia*, **53** (2005) 4665-4676.
- [Ste12] D.E. Stegall, Md. Abdullah Mamum, B. Crawford, A. Elmustafa, Indentation size effect in FCC metals: An examination of experimental techniques and the bilinear behavior, *Journal of Materials Research*, **27** (2012) 1543-1552.
- [Sug04] M. Suganuma, M.V. Swain, Simple method and critical comparison of frame compliance and indenter area function for nanoindentation, *Journal of Materials Research*, **308-309** (1997) 297-303.
- [Sur99] S. Suresh, T.-G. Nieh, B.W. Choi, Nano-indentation of copper thin films on silicon substrates, *Scripta Materialia*, **41** (1999) 951-957.
- [Sye97] S.A. Syed Asif, J.B. Pethica, Nanoindentation creep of single-crystal tungsten and gallium arsenide, *Philosophical Magazine A*, **76** (1997) 1105-1118.
- [Tab48] D. Tabor, A simple theory of static and dynamic hardness, *Proceedings of the Royal Society A*, **192** (1948) 247-274.
- [Thu02] J. Thurn, R.F. Cook, Simplified area function for sharp indenter tips in depth-sensing indentation, *Journal of Materials Research*, **17** (2002) 1143-1146.
- [Tym01] N.I. Tymiak, D.E. Kramer, D.F. Bahr, T.J. Wyrobek, W.W. Gerberich, Plastic strain and strain gradients at very small indentation depths, *Acta Materialia*, **49** (2001) 1021-1034.
- [Vad06] S. Vadalakonda, R. Banerjee, A. Puthcode, R. Mirsham, Comparison of incipient plasticity in bcc and fcc metals studied using nanoindentation, *Materials Science and Engineering A*, **426** (2006) 208-213.
- [Ven93] S.K. Venkataraman, D.L. Kohlstedt, W.W. Gerberich, Continuous microindentation of passivating surfaces, *Journal of Materials Research*, **8** (1993) 685-688.
- [Vla93] J.J. Vlassak, W.D. Nix, Indentation modulus of elastically anisotropic half spaces, *Philosophical Magazine A*, **67** (1993) 1045-1056.

- [Vla94] J.J. Vlassak, W.D. Nix, Measuring the elastic properties of anisotropic materials by means of indentation experiments, *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, **42** (1994) 1223-1245.
- [Vod04] T. Vodenitcharova, L.C. Zhang, A new constitutive model for the phase transformations in mono-crystalline silicon, *International Journal of Solids and Structures*, **41** (2004) 5411-5424.
- [Wec53] M.S. Wechsler, D.S. Lieberman, T.A. Read, On the theory of the formation of martensite, *Transactions of AIME*, **197** (1953) 1503-1516.
- [Whi05] C.C. White, M.R. Vanlandingham, P.L. Drzal, N.-K. Chang, S.-H. Chang, Viscoelastic characterization of polymers using instrumented indentation. II. Dynamic testing, *Journal of Polymer Science Part B - Polymer Physics*, **43** (2005) 1812-1824.
- [Woi98a] J. Woirgard, J.-C. Dargenton, C. Tromas, V. Audurier, A new technology for nanohardness measurements: principle and applications, *Surface and Coatings Technology*, **100-101** (1998) 103-109.
- [Woi98b] J. Woirgard, C. Tromas, J.C. Girard, V. Audurier, Study of the mechanical properties of ceramic materials by the nanoindentation technique, *Journal of the European Ceramic Society*, **18** (1998) 2297-2305.
- [Yan06a] B. Yang, Grain size effects on the mechanical behaviour of polycrystalline nickel from micro to nanoscale, Thèse de doctorat, Sarrebruck, Allemagne, 2006
- [Yan06b] B. Yang, H. Vehoff, Dependence of nanohardness upon indentation size and grains size – A local examination of the interaction between dislocations and grain boundaries, *Acta Materialia*, **55** (2006) 849-856.
- [Zha05] M. Zhao, N. Ogasawara, N. Chiba, X. Chen, A new approach to measure the elastic-plastic properties of bulk materials using spherical indentation, *Acta Materialia*, **54** (2006) 23-32.
- [Zha06] H.-S. Zhang, K. Komvopoulos, Nanoscale pseudoelasticity of single-crystal Cu-Al-Ni shape-memory alloy induced by cyclic nanoindentation, *Journal of Material Science*, **41** (2006) 5021-5024.

[Zha07] Y. Zhang, Y.-T. Cheng, D.S. Grummon, Finite element modeling of indentation-induced superelastic effect using a three-dimensional constitutive model for shape memory materials with plasticity, *Journal of Applied Physics*, **101** (2007) 053507.

[Zhu04] T. Zhu, J. Li, K.J. Van Vliet, S. Ogata, S. Yip, S. Suresh, Predictive modeling of nanoindentation-induced homogeneous dislocation nucleation in copper, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, **52** (2004) 691-724.

Table des annexes

ANNEXE A : Détails du programme	195
ANNEXE B : Calcul de la raideur du système de fixation	200
ANNEXE C : Mesure du rayon de pointe de l'indent	202
ANNEXE D : Calcul des incertitudes	203
ANNEXE E : Estimation du paramètre a_r	205
ANNEXE F : Courbes brutes de nanoindentation sur le CuAlBe	206
ANNEXE G : Programme de lissage	207

ANNEXE A : Détails du programme

SimulaPlus est composé de plusieurs bibliothèques de classes, dont les principales sont décrites ci-dessous :

- MOL++ (Mathematical Object Libraries) : cette bibliothèque réunit l'ensemble des classes « outils mathématiques » tels que vecteurs, matrices (basiques, creuses, symétriques), tenseurs (d'ordre 2, 3 et 4), tenseurs symétriques (d'ordre 2 et 4), intégration numérique, résolution d'EDO, résolution de systèmes linéaires...
- MateriOL++ (Material Object Libraries) : bibliothèque regroupant l'ensemble des classes relatives aux propriétés mécaniques du matériau : tenseurs isotrope, isotrope transverse, orthotrope, tenseurs d'Eshelby, de Green modifié, de Schmid...
- FEMOL++ (Finite Elements Methods Objects Libraries) : bibliothèque regroupant les classes préparant une éventuelle implémentation du code dans un logiciel de simulation éléments finis : nœuds, triangles, rectangles, tétraèdres, maillages 2D et 3D, estimateurs à posteriori...
- PMOL++ (Plasticity for Materials Object Libraries) : cette bibliothèque, comme les deux suivantes, fait partie de l'architecture privée du code, elle est composée de modèles micromécaniques de plasticité cristalline.
- SMOL++ (Smart Materials Object Libraries) : cette bibliothèque regroupe des modèles micromécaniques relatifs au comportement des AMF tels que des modèles de transition d'échelle micro-macro et des modèles semi-phénoménologiques.

Le programme développé sous SimulaPlus dans le cadre de cette étude est composé de 3 types de fichiers : les fichiers .dat (fichiers de données), les fichiers .h (classes) et un fichier .cpp (corps du programme).

Les fichiers de données (.dat)

Le code développé dans cette étude comporte deux fichiers de données, correspondant aux données d'entrée présentées sur les organigrammes, figures (II-12) et (II-13).

inclusions.dat

Ce fichier contient une liste d'angles d'Euler correspondant aux grains étudiés. Cette liste peut provenir d'essais EBSD, dans ce cas on étudie les orientations réelles d'un échantillon donné, ou d'une génération aléatoire d'orientations, ce qui peut être pratique pour obtenir une répartition homogène des orientations sur une figure de pôle par exemple.

variantes.dat

Contient le nombre de systèmes considérés (variantes ou systèmes de glissement) puis la liste des normales au glissement (n) et directions de glissement (s) pour la plasticité cristalline, ou des normales au plan d'habitat (n') et directions de transformation (m) pour la transformation martensitique.

material.dat

Ce fichier résume les propriétés du matériau telles que coefficient de Poisson, module de cisaillement ou coefficient de dilatation. Pour les AMF ce fichier contient aussi le coefficient lié à l'énergie chimique B, la température T_0 ainsi que les propriétés des phases austénitique et martensitique.

Les classes (.h)

Les classes peuvent comprendre de nombreuses méthodes dont toutes ne sont pas utiles à cette étude. Seules les méthodes nécessaires à la compréhension du programme seront décrites ici.

Schmid tensor.h

Données d'entrées : vecteurs n et s (ou n' et m).

Cette classe calcule le tenseur symétrique de Schmid associé au (v)-ième système de glissement (ou à la (v)-ième variante) selon la formule suivante, sur l'exemple de la plasticité cristalline :

$$R_{ij}^{(v)} = 0,5(n_i^{(v)}s_j^{(v)} + n_j^{(v)}s_i^{(v)})$$

systems.h

Données d'entrée : Schmid tensor.h et variants.dat.

Lit les données de variants.dat, en déduit le nombre de systèmes de glissement (ou de variantes) ainsi que les normales n et directions s de glissement (ou les normales au

plan d'habitat n' et les directions de transformation m). Construit les facteurs de Schmid de chaque système de glissement (ou de chaque variante).

martensite.h

Données d'entrée : systems.h, variants.dat.

Méthode martensite (constructeur) : Lit le fichier de données variants.dat et construit les systèmes de glissement (ou les variantes de martensite) ainsi que leur tenseur de Schmid associé à partir de systems.h.

Méthode Rg : Crée un pointeur sur les tenseurs de Schmid permettant de retourner le (v)-ième système de glissement (ou la (v)-ième variante).

material.h

Donnée d'entrée : material.dat.

Cette classe lit le fichier material.dat et transforme les données lues en variables ou tenseurs reconnaissables par le code.

MatOoLbox.h

Données d'entrée : les angles d'Euler $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ contenus dans le fichier inclusions.dat.

Cette classe contient, entre autres, deux méthodes permettant le changement de repère de local à global et inversement. Ces méthodes, global2local_basis et local2global_basis, effectuent le changement de repère à partir des matrices de Bunge.

single crystal.h

Données d'entrée : MatOoLbox.h, martensite.h, material.h, inclusions.dat.

Cette classe contient de nombreuses méthodes dont plusieurs constructeurs. Un seul de ces constructeurs nous intéresse ici, il est développé de façon à créer un objet single_crystal dépendant des variables suivantes : material, martensite, Stress et ϕ_1, φ, ϕ_2 . Cette méthode permet de calculer la cission résolue (éq. (II-67)) dans le cas de la plasticité cristalline et la force motrice d'activation (éq. (II-72)) dans le cas de la transformation martensitique. Pour cela, il faut faire passer l'expression du champ de contrainte du repère global au repère local, comme précisé dans les organigrammes figures (II-12) et (II-13). Un premier test est réalisé afin de déterminer si les trois angles d'Euler sont nuls. Si c'est le cas, les repères local et global sont confondus et aucun changement de base n'est alors nécessaire. Sinon, le champ de contrainte est écrit dans le repère local suivant l'expression suivante :

$$\sigma_{ij}^{\text{local}}(x, y, z) = P_{\text{gl}} \sigma_{ij}^{\text{global}}(x, y, z) P_{\text{lg}}$$

Où les matrices de passages P_{gl} et P_{lg} sont les matrices de Bunge `global2local_basis` et `local2global_basis` définies dans `MatOoLbox.h`.

Une boucle est ensuite réalisée sur le nombre de systèmes (de glissement ou de variantes) issu de `martensite.h`. Cette boucle permet d'obtenir le produit $R_{ij}^{(v)} \sigma_{ij}^{\text{local}}(x, y, z)$, soit la cission résolue (ou la force motrice d'activation) pour chaque système.

integration.h

Cette classe décrit la procédure d'intégration de Gauss-Legendre. Les variables de la fonction permettant le calcul de l'intégrale sont le nombre de points d'intégration de Gauss-Legendre et les bornes d'intégration.

johnson.h

Donnée d'entrée : `integration.h`.

Dans cette classe sont écrites les équations (II-57) à (II-62) décrivant les composantes de la contrainte ponctuelle due à l'indentation. En faisant appel à la classe `integration.h`, ces composantes sont intégrées selon la procédure de Gauss-Legendre afin de décrire le champ de contrainte sous l'indent. Les variables de position x , y et z , regroupées dans un vecteur « `geometry` » sont relativisées par le rayon de contact a , ce qui rend le calcul valable pour toute profondeur d'indentation. Les bornes d'intégration de l'intégrale double sont respectivement fixées à $[0 ; 1]$ et à $[0 ; 2\pi]$. Le nombre de points d'intégration est laissé variable de façon à pouvoir être modifié directement dans le programme principal.

Le programme principal ou le main (.cpp)

Ce fichier constitue le cœur du programme, c'est ici que sont appelées les méthodes décrites précédemment. Il est constitué de trois boucles imbriquées les unes dans les autres portant sur les orientations cristallographiques, les positions sous l'indent et sur les systèmes de glissement ou de variante en fonction du cas considéré. La première boucle est dédiée aux orientations contenues dans `inclusions.dat` et contient une seconde boucle qui balaie l'espace sous l'indent. Pour chaque position considérée le champ de contrainte est calculé d'après `johnson.h` et la classe `single crystal.h` est appelée

afin d'obtenir le produit $R_{ij}^{(v)} \sigma_{ij}^{\text{local}}(x, y, z)$ (ou $R'_{ij}{}^{(v)} \sigma_{ij}^{\text{local}}(x, y, z)$ dans le cas de la transformation martensitique). Une troisième boucle sur les systèmes (de glissement ou de variantes) est ensuite insérée dans la seconde boucle. Une recherche du produit $R_{ij}^{(v)} \sigma_{ij}^{\text{local}}(x, y, z)$ maximal sur les trois critères (orientation, position, système) permet alors de déterminer la cission résolue maximale (dans le cas de la plasticité cristalline) ou la force motrice d'activation maximale (dans le cas de la transformation martensitique) pour chaque orientation cristallographique considérée.

Les données de sortie du code sont donc pour chaque orientation $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ la cission résolue maximale (ou la force motrice d'activation maximale dans le cas de la transformation martensitique) ainsi que le premier système de glissement activé (ou la variante activée pour la transformation martensitique) et sa position sous l'indent.

ANNEXE B : Calcul de la raideur du système de fixation

Lors des essais de nanoindentation réalisés sur le nickel (chapitre III), les échantillons ont été scotchés à l'aide d'un ruban adhésif double faces sur un support d'acier (cf. figure B-1), lui-même fixé dans les mors de la plateforme. L'addition d'un système de fixation de l'échantillon à celui de la machine de nanoindentation peut influencer sur la raideur apparente de cet échantillon.

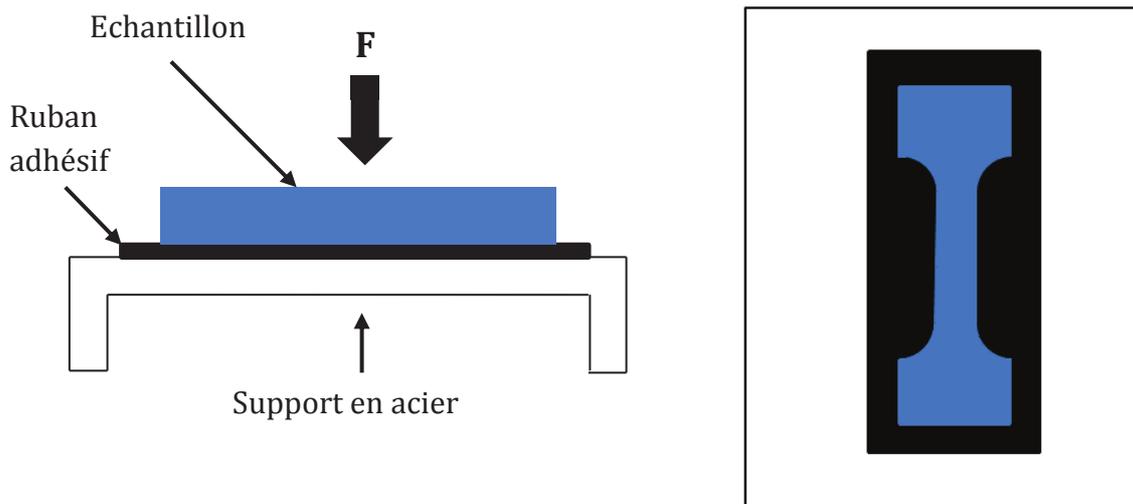


Figure (B-1) : Représentation schématique du système de fixation de l'échantillon de nickel respectant le code couleur suivant : en blanc le support en acier, en noir le ruban adhésif et en bleu l'échantillon.

La raideur K est liée à l'effort appliqué F et à l'élongation Δe d'après l'équation suivante :

$$F = K\Delta e$$

Ce qui donne, en notant e l'épaisseur de l'échantillon :

$$\frac{F}{e} = K \frac{\Delta e}{e}$$

Soit, en notant S la surface de l'échantillon :

$$K = \frac{F}{e} \varepsilon = \frac{F}{S} \varepsilon \frac{S}{e} = \frac{ES}{e}$$

La raideur d'un matériau peut donc s'exprimer en fonction du module d'élasticité et des dimensions de la pièce étudiée. Dans le cas présent il s'agit de considérer l'influence du système de fixation composé d'un support en acier et d'un ruban adhésif, sur la raideur apparente de l'échantillon.

La raideur d'un assemblage en série s'exprime de la façon suivante :

$$\frac{1}{K_T} = \frac{1}{K_1} + \frac{1}{K_2} + \dots$$

Il faut donc, pour calculer la raideur de l'ensemble (échantillon + support + ruban adhésif), connaître les dimensions et les modules d'élasticité de ces entités. Les valeurs du module d'élasticité de l'acier et de l'échantillon de nickel ont été respectivement fixées à 210 GPa (valeur classique) et à 192 GPa. Les dimensions du support en acier et de l'échantillon de nickel ainsi que la section du ruban adhésif ont été mesurées au pied à coulisse et sont présentées dans le tableau (B-1). L'épaisseur et le module d'élasticité du ruban adhésif ont été respectivement estimés à 0,04 mm et à 10 MPa.

	Ruban adhésif	Support (acier)	Echantillon de nickel
Module d'élasticité isotrope E (GPa)	0,27	210	192
Epaisseur e (mm)	0,04	2	2,5
Section S (mm ²)	200	3000	100
Raideur K (kN/mm)	1350	315.10 ³	7680

Tableau (B-1) : Module d'élasticité E, dimensions (e et S) et raideur K calculée des différents éléments composant le système de fixation.

La raideur apparente de l'échantillon induite par l'addition du système de fixation est ainsi de 1144 kN/mm, soit environ 6,5 fois inférieure à la raideur du nickel pur.

ANNEXE C : Mesure du rayon de pointe de l'indent

Les indents utilisés dans cette étude sont des indents de type Berkovich (pyramides à base triangulaire). Du fait de problèmes de manufacture à l'échelle de la centaine de nanomètres mais aussi du fait de l'usure, la pointe des indents s'érode et devient sphérique. Le rayon de pointe des indents peut alors être estimé et mesuré. Dans cette étude les rayons de pointe des indents utilisés pour le nickel pur et le CuAlBe ont été mesurés par AFM (Microscopie à Force Atomique).

Les pointes des indents ont donc été scannées par AFM et des profils des pointes ont pu être extraits puis fittés par des cercles de rayon égal au rayon de pointe de l'indent R_i :

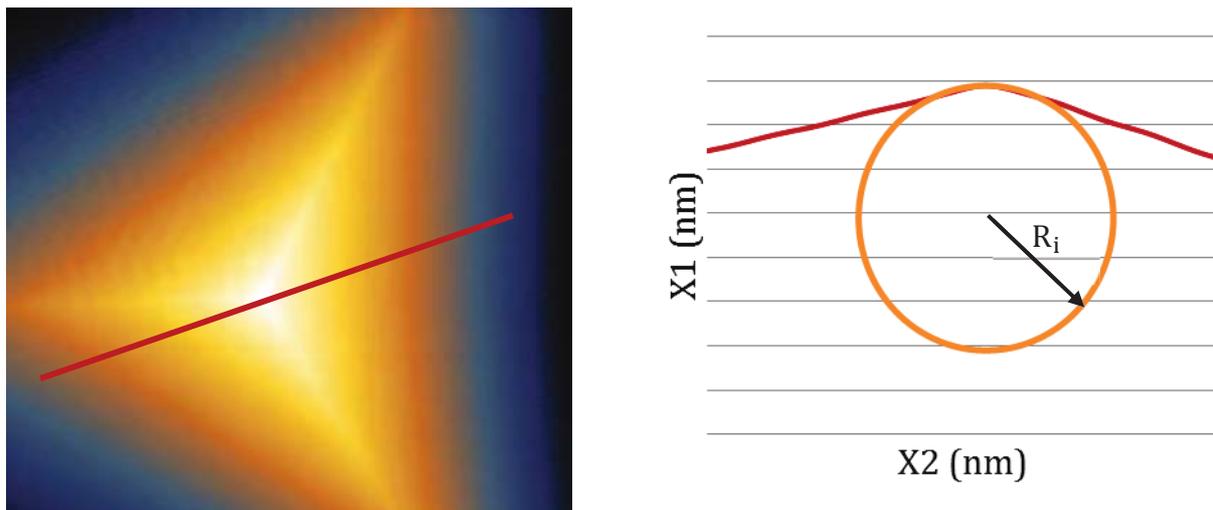


Figure (C-1) : Image AFM d'une pointe d'indent Berkovich et exemple d'extraction de profil avec fit circulaire du rayon de pointe.

Les valeurs des rayons de pointe d'indent présentées dans ce manuscrit sont ainsi des moyennes sur 15 mesures (15 profils).

ANNEXE D: Calcul des incertitudes

a) Incertitudes sur la cission critique

Le tableau (III-7) présente les incertitudes sur les cissions résolues, dont l'équation est rappelée ci-dessous :

$$\tau_c = S_{\text{ind}} \left(\frac{6F_c^{\text{PI}} E_r^2}{\pi^3 R^2} \right)^{1/3}$$

L'incertitude relative sur la cission critique dépend des variables de cette équation soit le rayon de l'indent R, le module réduit Er et la force critique d'apparition des pop-ins F_c^{PI} . Elle s'exprime :

$$\frac{\Delta \tau_c}{\tau_c} = \frac{1}{3} \left(\frac{\Delta F_c^{\text{PI}}}{F_c^{\text{PI}}} + 2 \frac{\Delta E_r}{E_r} + 2 \frac{\Delta R}{R} \right)$$

Où F_c et R ont été déterminés expérimentalement et E_r par le calcul. On obtient alors :

Grain A	S_{ind}	F_c^{PI} (μN)	E_r (GPa)	R (nm)	τ_c
ΔX	////////	38	2	33	1,11
X	0,29	103	172	300	5,43

Grain B	S_{ind}	F_c^{PI} (μN)	E_r (GPa)	R (nm)	τ_c
ΔX	////////	58	2	33	1,55
X	0,30	108	184	300	5,97

Grain C	S_{ind}	F_c^{PI} (μN)	E_r (GPa)	R (nm)	τ_c
ΔX	////////	50	2	33	1,17
X	0,26	125	187	300	5,49

Grain D	S_{ind}	F_c^{PI} (μN)	E_r (GPa)	R (nm)	τ_c
ΔX	////////	65	2	33	1,80
X	0,31	94	179	300	5,78

b) Incertitudes sur la force critique d'activation

Le tableau (IV-13) présente les incertitudes sur les forces critiques d'activation, dont l'équation est rappelée ci-dessous :

$$F_c = gPC_{\text{ind}} \left(\frac{6F_c^{\text{PI}} E_r^2}{\pi^3 R^2} \right)^{1/3}$$

L'incertitude relative sur les forces critiques d'activation dépend des variables de cette équation soit le rayon de l'indent R, le module réduit Er et la charge d'apparition des pop-ins (F_c^{PI}). Elle s'exprime :

$$\frac{\Delta F_c}{F_c} = \frac{1}{3} \left(\frac{\Delta F_c^{\text{PI}}}{F_c^{\text{PI}}} + 2 \frac{\Delta E_r}{E_r} + 2 \frac{\Delta R}{R} \right)$$

Où F_c^{PI} et R ont été déterminés expérimentalement et E_r par le calcul. On obtient alors :

Grain A	PC_{ind}	F_c (μN)	E_r (GPa)	R (nm)	F_c
ΔX	////////	38	2	33	1,11
X	0,29	103	172	300	5,43

Grain B	PC_{ind}	F_c (μN)	E_r (GPa)	R (nm)	F_c
ΔX	////////	58	2	33	1,55
X	0,30	108	184	300	5,97

Grain C	PC_{ind}	F_c (μN)	E_r (GPa)	R (nm)	F_c
ΔX	////////	50	2	33	1,17
X	0,26	125	187	300	5,49

ANNEXE E : Estimation du paramètre a_r

Les équations (III-10) et (III-13) permettent d'obtenir une expression analytique du coefficient de linéarité K (cf. partie III.3.4) :

$$K = \frac{2\mu}{a_r S_{ind}}$$

où :

- μ le coefficient de cisaillement
- S_{ind} le facteur de Schmid d'indentation (cf. section III.3.2.2)
- a_r une longueur interne représentant la hauteur de la zone cisailée par les dislocations.

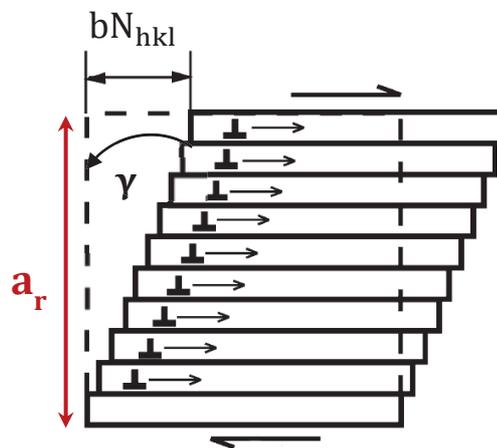


Figure (E-1) : Schéma représentant le domaine cisailé plastiquement sous l'indent et ses grandeurs caractéristiques.

La valeur du facteur de Schmid d'indentation variant en fonction de l'orientation cristallographique, l'expression analytique du paramètre K nous indique que le paramètre a_r varie lui aussi en fonction de l'orientation cristallographique.

De plus, il est possible d'obtenir un encadrement théorique des valeurs de a_r en fonction du vecteur de Burgers b :

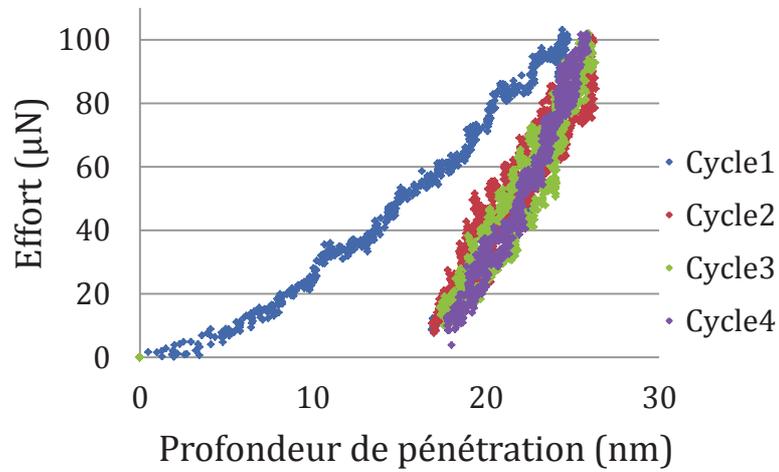
$$2700 b \leq a_r \leq 3200 b$$

avec :

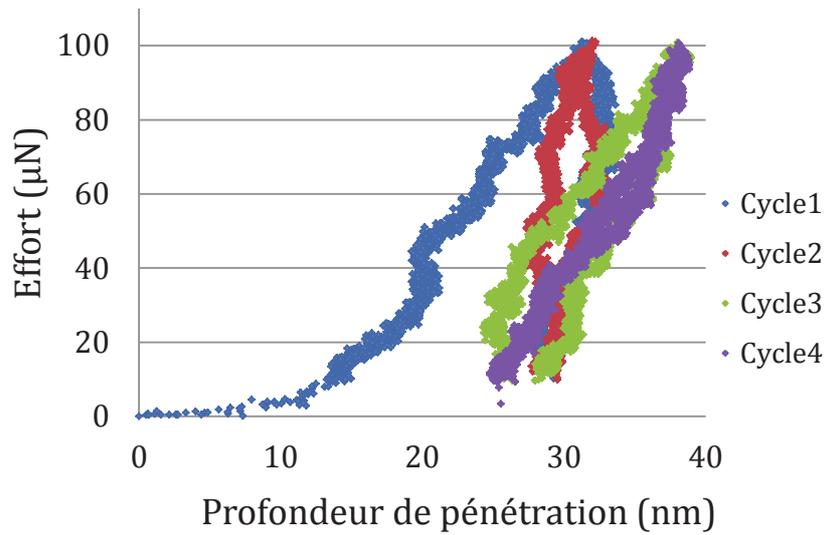
- $K \sim 0,7 \text{ GPa/nm}$
- $\mu \sim 73 \text{ GPa}$
- $0,25 \leq S_{ind} \leq 0,31$

ANNEXE F : Courbes brutes de nanoindentation sur le CuAlBe

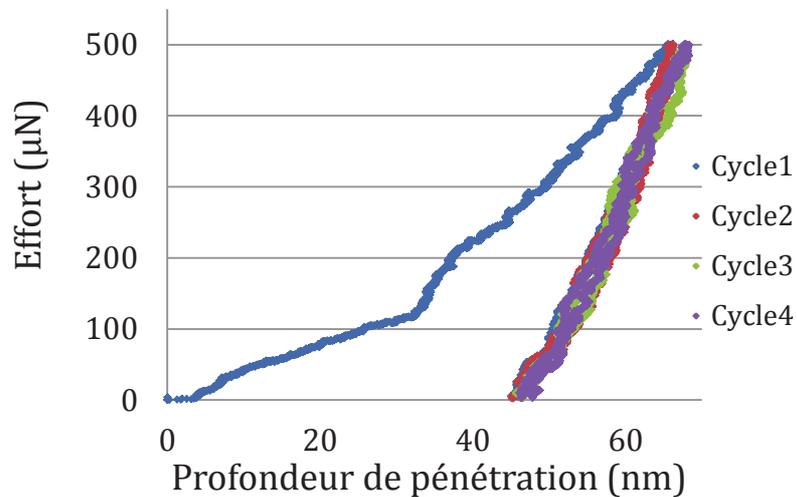
Grain A :



Grain B :



Grain C :



ANNEXE G : Programme de lissage

Développé par Mikhail LEBEDKIN au LEM3.

Fonction lisser_one

```
function y=liasser_one(y,m)
% here y is a local variable with only one column

% Symétries des premiers et derniers m/2 points
y1(1:m/2)=2*y(1)-y(m/2+1:-1:2);
y=[y1'; y];
l=length(y);
y1(1:m/2)=2*y(l)-y(l-1:-1:l-m/2);
y=[y; y1'];

% Définition du lissage
z=mean(y(1:m+1));
lisse=y;
l=size(y,1)-m/2;
lisse(m/2+1)=z;
for j=(m/2+2):l
    lisse(j)=lisse(j-1)+(y(j+m/2)-y(j-m/2-1))/(m+1);
end

y=lisse;
l=size(y,1);
y(l-m/2+1:l)=[];
y(1:m/2)=[];
```

Programme Lissage

```
clear
% Lecture du fichier et stockage des données dans un tableau à 2 colonnes
Nano = LoadFileNano('Fichier_données_nano.txt');

% Attribution d'une valeur à la variable d'entrée lissage du programme liasser_one
lissage=40;

% Boucle de lissage permettant d'obtenir un nouveau tableau Nano à deux colonnes contenant
les valeurs lissées
if lissage>0
    for j=1:2 %
        Nano(:,j)=liasser_one(Nano(:,j),lissage);
    % Sauvegarde
        save 'Données_nano_lissées.txt' -ascii
    end
end
```

Caractérisation par nanoindentation et modélisation micromécanique de l'activation de mécanismes inélastiques: plasticité cristalline et transformation martensitique.

Résumé : Les modèles développés afin de prédire le comportement des Alliages à Mémoire de Forme (AMF) sont généralement basés sur une description phénoménologique simplifiée de l'activation des variantes de martensite sous chargement thermomécanique. Cette étude a pour objectif de modéliser et de caractériser par nanoindentation la formation discrète des plaquettes de martensite à l'échelle nanométrique. Un nouveau critère, nommé critère de Patel-Cohen d'indentation, est proposé afin de décrire l'activation de la première variante de martensite sous l'indent et sa transformation inverse. L'évidence de transformation martensitique est observée sur les courbes d'indentation par l'apparition successive d'évènements de type « pop-in » et « pop-out » lors, respectivement, de la charge et de la décharge. Cela met en évidence la discontinuité spatiotemporelle de l'activation et de la propagation de la transformation martensitique à l'échelle nanométrique. L'émission de dislocations dans le nickel pur a été étudiée en tout premier lieu afin de valider et la procédure de nanoindentation utilisant un indent Berkovich et le calcul des facteurs de Schmid d'indentation décrivant l'activation de « pop-ins » correspondant à l'activation et à la propagation de dislocations. Un bon accord est trouvé entre les essais réalisés sur un AMF CuAlBe superélastique et la dépendance théorique à l'orientation cristallographique des charges de « pop-ins » et de « pop-outs » prédite par le critère de Patel-Cohen d'indentation introduit dans cette étude.

Mots-clé : Nanoindentation, transformation martensitique, AMF, pop-in, pop-out, critère de Patel-Cohen d'indentation.

Abstract: Constitutive models developed to predict Shape Memory Alloys (SMA) behavior are often based on a simplified phenomenological description of martensite variant activation under thermomechanical loading at the micro scale. This study aims at modeling and characterizing by nanoindentation the discrete variant activation events at the nano scale. A new criterion is proposed to describe the first martensite variant activation beneath the indenter. Evidence of discrete martensitic transformation is observed during nanoindentation by the successive occurrences of pop-in and pop-out load events on the force versus displacement curve during respectively loading and unloading. Thus, the spatial-temporal discontinuity of phase transformation activation and propagation is highlighted at the nano scale with the introduction of an indentation Patel-Cohen factor for both forward austenite-martensite and reverse phase transformations. Dislocation emission in pure nickel is first studied to validate both the nanoindentation testing procedure using a Berkovich indenter and the calculations of indentation Schmid factors to describe excursion bursts corresponding to dislocation activation and propagation. Good agreement is found between nanoindentation tests performed on a superelastic CuAlBe SMA and theoretical crystallographic dependence of pop-in and pop-out loads predicted by the new introduced indentation Patel and Cohen factor.

Keywords: Nanoindentation, martensitic phase transformation, SMA, pop-in, pop-out, indentation Patel-Cohen factor