

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEINEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE FERHAT ABBAS-SETIF
UFAS (ALGERIE)

THESE

Présentée à la faculté des sciences de l'ingénieur
Département d'optique et de mécanique de précision

Pour l'obtention du diplôme de

DOCTORAT EN SCIENCES

Option : Optique et mécanique de précision

Présentée par : **CHORFA ABDELLAH**

**ETUDE DE LA FISSURATION DU VERRE PAR
L'INDENTATION INSTRUMENTEE**

Soutenue le : 11.11.2010

Devant la commission d'examen :

Pr. N. BOUAOUADJA	Prof. U.F.A SETIF	Président
Pr. M. HAMIDOUCHE	Prof. U.F.A. SETIF	Rapporteur
Dr. M. MADJOUBI	M.C(A) U.F.A. SETIF	Rapporteur
Pr. F. MILI	Prof. U. CONSTANTINE	Examineur
Dr. M. LEGOUIRA	M.C(A) U. SKIKDA	Examineur
Dr. K. ZIDANI	M.C(A) U. BATNA	Examineur

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier monsieur Mohamed Hamidouche professeur à l'université Ferhat Abbas de Sétif et monsieur Mohamed Madjoubi Maître de conférences (A) à l'université Ferhat Abbas de Sétif, mes directeurs de thèse qui m'ont donné l'occasion de travailler sur un sujet des plus intéressants. Je les remercie pour leur disponibilité, leurs suggestions, leurs conseils et pour nos nombreuses discussions qui ont permis de mener à bien nos recherches.

Je tiens à adresser mes plus sincères remerciements à monsieur Bouaoudja Nouredine professeur à l'université Ferhat Abbas de Sétif, qui m'a fait l'honneur de présider le jury de soutenance de cette thèse.

Mes remerciements vont également à messieurs: Mili Fayçal professeur à l'université de Constantine, Legouira Messaoud Maître de conférences (A) à l'université de Skikda et Zidani Kamel Maître de conférences (A) à l'université de Batna, qui ont accepté d'être examinateurs de ce travail.

Je tiens à remercier tous ceux qui ont collaboré à l'accomplissement de ce travail, en Particulier: Dr. Fabrice Petit du centre de recherches des silicates de Mons (Belgique), Dr. Juan Rubio et Dr. Fausto Rubio de l'institut des verres et céramiques de l'université autonome de Madrid.

Je remercie également ma famille qui m'a soutenu tout au long de mes études, et plus particulièrement ma femme qui m'a beaucoup aidé. Je remercie aussi mes amis et mes collègues du laboratoire (Matériaux Non Métalliques de Sétif) qui ont contribué à créer une atmosphère conviviale et détendue.

Enfin je remercie tous ceux qui de près ou de loin m'ont permis de mener ce travail à son terme.

RESUME

Une étude paramétrique systématique sur l'utilisation de l'indentation instrumentée a été entreprise, sur deux types de verre (sodo-calcique et borosilicate), pour déterminer l'influence des conditions d'essai (charge, temps de maintien,..) sur leurs comportements mécaniques à l'indentation et au rayage.

La thèse est entamée par une partie théorique couvrant essentiellement l'indentation instrumentée (nano et micro indentation) et l'essai de rayage (principe, domaine d'application, aspect théorique,...). Un rappel sur les différentes approches et théories régissant ces deux aspects a été effectué. Nous avons par ailleurs, fait une synthèse des travaux antérieurs liés au comportement des verres vis-à-vis de l'indentation et du rayage.

La partie expérimentale a été subdivisée en quatre chapitres.

Le premier est consacré à la présentation des nuances des verres étudiées et les différents dispositifs expérimentaux utilisés pour effectuer les essais d'indentation conventionnelle et instrumentée ainsi que les essais de rayage. Une présentation des résultats des essais conventionnels effectués sur les deux types de verre est donnée dans ce chapitre.

Le deuxième chapitre se rapporte à l'étude paramétrique des deux verres ainsi pour les essais de nano indentation. Nous avons effectué des essais préliminaires de calibration visant à étudier l'effet de plusieurs sources d'erreurs (profondeur initiale, dérive thermique, complaisance de l'instrument de mesure et la géométrie de l'indenteur) sur les propriétés déterminées.

La caractérisation a été faite en termes de mesure de la dureté H_{IT} , du module élastique E_r et de la ténacité K_{IC} , en utilisant la micro indentation. Nous avons analysé les types de comportement, dégagés à partir des observations des empreintes obtenues. La comparaison quantitative des verres indentés a été faite à travers les courbes force-déplacement, obtenues lors de l'indentation instrumentée. Par ailleurs, une étude comparative a été faite entre les résultats trouvées par l'indentation instrumentée et ceux trouvés par les procédés conventionnels.

Dans le troisième chapitre, nous avons étudié le comportement des deux verres lors de l'indentation cyclique (mode constant et progressif). Nous avons suivi l'effet de la fatigue mécanique par indentation en fonction du nombre de cycles d'indentation, de la charge d'indentation et du temps de maintien.

Nous nous sommes intéressés dans le quatrième chapitre, aux résultats des essais de rayage effectués sur les deux types de verres. Nous avons montré l'effet de la charge, de la composition chimique et de l'environnement de l'essai sur la déformation des verres. Enfin, dans la conclusion générale, nous avons présenté une synthèse des résultats essentiels auxquels nous avons abouti.

INTRODUCTION GENERALE

Les matériaux fragiles (verres et céramiques) sont les plus anciens et les plus couramment utilisés. Ils ne présentent aucun risque lorsque la contrainte appliquée est faible. Toute fois, il faut éviter toute fissure dont la profondeur serait critique. Ces matériaux deviennent dangereux lorsqu'on les utilise sous des contraintes moyennement élevées. C'est pourquoi, pendant très longtemps, les hommes ont employé ces matériaux en compression plutôt qu'en tension. Les fissures ont, en effet, tendance à se refermer sous l'action d'une compression.

La propagation des fissures dans les solides fragiles est brutale. Elle conduit généralement à une rupture catastrophique. Quand un verre se brise, les fissures semblent se propager instantanément. La vitesse de propagation des fissures atteint quelques centaines de mètres par secondes. Ce mécanisme de rupture, qui n'est précédé d'aucune déformation plastique apparente, caractérise le verre. Cette fragilité est due au fait que les failles superficielles tendent à redistribuer le champ de contraintes internes en provoquant des concentrations de contraintes élevées aux fronts des fissures. La fracture survient quand les champs atteignent des valeurs critiques.

Pour étudier les problèmes de fissuration des matériaux fragiles, l'indentation est la technique la mieux indiquée. Elle sert aussi à déterminer les propriétés mécaniques des matériaux en raison de la facilité et de la vitesse avec laquelle elle peut être effectuée.

En général, les essais conventionnels de dureté consistent en l'application d'une force statique simple avec un temps de maintien à la charge maximale, en utilisant un indenteur avec une forme bien définie. Après avoir enfoncé le bout de l'indenteur dans l'échantillon, nous mesurons l'aire de l'empreinte résiduelle après suppression de la charge. Ce type d'essai reste aveugle puisqu'il est analysé après suppression de la charge. Contrairement à cela, dans l'indentation instrumentée, la force est appliquée graduellement d'une façon continue tandis que la mesure de la pénétration ce fait d'une manière continue. Vu l'importance de l'indentation instrumentée et son utilisation qui devient de plus en plus répandue dans les laboratoires et dans l'industrie, nous avons utilisé cette technique pour caractériser le comportement mécanique de deux verres (verre sodocalcique, verre borosilicate). Visant en premier lieu à trouver des conditions expérimentales menant à un meilleur accord entre les résultats conventionnels et ceux de la nano et micro indentation instrumentée et en deuxième lieu à faire une étude comparative du comportement des verres sodocalciques et borosilicatés à l'indentation et au rayage.

Cette thèse s'articule sur deux parties essentielles. La première est une étude théorique sur l'indentation et l'indentation instrumentée (principe, domaine d'application, aspects théoriques..)

dans laquelle, on présente quelques travaux sur le comportement des verres à l'indentation et aux essais de rayage. La partie expérimentale est agencée en quatre chapitres.

Le premier est consacré à la présentation des nuances étudiées et les dispositifs expérimentaux utilisés pour effectuer les essais d'indentation conventionnelle et instrumentée ainsi que les essais de rayage. Les résultats des essais conventionnels de dureté et du module d'élasticité qu'on a effectué sur les deux types de verre sont présentés dans ce chapitre.

Dans le deuxième chapitre de la partie expérimentale, les principaux résultats de dureté et de module d'élasticité obtenus par nano et micro indentation sont présentés. En premier lieu, nous avons effectué des essais préliminaires de calibration visant à étudier l'effet de plusieurs sources d'erreurs (profondeur initiale, dérive thermique, complaisance de l'instrument de mesure et la géométrie de l'indenteur) sur les propriétés déterminées par les essais de nano indentation H_{IT} et E_r . En deuxième lieu une étude comparative a été menée entre les valeurs de dureté et du module élastique déterminées par la méthode d'Oliver et Pharr et celles déterminées par les méthodes des énergies d'indentation. Pour les essais de micro indentation instrumentée, la caractérisation a été faite en termes de mesure de la dureté, du module élastique, ténacité et de la dureté universelle. Les types de comportement dégagés par l'imagerie de chaque verre dégradé ont été quantifiés par comparaison des courbes force-déplacement, obtenues lors de l'indentation instrumentée.

Le troisième chapitre se rapporte aux résultats d'essais d'indentation cyclique. L'étude des comportements des verres vis-à-vis de l'indentation cyclique a été faite en mode constant et en mode progressif. Nous avons fait varier un certain nombre de paramètres (nombre de cycles d'indentation, charge, temps de maintien), montrant ainsi l'effet de la fatigue mécanique par indentation.

A travers les essais de rayage effectués sur les deux types de verres, on a pu montrer dans le dernier chapitre l'effet de la charge, de la composition chimique et de l'environnement sur la déformation des verres.

CHAPITRE I

INDENTATION ET RAYAGE

INTRODUCTION	2
I.1 TECHNIQUES D'INDENTATION.....	3
I.1.1. Notion de dureté.....	3
I.1.2. Méthodes conventionnelles	3
I.1.2.1. Mesure de la dureté.....	3
I.1.2.2. Mesure de la ténacité	6
I.1.3. Méthodes instrumentées.	6
I.1.3.1. Méthode et analyse	7
I.1.3.2. Essais préliminaires de calibrage	12
I.1.3.3. Effet de la taille d'indentation ISE	16
I.1.3.4. Détermination de E et H en utilisant les méthodes d'énergies	18
I.1.3.5. Dispositifs d'indentation instrumentée	21
I.1.3.6. Indenteurs utilisés dans la nanoindentation	23
I.1.3.7. Applications de la technique d'indentation instrumentée.....	24
I.1.4. Principe de l'essai de rayage.....	26
I.1.4.1 Endommagements.....	26
I.1.4.2 Types d'essai de rayage.....	28
I.2. COMPORTEMENT DU VERRE AUX ESSAIS D'INDENTATION ET DE RAYAGE	29
I.2.1. Généralités sur les verres	29
I.2.2. Structure des verres.....	30
I.2.3. Comportement des verres à l'indentation	31
I.2.3.1. Déformation plastique des verres	31
I.2.3.2 Fissuration des verres	32
I.2.4 Comportement des verres à l'essai de rayage	34

INTRODUCTION

L'indentation est la technique la plus utilisée pour mesurer les propriétés mécaniques des matériaux en raison de la facilité et de la vitesse avec lesquelles elle peut être effectuée. Historiquement, une des premières tentatives de l'indentation a été faite en 1722 par REAMUR [1] qui a examiné la dureté de l'acier par rayage. Au cours du 19^{ème} siècle, MOHS [2] a proposé une définition de la dureté. 'Le matériau A qui raye B mais qui n'a pas été rayé par B s'attribue une meilleure dureté'. La dureté du MOHS est très souvent employée en minéralogie mais elle n'a pas trouvé une large utilisation dans la physique des solides dans laquelle la dureté est la grandeur préférée caractérisant la résistance d'un matériau à la déformation. Au début du 20^{ème} siècle, des essais d'indentation ont été réalisés par BRINELL [3] qui a employé des billes à roulements comme indenteur pour mesurer les propriétés plastiques des matériaux. L'essai Brinell, peu après son introduction, a été rapidement adopté comme une technique d'essai industrielle. Ce qui a permis le développement de divers essais de macro et micro indentation. En 1957, PALMQVIST [4] a constaté qu'il y a propagation des fissures à partir des coins des indentations VICKERS et KNOOP réalisées sur la surface d'un carbure de tungstène (WC_6Co). Dix ans plus tard, EVANS [5] a indenté une variété de verres et il a prouvé l'existence de contraintes résiduelles autour de l'indentation Vickers. En 1975, B.R. LAWN et M.V. SWAIN [6] ont mis en évidence l'existence de la fissure médiane sous une indentation Vickers dans le cas d'un verre sodocalcique.

Pendant les deux dernières décennies, la portée de l'essai d'indentation a été prolongée à la gamme des nanomètres. Ceci a été réalisé principalement grâce au développement des dispositifs capable de tracer continuellement la variation Charge-Pénétration durant les deux cycles (chargement et de déchargement) [7]. Ces dispositifs appelés 'appareils d'indentation instrumentée' permettent également des essais du nano rayage qui sont particulièrement convenus pour caractériser la destruction pratique de l'adhérence des couches minces et des enduits d'une épaisseur typique inférieure à 500nm [8].

I.1 TECHNIQUES D'INDENTATION

I.1.1 Notion de dureté

L'analyse des essais de dureté est un des sujets les plus étudiés depuis que l'on s'intéresse aux propriétés mécaniques de surfaces des matériaux. Le principe de cet essai de dureté est le suivant : un pénétrateur supposé indéformable laisse une empreinte dans le matériau à tester sous une charge donnée. Cette empreinte est ensuite mesurée pour calculer la dureté définie comme la charge appliquée divisée par l'aire de l'empreinte (figure I.1). Cette notion de dureté, dite par pénétration, a été introduite par Brinell [9]. Ce dernier l'a développée pour vérifier la qualité de deux séries de lingots de fer. Pour cela, il prit des lingots de chaque type, les écrasa avec une sphère en imposant la même charge et mesura la taille de l'empreinte. Il s'avéra alors que les deux empreintes n'avaient pas la même taille ce qui signifie que la qualité des lingots n'était pas similaire pour les deux séries.

I.1.2 Méthodes conventionnelles

I.1.2.1 Mesure de la dureté

Il existe différents essais de dureté correspondant à différentes géométries d'indenteurs. Les plus connus sont les essais Vickers, Brinell, Rockwell,... (figure I.2). Les différents types de mesures de dureté ont été développés indépendamment les uns des autres et doivent être considérés comme correspondant à des caractéristiques sans lien entre elles. Toute fois pour éviter toute comparaison illicite entre les valeurs de dureté, certains essais sont plus recommandés que d'autres. Citons, par exemple, l'essai Rockwell pour les matériaux très durs (Carbure, Acier trempé,...).

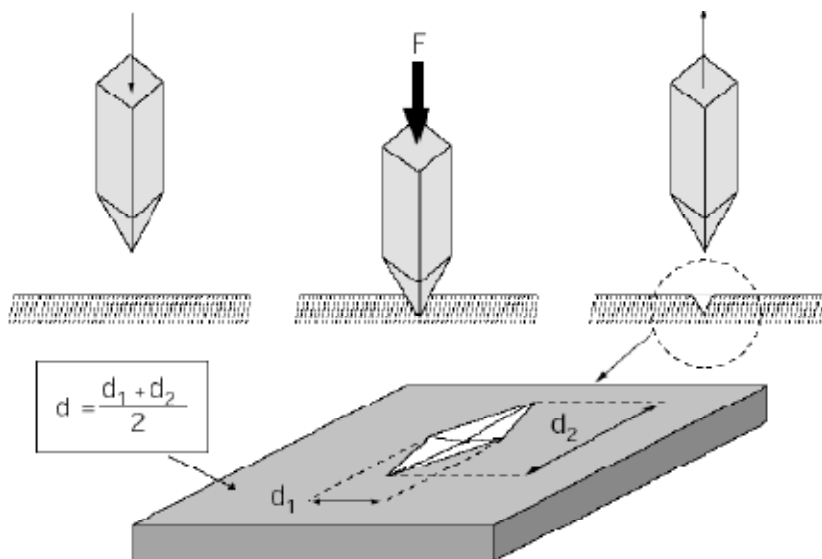


Figure I.1 : Essai de dureté par indenteur à pointe pyramidale [10]

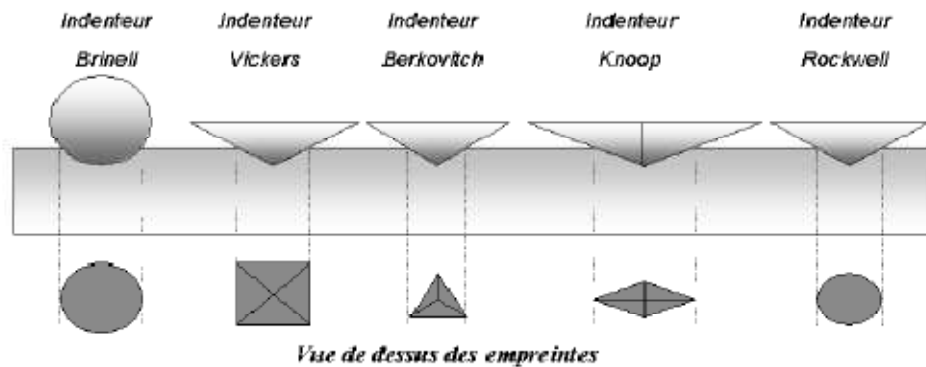


Figure. I.2 : Principaux indenteurs [11]

La normalisation et l'utilisation massive de ces essais ont amené la dureté à être considérée comme une caractéristique mécanique des matériaux au même titre que le module de Young ou la limite d'écoulement.

Cette notion de dureté semble très simple à appréhender puisqu'elle fait appel au sens élémentaire du toucher. En effet, pour évaluer la dureté d'un matériau, chacun d'entre nous aura le réflexe d'exercer une pression pour sentir sa résistance [10]. Cependant, si la mesure de dureté est facile, sa valeur n'a de sens que si l'on précise les conditions et dispositifs de mesure. Concernant les alliages métalliques, la dureté se rapporte essentiellement à leurs propriétés plastiques. En effet, elle est d'autant plus importante que la limite d'écoulement plastique du matériau est grande. La dureté au sens de Brinell semble donc convenir. En revanche, lors d'essais de dureté sur des matériaux hyper élastiques comme les élastomères, il n'existe pas d'empreinte rémanente. Selon la définition classique de la dureté, les caoutchoucs seraient infiniment plus durs que les métaux.

Meyer, et par la suite Tabor [12], suggèrent de définir la dureté des matériaux comme le rapport entre la charge appliquée et la surface projetée de contact sous charge. La dureté est alors la pression moyenne sous charge (ou pression moyenne de contact). Il justifie son approche en remarquant que pour les indenteurs dit "pointus" (Vickers, Berkovitch, Rockwell, Cône...) et lorsque les matériaux testés sont élasto-plastiques, la pression moyenne de contact est indépendante de la charge appliquée. La notion de dureté est alors directement reliée à la notion de résistance à la pénétration d'un indenteur et est ainsi une mesure des propriétés mécaniques du solide indenté. Une des principales difficultés de cette définition est la mesure sous charge de la

surface de contact. Remarquons que cette définition de la dureté est similaire à celle de Brinell lorsque les matériaux sont infiniment rigides (pas de retour élastique lors de la décharge).

En raison de sa facilité de mise en œuvre et de son caractère non destructif, l'essai de dureté est depuis longtemps utilisé pour caractériser certaines propriétés mécaniques des matériaux comme l'élasticité, la plasticité, la viscosité et l'endommagement. Malheureusement, à la facilité de mise en œuvre de ces essais s'oppose la difficulté d'interprétation des résultats d'un point de vue théorique. Dans un premier temps, des études théoriques de plasticité parfaite [13,14] ont permis de relier, pour des aciers, la valeur de la dureté à la limite d'écoulement. A partir d'études expérimentales, Tabor introduit le concept de contrainte et de déformation représentative de l'essai d'indentation. Ce concept est très séduisant car il s'appuie sur le fait qu'il existe un lien entre la courbe contrainte-déformation uni axiale des matériaux et l'essai de dureté.

La technique conventionnelle d'indentation repose sur la mesure de la résistance opposée à la pénétration d'un indenteur en diamant. Le duromètre génère dans le matériau à tester une empreinte résiduelle dont les dimensions sont corrélées à la valeur de la dureté. Son estimation passe soit par la mesure de la diagonale de l'empreinte soit par le diamètre de celle-ci (dureté Brinell).

Généralement le duromètre comprend le porte indenteur, le système d'avance ainsi que la régulation électronique et le système optique. Les charges sont appliquées grâce à un système de leviers et de poids fixes. La plage de mesure est limitée et discrète. Le système comprend un moteur électrique intégré qui assure le positionnement du l'indenteur puis l'application de la force. L'optique est ensuite basculée afin de projeter l'empreinte résiduelle sur le verre dépoli. L'optique se compose du dispositif de projection et de l'éclairage, l'empreinte est projetée sur le verre dépoli. En tenant compte de la charge appliquée et du grossissement, le système est capable d'évaluer la taille de l'empreinte et donc de déterminer la dureté.

Les duromètres conventionnels diffèrent du point de vue gamme de la charge. Contrairement aux matériaux ductiles qui peuvent être testés avec de grandes charges (macro dureté), les matériaux fragiles tels que les verres peuvent subir des microfissures au delà d'un seuil de charge. Dans ces cas (matériaux fragiles), on est contraint d'utiliser des indenteurs pointus (Vickers, Knoop, Berkovich) pour pouvoir obtenir facilement des empreintes et se limiter, à des petites charges (micro dureté ou nano dureté) pour éviter la présence de fissures.

1.1.2.2 Mesure de la ténacité

La ténacité est la résistance d'un matériau à la propagation d'une fissure préexistante. Pour mesurer la ténacité, il suffit de créer artificiellement une fissure (dont les dimensions sont connues) proche de la fissure naturelle et de charger par la suite l'éprouvette jusqu'à la rupture. La ténacité est quantifiée par le facteur d'intensité de contrainte critique K_{Ic} [15], plusieurs techniques ont été utilisées pour évaluer la ténacité des matériaux, chacun d'eux s'articule sur une pré fissuration de l'échantillon en appliquant l'effort par chargement, parmi ces techniques on cite :

*La technique du faisceau V-entaillé par borde simple SENVB, où une entaille pointue est produite en polissant la racine d'entaille avec une lame de rasoir émergée dans une pâte de diamant [16].

*La technique de SENB où une pré-fissure pointue est créée par l'application des charges de compression cycliques à l'échantillon [16].

*On utilise également l'indentation Vickers comme technique simple pour l'évaluation de la ténacité en créant une empreinte Vickers [16]. Plusieurs équations ont été proposées dans la bibliographie [17]. Elles tiennent compte en générale des facteurs suivants :

i) Module élastique, ii) Dureté, iii) Dimensions de l'empreinte et des fissures radiales.

Nous donnons à titre d'exemple la formule de Laugier [18] proposée pour le système de fissuration Palmqvist

$$K_{Ic} = 0,015 (E / H_v)^{2/3} \cdot (l/a)^{-1/2} \cdot (F/C^{3/2}) \quad (I.1)$$

Et la formule de Anstis et al [19] qui est proposée pour le système de fissuration médian/radial

$$K_{Ic} = 0,016 (E / H_v)^{1/2} (F / c^{3/2}) \quad (I.2)$$

où :

F : Charge d'indentation

K_{Ic} : Facteur d'intensité de contrainte critique

2c : Longueur de deux fissures radiales adjacentes plus la diagonale de l'empreinte.

2a : Diagonale de l'empreinte Vickers.

H_v : Dureté Vickers.

1.1.3 Méthodes instrumentées

L'essai traditionnel d'indentation implique la formation de l'image optique de l'empreinte. Ceci impose clairement une limite inférieure à l'échelle des dimensions de l'empreinte en dessous de laquelle on ne peut pas voir cette image puisque si la charge et par conséquent la taille de l'empreinte sont petites, la microscopie optique devient limitée. Par

ailleurs l'utilisation de la microscopie électronique ne peut régler le problème puisque la localisation de l'empreinte d'indentation devient difficile.

D'un autre côté, le fait de mesurer l'empreinte résiduelle après déchargement dans un essai conventionnel, ne nous renseigne pas sur le comportement du matériau durant l'essai (elastoplasticité, viscoplasticité,...).

Contrairement aux essais conventionnels de dureté les appareils de l'indentation instrumentée permettent l'application de la charge d'une façon continue et permettent ainsi d'enregistrer la variation de la pénétration de l'indenteur avec la charge durant le cycle de chargement et déchargement.

L'indentation instrumentée connue également sous le nom de la nano indentation ou bien indentation détectant la profondeur (depth sensing indentation), est de plus en plus employée pour étudier le comportement mécanique de différents matériaux, des métaux et céramiques aux matériaux biologiques et polymères [20].

L'indentation instrumentée permet des mesures à des profondeurs de pénétrations excessivement petites. Une charge aussi petite qu'un nano Newton et des pénétrations d'environ 0.1nm peuvent être exactement mesurées [7].

I.1.3.1 Méthode et analyse

La technique d'indentation instrumentée permet de construire la courbe force-pénétration de l'essai d'indentation (figure I.3). Cette courbe est constituée de deux parties distinctes : une courbe de charge, correspondant à la pénétration de l'indenteur, et une courbe de décharge correspondant au retrait de l'indenteur. Sur cette courbe, on peut déterminer différentes grandeurs liées à l'enfoncement de l'indenteur, $h_{\max}$: la pénétration maximale de l'indenteur, h_p : la profondeur rémanente de l'empreinte plastique et h_r : la profondeur plastique sous charge (obtenue en traçant l'intersection entre la tangente à la courbe de décharge au point d'enfoncement maximum et l'axe des abscisses).

La courbe d'indentation permet d'obtenir des informations sur les propriétés élastiques et plastiques de matériaux [21]. Lors de la décharge, deux phénomènes peuvent être observés. Au début, tout le solide subit un retour élastique. En fonction des propriétés élasto-plastiques des matériaux, il est possible qu'une partie du solide indenté plastifie une nouvelle fois en décharge [22,23]. Toute fois, la courbe de décharge donne surtout des informations sur l'élasticité du matériau.

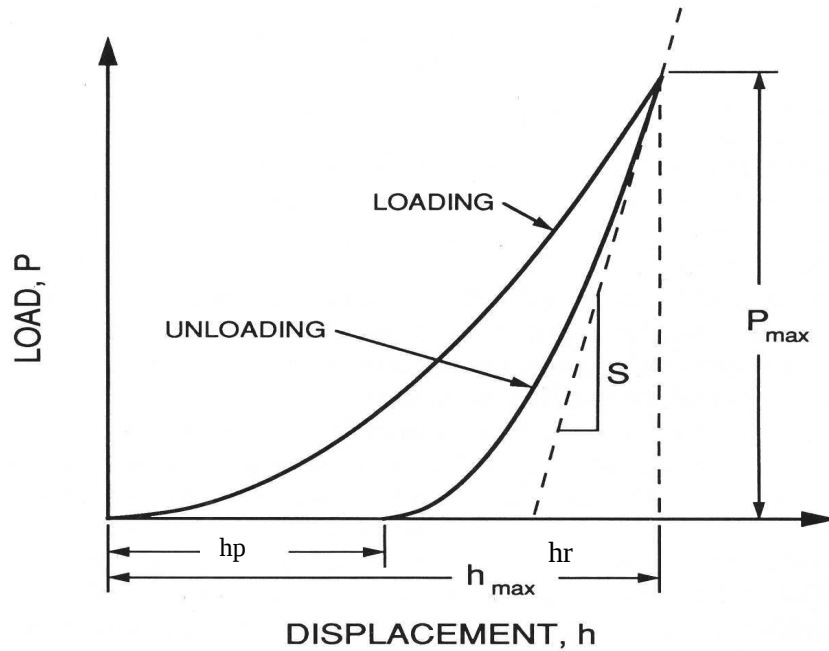


Figure I.3 : Courbe d'indentation typique [24]

La technique d'indentation instrumentée est non seulement une méthode pour déterminer les valeurs de la dureté et du module élastique des matériaux, mais permet également d'étudier la variation de H et E en fonction de certains paramètres comme la charge, la température et le temps.

La sensibilité de la technique, le système d'acquisition des données ainsi que le haut niveau des commandes ont conduit à de nombreuses avancées en science des matériaux, en particulier concernant les mécanismes fondamentaux du comportement mécanique à l'échelle micrométrique. L'indentation instrumentée a été utilisée pour étudier par exemple le comportement des dislocations des métaux [25,26], le comportement de rupture dans la céramique [27,28], le comportement mécanique des couches minces [29-31] et de l'os [32], les efforts résiduels [33], le comportement dépendant du temps pour les métaux mous et les polymères [34-37]. Par ailleurs, le mouvement latéral du capteur est utilisé pour exploiter le comportement tribologique des surfaces, y compris la résistance au rayage des revêtements [8] et la résistance à l'usure des métaux [38].

Ces dernières années, l'étude des propriétés mécaniques des matériaux à l'échelle nanométrique a suscité beaucoup d'attention. Ces études ont été motivées d'une part, par le développement des nano composites et de l'application des films minces pour la miniaturisation de la technologie et des composants électroniques et d'autre part, par le développement de l'indentation instrumentée qui permet la détermination des propriétés mécaniques des petits volumes. En général, il existe trois grands domaines d'utilisation de l'indentation instrumentée :

- 1- L'essai de dureté classique : Utilisé pour la détermination des caractéristiques mécaniques des matériaux massifs. Les forces varient entre quelques dizaines et centaines de newtons.
- 2- La micro indentation : Concerne des forces de l'ordre de quelques milli newtons à quelques newtons. Elle s'applique à la caractérisation de couches minces d'au moins une dizaine de microns d'épaisseur.
- 3- La nano indentation : Permet la mesure des propriétés de surfaces à des profondeurs inférieures au micromètre. On peut utiliser des charges inférieures au milli newton. Elle permet, en plus de la caractérisation de E et H, l'étude de phénomènes liés à la physique des matériaux (propriétés mécaniques de la microstructure, forces attractives de type van der Waals,...)

La dureté obtenue en considérant ces trois types d'utilisations est souvent différente. En effet, chaque échelle fait intervenir ses propres phénomènes physiques (densité de dislocations, taille de grains, aspérités). A l'heure actuelle, il est possible de mesurer avec suffisamment de précision la dureté et le module d'élasticité des matériaux à ces différentes échelles. Un des enjeux actuel réside dans le développement de méthodes permettant de relier ces mesures de dureté au comportement mécanique des matériaux étudiés. Ainsi, il serait possible d'identifier les propriétés mécaniques des matériaux localement à l'aide de cet essai.

A partir de la courbe de la figure I.3, la dureté peut être obtenue pour la charge d'indentation maximale par la relation :

$$H_{IT} = \frac{F_{max}}{A_p} \quad (I.3)$$

où F_{max} est la charge maximale d'indentation et A_p est la surface de contact projetée durant l'indentation avec la charge maximale. Cette surface est définie comme une fonction de la profondeur de contact h_c

$$A_p = F(h_c) \quad (I.4)$$

A- La méthode de la tangente

Cette méthode s'appelle également la méthode linéaire d'extrapolation [39]. Ceci suppose que la première partie de la courbe de déchargement soit linéaire. Cette méthode est applicable aux matériaux qui montrent un degré élevé de rigidité et de grande déformation de sorte que le début de la courbe de déchargement soit une bonne approximation linéaire. Un ajustement linéaire simple pour la partie supérieure de la courbe de déchargement coupe l'axe des abscisses à h_r . La rigidité S est donnée par la pente de cette ligne, et la profondeur de contact h_c est alors donnée par l'équation :

$$h_c = h_{max} - \varepsilon (h_{max} - h_r) \quad (I.5)$$

où ε est une constante qui dépend de la forme de l'indenteur.

B- La méthode de la loi de puissance (Oliver & Pharr)

Cette méthode reconnaît le fait que la première partie de la courbe de déchargement peut ne pas être linéaire et peut être décrite par un rapport simple de loi de puissance [38].

$$F = k (h - h_p)^m \quad (I.6)$$

où k est une constante, m un exposant qui dépend de la géométrie de l'indenteur et h_p la profondeur résiduelle après déchargement.

La fonction de la loi de puissance est employée pour décrire la partie supérieure de la courbe de déchargement.

$$F = F_{\max} \left(\frac{h - h_p}{h_{\max} - h_p} \right)^m \quad (I.7)$$

La constante m et h_p sont déterminées par la méthode des moindres carrés. La rigidité de contact, S , est donnée par la dérivée à la charge maximale.

$$S = \left(\frac{dF}{dh} \right)_{\max} = m \cdot F_{\max} \left[\frac{(h_{\max} - h_p)^{m-1}}{(h_{\max} - h_p)^m} \right] = m \cdot F_{\max} (h_{\max} - h_p)^{-1} \quad (I.8)$$

$$\text{où } h_r = h_{\max} - \frac{F_{\max}}{S} \quad (I.9)$$

À partir de ceci, la profondeur de contact, h_c , peut être estimée selon la relation :

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon F_{\max}/S \quad (I.10)$$

' S ' est la rigidité de contact ($S = dF/dh$) correspondent à la pente du déchargement initial, ε est une constante qui dépend de la géométrie de l'indenteur. En tenant compte de la non rigidité de l'indenteur, le module élastique réduit E_r est liée à la complaisance de contact $C = dh/dF$ (l'inverse de la rigidité de contact) et l'aire de contact projetée par la relation suivante :

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta \cdot C \cdot \sqrt{A_p}} \quad (I.11)$$

Le paramètre de correction géométrique β est introduit pour corriger le manque de symétrie axiale des indenteurs pyramidaux (la déviation des indenteurs pyramidaux de la forme conique). Il est généralement admis égal à 1,034 pour l'indenteur Berkovich [40]. Dans l'analyse d'Oliver et Pharr [38], la valeur de 1,05 pour le facteur β est considérée comme un choix acceptable. Le module d'indentation E_{IT} du matériau de l'échantillon est lié au module élastique réduit E_r et le module de l'indenteur E_i par la relation :

$$E_{IT} = \frac{1-\nu_s^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1-\nu_i^2}{E_i}} \quad (I.12)$$

où ν_i et ν_s représentent le coefficient de Poisson pour l'indenteur et l'échantillon respectivement. L'équation (I.11) dérivée pour un contact élastique peut être utilisée pour les contacts élasto-plastique pour tout indenteur axisymétrique

En raison du retour élastique l'empreinte générée après le déchargement diffère de la forme de l'indenteur. On a un effet de rétrécissement à cause du retour élastique du fond de l'empreinte qui est beaucoup plus grand que celui des bords externes. Contrairement au rétrécissement vertical, le rétrécissement horizontal est négligeable (autour de 1% pour la plupart des matériaux) [41].

Le rétrécissement est important lorsque le rapport H/E du matériau considéré est grand (matériaux fragiles) [1]. Pour les matériaux ductiles comme Cu, Pb, Al, par exemple, toute la déformation élastique est inférieure à la déformation plastique. Par conséquent, il n'y a aucune différence significative entre la forme de l'indenteur et l'empreinte produite. En cas de céramiques, par exemple, la déformation plastique est inférieure à la déformation élastique ce qui conduit à un rétrécissement considérable de l'empreinte d'indentation.

Dureté Martens HM:

La dureté Martens [42,43] est mesurée sous chargement. Elle est déterminée à partir des valeurs données par la courbe charge-déplacement pendant le chargement. La dureté Martens prend en considération la déformation plastique et élastique. Cette valeur de dureté peut être calculée pour tous les matériaux. Elle est définie pour les deux indenteurs pyramidaux (Vickers et Berkovich) uniquement [44].

La dureté Martens est définie comme étant le rapport entre l'effort et l'aire du contact de l'indenteur pénétrant au-delà du point zéro du contact [42,43]

$$HM = F/A_s(h) \quad (I.13)$$

où A_s : La surface de contact

Pour l'indenteur Vickers

$$A_s(h) = \frac{4 \sin \alpha}{\cos^2 \alpha} h^2 \quad (I.14)$$

$$\text{où } HM = \frac{F}{26,43 h^2} \quad (I.15)$$

Pour l'indenteur Berkovich

$$A_s(h) = \frac{3\sqrt{3}}{\cos(\alpha)} \tan(\alpha) \cdot h^2 \quad (I.16)$$

$$\text{où } HM = \frac{F}{26,43 h^2} \quad (I.17)$$

La dureté Martens est désignée par le symbole HM, suivie généralement par les paramètres de mesure dans l'ordre suivant :

- La charge d'indentation en N
- Le temps d'application de la charge d'indentation en s
- Le temps de maintien à la charge maximale en s
- Après le signe égal, la valeur de dureté Martens

Exemples : HM 0,5/20/20= 8700N/mm²

La dureté Martens est 8700N/mm², déterminée pour la charge maximale d'indentation

F= 0,5N appliquée à la 20^{ème} seconde pour un temps de maintien de 20 seconds.

Dureté Universelle HU:

La dureté universelle [42,44] est déterminée par la charge d'indentation maximale divisée par l'aire de contact correspondant à la profondeur de pénétration maximale hmax

$$HU = F_{\max} / A_s(h_{\max}) \quad (I.18)$$

Dureté d'indentation H_{IT}

La dureté d'indentation [44,45] est la mesure de la résistance à la déformation permanente elle est déjà citée et représentée par l'équation (I.3).

$$\text{Pour indenteur Vickers } A_p = 4 \tan^2(\alpha) \cdot hc^2 = 24,504 \cdot hc^2 \quad (I.19)$$

$$\text{Pour indenteur Berkovich } A_p = 3\sqrt{3} \tan^2(\alpha) \cdot hc^2 = 23,96 \cdot hc^2 \quad (I.20)$$

où hc est la profondeur de contact de l'indenteur avec l'échantillon.

I.1.3.2 Essais préliminaire de calibrage

Dans les essais conventionnels d'indentation, la zone de contact à la charge maximale entre l'indenteur et l'échantillon est habituellement calculée à partir de la taille de l'empreinte résiduelle après déchargement complet. Naturellement, bien que la profondeur de pénétration puisse être réduite sensiblement par le rétablissement élastique, cela rend plus pratique la mesure de la charge et de la profondeur de pénétration directement durant le chargement et le déchargement de l'indenteur. Ces mesures sont alors utilisées pour déterminer l'aire de contact projetée dans le but de calculer la dureté et le module élastique. Dans la pratique, plusieurs sources d'erreurs interviennent. Les plus importants sont les erreurs dues à la variation de la température ambiante (dérive thermique, les erreurs dues à la complaisance de l'instrument de mesure), les erreurs sur la détermination de la pénétration initiale lors du contact et aussi les erreurs dues à la géométrie de l'indenteur.

A- La dérive thermique :

Il faut avant tout distinguer entre deux types de comportements qu'on peut observer durant l'essai de l'indentation instrumentée. Le premier est le fluage du matériau qui se manifeste

clairement quant la pénétration de l'indenteur augmente alors que la charge d'indentation reste constante, et le deuxième type (dérive thermique) correspond à des changements dans les dimensions de l'instrument de mesure (dilatation ou contraction) causés par les variations de la température ambiante même si l'équipement de mesure est généralement bien isolés thermiquement de l'environnement. Les petites variations de température peuvent entraîner des erreurs sur les profondeurs de pénétration mesurées, particulièrement, lorsqu'on travaille à l'échelle micrométrique. L'étalonnage permettant de corriger l'effet de la dérive thermique est généralement incorporé dans la procédure de l'essai d'indentation. Il consiste en la surveillance de la pénétration tout en maintenant avant le déchargement complet la charge appliquée constante à 10% de la charge maximale pendant une courte période ($\approx 1\text{mn}$) [38]. Le taux de pénétration ' τ ' obtenue par régression linéaire supposé constant durant l'essai d'indentation est utilisé pour corriger les valeurs mesurées de pénétration en fonction de leur instant d'acquisition. Le choix d'une faible charge (10% de la charge maximale) permet d'éviter ou de réduire tout effet de fluage qui peut masquer l'effet de la dérive thermique.

B- La profondeur de pénétration initiale :

Avec la plus petite charge délivrée par l'instrument d'indentation conformément à sa limite de résolution, le contact entre l'indenteur et l'échantillon est établi préalablement à tout essai ultérieur. Ce contact induit une profondeur de pénétration initiale ' h_i ' qui devrait être ajoutée aux profondeurs de pénétration mesurées. Sur les nouveaux systèmes d'indentation instrumentée où la détermination continue de la rigidité est possible, le premier point de contact pourra être identifié avec une très bonne précision grâce à la surveillance de la rigidité de contact harmonique, la pénétration harmonique, l'angle de phase ou la variation de la charge [46].

Pour les systèmes de chargement statiques, la norme ISO/Dis 14577-1 recommande un ajustement polynomial des données jusqu'à 10% de la profondeur de pénétration maximale, de sorte que la profondeur initiale peut être estimée par extrapolation à charge nulle [47]. Les relations pour un contact élasto-plastique entre la charge appliquée et la profondeur de pénétration en utilisant un indenteur Berkovich durant le demi-cycle de chargement est donnée par la relation:

$$h = \sqrt{F} \left[(3\sqrt{3}H_{IT} \tan^2 \theta)^{-1/2} + \left[\frac{2(\pi - 2)}{2} \right] \frac{\sqrt{H_{IT}\pi}}{2\beta \cdot E_r} \right] \quad (\text{I.21})$$

où ($2\theta=130,54$) est l'angle de l'indenteur

D'autre part, si l'on considère que la réponse du matériau est élastique pendant le chargement initial (les plus petits points du premier chargement) avec un indenteur Berkovich,

nous pourrions prédire d'après la théorie de Hertz, la relation entre la charge appliquée F et la pénétration corrigées ($h+h_i$), la relation est la suivante :

$$h+h_i \propto F^p \quad (I.22)$$

où p dépend de la forme de l'indenteur ($2/3$ pour un indenteur sphérique) cette relation de proportionnalité peut être réécrite

$$h = k.(F^p - F_i^p) \quad (I.23)$$

La constante k est également liée à la forme de l'indenteur, et F_i est la charge appliquée au premier contact, la détermination de p et k se fait en les considérant comme des variables et en les ajustant de telle façon que la ligne obtenue par le logarithme des deux cotés de l'équation (I.23) donne une pente égale à l'unité [47]. Cette pente est désignée par A sous la forme logarithmique de la relation (I.23)

$$\text{Log } h = \text{log } k + A \text{ log } (F^p - F_i^p) \quad (I.24)$$

C- Complaisance de l'instrument de mesure :

La complaisance de l'instrument de mesure (mécanisme de chargement) peut avoir une influence importante sur la profondeur de pénétration mesurée ou la complaisance mesurée, particulièrement pour les grandes profondeurs ou sur les matériaux rigides. La complaisance de l'instrument doit être établie par le fabricant comme il est recommandé par la norme de l'indentation instrumentée [48]. Toutefois, compte tenu d'éventuelles changements dans les composants du mécanisme de chargement, une méthode d'étalonnage simple est proposée en utilisant un matériau de référence (Silice vitreuse) qui est caractérisée par des propriétés connues et constantes (dureté et module élastique), une homogénéité, une isotropie et une absence de l'effet 'bourrelet' (pile-up) [46].

En supposant que la déformation élastique de l'ensemble échantillon/indenteur et le mécanisme de chargement peuvent être considérés comme deux ressorts en série, la complaisance total mesurée ($C=dh/dF$) serait la somme de la complaisance de l'échantillon $1/S$ et la complaisance de l'instrument. En utilisant l'équation (I.11) pour définir la complaisance de l'échantillon, la complaisance mesurée est :

$$C = \sqrt{\frac{\pi}{A_p}} \frac{1}{2\beta E_r} + C_f \quad (I.25)$$

Dans le cas d'un indenteur Berkovich, la surface de contact A_p est égale à $24,5 h_c^2$ ce qui est acceptable pour les grandes valeurs de profondeurs de la pénétration, la complaisance mesurée devient :

$$C = \sqrt{\frac{\pi}{24.5}} \frac{1}{2\beta E_r} \frac{1}{h_c} + C_f \quad (I.26)$$

De cette équation, nous pouvons constater que la pente de C par rapport à $1/h_c$ correspond à une droite dont l'origine est la complaisance de l'instrument C_f . Cette équation peut être aussi réécrite en termes de charge maximale $F_{\max}$ et H_{IT} en remplaçant A_p par $F_{\max}/H_{IT}$ en utilisant l'équation (I.3), d'où C_f est le point d'intersection de la pente linéaire de C par rapport à $1/(F_{\max})^{1/2}$.

$$C = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{1}{E_r} \frac{\sqrt{H_{IT}}}{\sqrt{F_{\max}}} + C_f \quad (I.27)$$

Pour établir la complaisance du mécanisme de chargement soit par l'équation (I.26) ou (I.27), il est recommandé d'éliminer les faibles valeurs de h_c où la géométrie de l'indenteur peut avoir une influence sur la constance des caractéristiques propres de l'échantillon E_r et H_{IT} et donc induire des erreurs sur la régression linéaire [47,49]. Pour la capacité de mesure continue de la rigidité sur les appareils instrumentée, ce calibrage est facile à mettre en œuvre dans un cycle d'indentation en comparaisant avec les systèmes de chargement statique où de multiples cycles d'indentation sont nécessaires.

Il est également important de rappeler qu'il existe un paramètre expérimental mesurable $F_{\max}/S^2$ (charge maximale devisée par la rigidité au carrée) du matériau étudié qui est indépendant de la profondeur de pénétration. Il est lié au rapport H_{IT}/E_r^2 suivant la relation déduite des deux équations (I.3) et (I.11)

$$\frac{F_{\max}}{S^2} = \frac{\pi}{(2\beta)^2} \frac{H_{IT}}{E_r^2} \quad (I.28)$$

Ce paramètre dont la valeur doit être constante à des profondeurs de pénétration importantes, où il n'y a aucune influence de la géométrie de l'indenteur est utile pour la détermination ou la vérification de la complaisance de l'instrument [46]. Comme le montre ce rapport, la constance du paramètre $F_{\max}/S^2$ suppose également qu'il n'y a pas de dépendance de la taille de l'empreinte d'indentation sur la dureté et le module élastique des matériaux étudiés.

D- La géométrie de l'indenteur :

La fonction de la surface de contact de l'indenteur $A_p = F(h_c)$ caractérise la variation de la surface projetée reliée à la déviation de la géométrie idéale de l'indenteur (la surface de contact idéal pour l'indenteur Berkovich est $24,5 h_c^2$). Cet écart est particulièrement important à faible profondeur de pénétration (près du bout de l'indenteur) quand un indenteur mal usiné ou usé est

utilisé. La fonction du secteur de contact est généralement exprimée suivant la forme polynomiale :

$$A_p(h_c) = C_0 h_c^2 + C_1 h_c + C_2 h_c^{1/2} + C_3 h_c^{1/4} + \dots + C_8 h_c^{1/128} \quad (I.29)$$

Cette fonction de la surface est obtenue en ajustant la variation indirectement mesurée de la surface de contact A_p en fonction de h_c en utilisant la relation suivante tirée de l'équation (I.11):

$$A_p = \pi \left[S \frac{1}{2\beta E_r} \right]^2 \quad (I.30)$$

Cet étalonnage est généralement appliqué sur un matériau de référence (Silice vitreuse) pour lequel le produit $\beta.E_r$ est connu. Dans le cas où il n'est pas défini, ce produit peut être estimé pour les grandes profondeurs en considérant la géométrie idéale de l'indenteur ($A_p = 24,5 h_c^2$ pour l'indenteur Berkovich). La rigidité de contact S correspondant à chaque valeur de h_c doit être corrigée de la contribution de la complaisance de l'instrument [46].

I.1.3.3 Effet de la taille d'indentation 'ISE'

Sur des matériaux homogènes et isotopiques, nous mesurons normalement une seule valeur de dureté ou du module élastique. Cependant, plusieurs raisons font dépendre les résultats expérimentaux de ces valeurs avec la profondeur de pénétration. Certaines de ces raisons reflètent le comportement réel du matériau testé et apparaissent à cause de la présence de films d'oxydes très minces sur la surface (cas des métaux) avec des propriétés mécaniques différentes de celle du matériau de l'échantillon ou à cause de la présence de contraintes résiduelles et un durcissement superficiel résultant de la préparation de l'échantillon et le processus de polissage. Il peut aussi y avoir des erreurs associées au bout de l'indenteur, particulièrement aux très petites valeurs de pénétration. Zhang et Xu [50] ont examinés le rôle de l'effet de la surface sur la nano dureté pour des profondeurs de pénétration très petites. Ils annoncent qu'il existe une profondeur de pénétration critique ci au dessous de la quelle l'effet de la surface domine la variation charge-pénétration.

Cet effet connu sous le nom de 'l'effet de la taille d'indentation' ISE généralement mène à une décroissance de la dureté à mesure que la charge d'indentation augmente. Plusieurs théories ont été proposées pour caractériser l'effet ISE: **i)** L'approche de Hay-Kendall, **ii)** PSR modèle, **iii)** Modèle du rétablissement élastique, **vi)** Loi de Meyer, [51,52]. Il a été montré que chacune de ces théories peut fournir des descriptions satisfaisantes pour la relation entre la charge maximale d'indentation et la taille de l'empreinte d'indentation. Cela étant, la méthode la plus utilisée pour

la description de l'effet ISE reste la loi de Meyer, qui corrèle la charge d'indentation et l'empreinte d'indentation en utilisant une simple loi de puissance [12, 51,52]

$$F_{\max} = Ah_c^n \quad (I.31)$$

où A et n sont des constantes qui peuvent être dérivées directement de l'approximation de la courbe tracée à partir des données expérimentales.

Plusieurs études ont été faites pour explorer la relation entre les deux paramètres de la loi de Meyer (n et A). Par exemple Sargent et Page [53] ont considérés plusieurs valeurs de n contre ln A pour une tentative de vérifier la possibilité d'un effet microstructurale possible sur ces paramètres de la loi de puissance. Ils ont constatés que pour la céramique, les faibles valeurs de n sont associées à de grandes valeurs de Ln A. Des tendances semblables ont été constatées par Zhijian et al [51]. D'autres études [54, 55, 56] ont montrées également que la loi de Meyer ne peut fournir de connaissances sur l'origine de l'effet ISE.

Li et Bradt [55] ont proposés un modèle appelé 'modèle de la résistance proportionnel de l'échantillon' PSR, il est considéré comme étant une forme modifiée de l'approche Hays-Kendall. Ce model traite la résistance de l'échantillon à la déformation permanente en tant qu'une fonction croissante de la taille de l'empreinte plutôt qu'une constante.

$$W = a_1 hc \quad (I.32)$$

Comme une première approximation, la forme de l'équation précédente peut être considérée comme une résistance élastique d'un ressort de sens contraire à la charge appliquée, alors la charge d'indentation réelle et la taille de l'indentation peuvent être liées par:

$$F_{\text{eff}} = F_{\max} - W = F_{\max} - a_1 hc = a_2 hc^2 \quad (I.33)$$

où a_1 et a_2 sont des constantes pour un matériau donné. Suivant l'analyse de Li et Bradt, les paramètres a_1 et a_2 peuvent être reliés respectivement aux propriétés élastiques et plastiques de l'échantillon.

Particulièrement, a_2 a été suggéré pour la mesure de la dureté H_0 qui est considérée comme étant la dureté indépendante de la charge. Pour les essais effectués avec un indenteur Berkovich, H_0 peut être déterminée directement de a_2 avec:

$$H_0 = F_{\text{eff}} / 24.5 hc^2 = (F_{\max} - a_1 hc) / 24.5 hc^2 = a_2 / 24.5 \quad (I.34)$$

L'équation (I.34) devient alors :

$$F_{\max} / hc = a_1 + a_2 hc \quad (I.35)$$

Qui permet de déterminer les deux paramètres a_1 et a_2 à partir de la pente de la courbe de $F_{\max} / hc$ en fonction de hc .

I.1.3.4 Détermination du module élastique et de la dureté en utilisant les méthodes d'énergies

Un intérêt particulier a été attribué à l'effet 'bourrelet' (pile-up) (figure I.4), observé autour de l'empreinte d'indentation sur certains matériaux, parce que il peut induire des erreurs importantes (jusqu'à 60%) sur la zone de contact, indirectement mesurées par l'analyse de (O&P) [47], il a par conséquent une influence directe sur la dureté et le module élastique mesurés. Différents études de l'effet de tassement (Sink-in) ou de bourrelet (pile-up) par l'assimilation des éléments finis ont établis les paramètres principaux pour prédire le comportement des matériaux [57, 58]. L'effet bourrelet est observé en particulier chez les matériaux caractérisés par un rapport module élastique/limite d'écoulement (E/σ_y) important. Même si cet effet est bien décrit et prédit par l'analyse des éléments finis, nous appuyons sur l'observation adéquate des empreintes (AFM ou SEM) pour s'en rendre compte [59-61]. De nouvelles méthodes développées sur la base des énergies de déformation et non pas sur la mesure de la profondeur de contact de l'indenteur [62-64] peuvent être une solution pour éviter l'effet 'bourrelet'. Cependant, ces méthodes doivent être validées expérimentalement avant d'être reconnu comme l'analyse d'Oliver et Pharr.

L'énergie de déformation totale W_t et l'énergie de déformation élastique W_e par indentation peuvent être calculées en calculant l'aire sous la courbe de chargement et déchargement respectivement [47]. En outre, l'énergie de déformation plastique W_p peut être calculée par soustraction à partir de W_t . En intégrant la courbe de chargement et déchargement, le travail de l'indentation peut être aisément obtenu. Particulièrement l'aire sous la courbe de chargement (Energie total W_t), l'aire sous la courbe de déchargement (Energie réversible W_e) et l'aire inclus entre la courbe de chargement et déchargement (Energie irréversible W_p). Plusieurs travaux ont été consacrés à la recherche de la signification physique du travail réversible et irréversible effectués pendant un essai d'indentation et de savoir si ces travaux fournissent de nouvelles informations sur la déformation élastique et plastique engendrées par indentation (figure I.5)

Ainsi plusieurs méthodes [62] confirment une corrélation entre le rapport d'énergie W_p/W_t et le rapport de pénétration h_p/h_m . Ce rapport est indépendant de la géométrie de l'indenteur et de son matériau. L'avantage de l'approche basée sur l'analyse dimensionnelle et le calcul par la méthode d'éléments finis, est qu'il ne se base pas sur des suppositions au sujet de la forme de la courbe d'indentation. Cette correspondance linéaire suggère que le rapport W_p/W_t et le rapport h_p/h_m contient les mêmes informations sur les propriétés mécaniques des matériaux.

Figure I.4 : Influence du comportement plastique sur la hauteur moyenne de contact h_c [65].

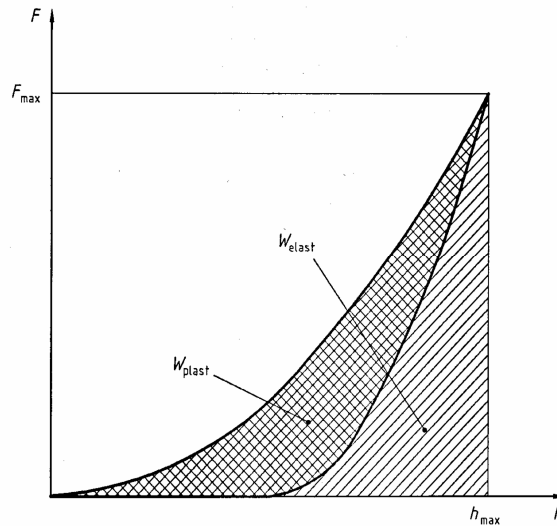
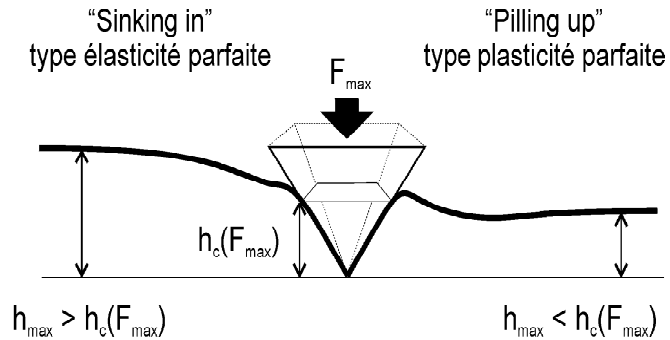


Figure I.5 Les énergies de déformation élastique et plastique (norme ISO/DIS 14577)

A- Méthode de Cheng & Cheng

Récemment une corrélation d'approximativement linéaire a été établie [62] entre W_p/W_t et le rapport H_{IT}/Er d'abord pour une géométrie donnée de l'indenteur et puis pour les indenteurs coniques [62]. Avec une gamme d'angles de faces $60^\circ \leq \theta \leq 80^\circ$

$$W_e/W_t = \lambda \cdot H_{IT}/Er \quad (I.36)$$

où λ est un facteur qui dépend de l'angle de l'indenteur θ . Dans le cas d'un indenteur Berkovich ($\alpha = 70,3^\circ$), différentes valeurs de λ ont été proposées dans la littérature [66-69]. Par exemple en se basant sur l'assimilation par la méthode des éléments finis, Giannakopoulos et al [68] suggère un facteur de 4.678. Par contre selon l'analyse de C&C, la constante λ est 5.33 [67].

L'utilisation de la relation (I.36) avec la relation (I.28) définissant le paramètre F_{max}/S^2 permettent de déterminer séparément les propriétés H_{IT} et Er . Une telle méthode qui nous dispense des mesures de pénétration et de toutes corrections nécessaires correspondantes est

certainement sollicitée parce que le travail total et le travail élastique peuvent être mieux évalués que la profondeur de contact. C'est une solution intéressante pour éviter la difficulté causée, par un éventuel effet de bourrelet.

B- Méthode de Chen et Bull

En étudiant la relation linéaire entre W_e/W_t et H_{IT}/E_r , J.chen et S.J. bull [63] observent que λ dépend de la géométrie de l'indenteur et du matériau testé également. Alors, ils développent une nouvelle relation entre W_e/W_t et H_{IT}/E_r qui n'est pas linéaire et dont elle intervient une constante 'n' qui dépend du matériau testé.

$$\frac{W_e}{W_t} = \frac{1.5(1.24 + 0.2n)\pi}{(0.24 + 0.2n)\beta} \frac{H_{IT}}{E_r} \tan \alpha \left(\frac{1}{1 + \frac{\pi\varepsilon}{2\beta} \frac{H_{IT}}{E_r} \tan \alpha} \right) \quad (I.37)$$

En comparant la relation avec d'autre relations développées [58, 70, 71, 72] les auteurs ont notés un meilleur accord, en utilisant les relations (I.3) et (I.28) ils ont déterminés séparément les propriétés E_r et H_{IT} :

$$E_r = \frac{W_e/W_t}{\frac{1.5\pi(1.24 + 0.2n)}{(2.24 + 0.2n)} - \pi\varepsilon W_e/2W_t} \cos \alpha / \frac{4\beta F_{\max}}{\pi S^2} \quad (I.38)$$

Et

$$H_{IT} = \left(\frac{W_e/W_t}{\frac{1.5\pi(1.24 + 0.2n)}{(2.24 + 0.2n)} - \pi\varepsilon W_e/2W_t} \cos \alpha \right)^2 / \frac{4F_{\max}}{\pi S^2} \quad (I.39)$$

où

n: Constante dépend du matériau varie entre 0 et 0.5, β : Facteur de correction géométrique,

ε : Constante qui dépend de la forme de l'indenteur, (pour l'indenteur Berkovich $\varepsilon=0.75$) [22].

De même que dans la méthode C&C, l'évaluation du module élastique E_r et de la dureté d'indentation H_{IT} avec les équations (I.38) et (I.39) ne nécessitent aucune mesure de la profondeur de pénétration de l'indenteur ou de sa surface de contact. Toutefois, en cas d'effet 'bourrelet' significatif, les auteurs recommandent des observations microscopiques pour la mesure précise de ces propriétés.

C- Méthode de Malzbender

Une différente relation non linéaire entre W_e/W_t et H_{IT}/E_r a été développée par J. Malzbender et al [70]. Celle-ci est exprimée sous la forme :

$$\frac{W_e}{W_t} = \left(\frac{\varepsilon}{2} + \frac{\beta}{\pi \tan \alpha} \frac{E_r}{H_{IT}} \right)^{-1} \quad (I.40)$$

En utilisant l'équation (I.28) avec l'équation précédente, les propriétés H_{IT} et E_r peuvent être déterminées séparément :

$$E_r = \frac{W_e}{W_t} \frac{S^2}{4\beta F_{\max} \tan \alpha} \frac{1}{\left(1 - \frac{W_e}{W_t} \frac{\varepsilon}{2}\right)} \quad (I.41)$$

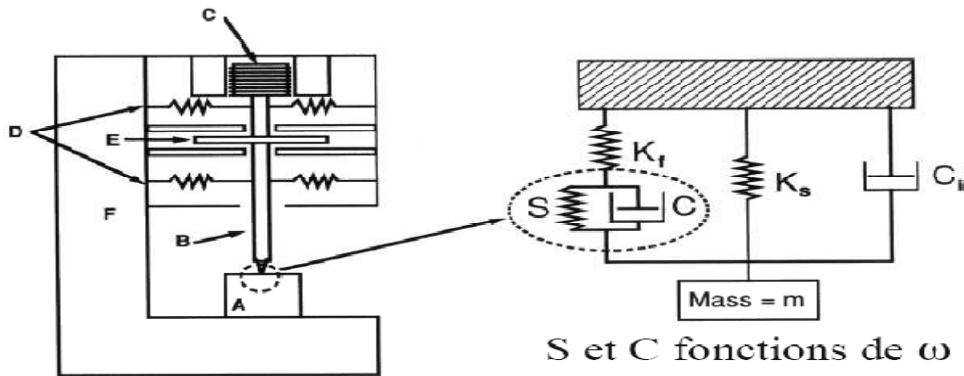
$$H_{IT} = \left(\frac{W_e}{W_t}\right)^2 \frac{S^2}{4\pi F_{\max} \tan^2 \alpha} \left(\frac{1}{1 - \frac{W_e}{W_t} \frac{\varepsilon}{2}}\right)^2 \quad (I.42)$$

Bien que l'équation (I.28) ait été obtenue par l'indentation dans les solides homogènes, des travaux récents de J. Malzbender et al [70] suggèrent qu'elle puisse également être appliquée aux couches minces et revêtements déposés sur des substrats, à condition que la déformation des revêtements n'influe pas la dissipation d'énergie de manière significative.

I.1.3.5 Dispositifs d'indentation instrumentée

Beaucoup de systèmes d'indentation instrumentée peuvent être généralisés en termes d'illustration schématique montrée sur la figure I.6. Parmi les systèmes commercialisés, dans ceux développés par nano instrument(MTS système), HYSITRON(MN)[73], Ltd(UK)[74], CSIRO(Australie)[75] et CSM(Suisse)[8], la charge est souvent appliquée en utilisant la mise en action électromagnétique ou électrostatique, avec un capteur capacitive utilisé pour mesurer la pénétration. Dans les instruments (MTS) (HYSITRON), (CSIRO) ainsi que dans (CSM), l'axe de l'indenteur est vertical comme illustré sur la figure I.6. Par contre l'axe est horizontal sur le (Ltd). En outre, sur les systèmes (MTS, CSIRO et CSM), l'application de la charge et la mesure de la pénétration se fait avec des moyens séparés alors que dans le système (HYSITRON), on utilise le même capteur pour l'application de la charge et la mesure de la pénétration de l'indenteur.

Le dispositif récemment développé, appelé Mesure continue de rigidité CSM (Continuos stiffness measurement), offre une amélioration significative de l'essai de nano indentation. Il est composé d'un système d'amplification et de transmission de signal et d'un capteur différentiel qui permettent de mesurer la rigidité du contact à un point quelconque le long de la courbe de chargement et pas seulement après déchargement comme dans les procédés statiques.



- A. Echantillon (Raideur S et Amortissement C)**
B. Colonne de chargement de l'indenteur (masse m)
C. Solénoïde d'application de la charge
D. Ressorts supportant la colonne d'indentation (Raideur K_s)
E. Jauge capacitive de mesure du déplacement (Amortissement C_i)
F. Bâti de la machine, Raideur(K_f)

Figure I.6 : Illustration schématique du système d'indentation instrumentée [76]

Les appareils de contrôle instrumenté sont des instruments de précision élevée utilisés pour la détermination des propriétés mécaniques des couches minces, des enduits et des substrats. Des propriétés telles que la dureté et le module élastique peuvent être déterminés sur presque n'importe quel type de matériaux, doux, dur, fragile ductile, le principe de fonctionnement de l'instrument est comme suit :

Le bout de l'indenteur est conduit dans la surface de l'échantillon en appliquant une charge progressive. Quand la charge atteint la valeur maximale après un certain temps de maintien à cette charge, la charge est réduite jusqu'au déchargement complet ou partiel. Grâce à un capteur différentiel, une courbe force-pénétration peut être tracée le long des deux cycles de chargement et de déchargement.

Les mesures peuvent être faites à des profondeurs de pénétration excessivement petites. Ainsi cette technique est idéale pour la mesure des propriétés mécanique des couches minces. En outre, la bonne résolution en temps de maintien permet de mesurer les propriétés des matériaux viscoélastiques (polymères) [20,77], où la mesure continue des propriétés mécaniques est plus que nécessaire. Nous pouvons aussi l'utiliser sur les matériaux non homogènes et les multicouches où la microstructure [7,78] et les propriétés mécaniques changent avec la profondeur de pénétration de l'indenteur.

Cette technique offre la possibilité d'effectuer des mesures d'indentation qui permet de détecter le déplacement dû au fluage dans la gamme des nanomètres sur de petits volumes [7]. Le chargement cyclique offert par cette technique est utilisé pour l'exécution des essais de fatigue

sur les matériaux et les couches minces [79, 80]. Elle permet également des essais de rayage sur les matériaux et plus particulièrement sur les revêtements.

Les appareils de contrôle instrumenté (CSM) sont les seuls instruments disponibles actuellement dans le commerce qui emploient une technique de mise en référence extérieure dynamique. En mettant en référence la mesure de profondeur à partir de la surface de l'échantillon. Ces appareils de contrôle présentent les avantages uniques suivants :

- Durée de cycle rapide de mesure.
- Dérive thermique négligeable.
- Protection du secteur de mesure contre des courants d'air et des perturbations acoustiques.
- Protection du bout de mesure contre les dommages mécaniques.

Remarque : Un appareil CSM nouvellement développée permettant d'éliminer, les erreurs sur la profondeur de pénétration initiale (h_i), la dérive thermique et les erreurs dues à la complaisance de l'instrument de mesure (Cf) [81].

	Micro-indenteur CSM	Nano-indenteur Ltd
Charge maximale	10N (30optional)	500mN
Résolution de la charge	100 μ N	100 nN
Pénétration maximale	0-20,0-200 μ m 1mm optionnel	0-200 μ m
Résolution de déplacement	0.04 et 0.3nm	0.1nm
Plage de mesure XY	120mm x 20mm	120mm x 20mm
Résolution suivant XY	0.25 μ m	0.25 μ m
Grossissement microscopique	200x, 2000x	1000x
Axe de l'indenteur	Vertical	Horizontal

Tableau I.1 : Caractéristiques des appareils d'indentation CSM &Ltd [44,47]

I.1.3.6 Indenteurs utilisés dans la nano indentation

Le matériau le plus fréquemment utilisé pour les indenteurs est le diamant à cause de ces bonnes propriétés mécaniques. Pour les petites mesures de la dureté et du module élastique l'indenteur pyramidal Berkovich est mieux approprié que celui du Vickers ou Knoop puisque la forme pyramidal à trois faces est plus facile à usiner et rectifier que celle à quatre faces [47]. Il y a souvent de confusion entre les deux types d'indenteur Berkovich (Berkovich standard, Berkovich modifié). Le Berkovich standard a le même rapport entre la surface réelle de contact et la profondeur de pénétration de l'indenteur que celui de l'indenteur Vickers par contre l'indenteur Berkovich modifié a le même rapport de la surface projetée à la profondeur d'indentation que celui de l'indenteur Vickers.

Un autre indenteur à trois faces est celui de coin de cube (Cube corner) qui peut déplacer plus que trois fois le volume déplacé par l'indenteur Berkovich pour la même charge [47], produisant des contraintes beaucoup plus élevées au voisinage de l'empreinte et réduisant de ce fait le seuil de fissuration. Ceci rend l'indenteur idéal pour l'évaluation de la ténacité à des échelles relativement petites [47].

L'indenteur sphérique n'est pas appropriés aux essais de la nano indentation car il est très difficile d'obtenir une sphère faite en diamant avec un diamètre inférieur à $100\mu\text{m}$ [47].

L'indenteur utilisé pour l'essai d'indentation devrait être calibré indépendamment de l'instrument d'indentation par une méthode optique directe. Le certificat de calibrage devrait inclure les mesures géométriques appropriées.

A cause de la contamination par des corps étrangers qui s'adhère à l'indenteur lors de son contact avec les échantillons à examiner, les indenteurs doivent être efficacement nettoyé de temps en temps en les émergeant dans un bloc de mousses à haute densité de polystyrène suivi d'un rinçage dans de l'alcool. La propreté d'un indenteur peut être vérifiée en l'examinant soigneusement sous un microscope optique avec un grossissement optique supérieur à 400x.

La fonction de la surface de contact du l'indenteur est habituellement tracée comme la surface de contact réel en fonction de la profondeur en contact, h_c , et peut être déterminée par la mesure directe (à l'aide d'un microscope à balayage) ou indirectement sur un matériau de référence (Verre de silice) dont les propriétés E et H sont connus.

I.1.3.7 Applications de la technique d'indentation instrumentée

Les deux propriétés mécaniques mesurées le plus souvent par cette technique est la dureté H et le module élastique E des matériaux. En plus de la déformation plastique et élastique qui peuvent être estimées à partir des courbes charge-pénétrations, cette technique offre d'autres applications comme mesure des coefficients de friction, essais de rayage, l'évaluation de la fatigue sous des charges cycliques. Parmi les nombreux domaines d'application, on peut citer :

A. Mesure de la rigidité de contact :

La rigidité de contact peut être mesurée sur la partie de chargement d'un essai d'indentation en utilisant la technique instrumentée.

L'essai est accompli en imposant une force harmonique, qui est ajoutée à une charge nominale croissante, F, à l'indenteur. La réponse de déplacement du l'indenteur à la fréquence d'excitation et l'angle de phase entre les deux sont mesurés sans interruption en fonction de la profondeur. Ce qui permet de déterminer E_r explicitement comme une fonction de profondeur [38,82].

B. Mesure de fluage :

Pour les métaux et les céramiques à des températures élevées et pour des polymères dans la plupart des conditions, la déformation dépendante du temps se produit sous l'application de la charge. Ce phénomène se nomme fluage. Une des applications prometteuses de la technique instrumentée est l'essai de fluage. Dans un essai de fluage d'indentation, une charge constante est appliquée à l'indenteur et le changement de la profondeur d'indentation est surveillé comme fonction du temps. Comparé aux essais de fluage conventionnels, les expériences de fluage d'indentation instrumentée sont particulièrement utiles car elles simulent le fluage résultant du contact d'aspérité. Cette technique permet l'observation précise de fluage en introduisant de petites empreintes sur la surface afin d'analyser la variation de la profondeur de pénétration avec le temps sous une charge constante. La technique de l'indentation instrumentée a été employée pour étudier le comportement de fluage de différents matériaux et des multicouches [7].

C. Mesure de la fatigue :

La fatigue à l'échelle nanométrique n'a été étudiée que rarement, en raison du manque d'instruments spécialisés. L'indentation instrumentée fournit des cycles de force d'une forme sinusoïdale à hautes fréquences qui peuvent être employées pour réaliser des essais de fatigue à l'échelle nanométrique. Le comportement de fatigue des couches minces et des micro-revêtements peut être étudié en surveillant le changement en contact de la rigidité parce qu'elle est sensible à la formation des endommagements [7,83]. Pour obtenir la déformation et les endommagements de fatigue, les grandes amplitudes d'oscillations sont utilisées. Le nombre des cycles peuvent être déterminé à partir du temps écoulé.

D. Essai de rayage :

Pour améliorer les propriétés de surface, de plus en plus de matériaux sont revêtus de films minces. Afin de mieux cerner le comportement mécanique de ces revêtements, le test à la rayure est le mieux indiqué. La connaissance du comportement du matériau nu est indispensable aussi. La technique du nano rayage est particulièrement convenue pour caractériser la destruction pratique de l'adhérence des couches minces et des enduits d'une épaisseur typique inférieure à 500nm. Les substrats peuvent être durs ou mous, en alliages de métal, en matériaux semi conducteurs, ou en verre. On peut aussi tester des enduits organiques ou inorganiques, des vernies photosensibles et autres types de films d'applications optiques, microélectroniques, protectrices, décoratives [84].

I.1.4 Principe de l'essai de rayage

L'essai du rayage est réalisé en actionnant un indenteur sur la surface avec une charge normale F_n , pendant que l'échantillon est déplacé à une vitesse constante. Les efforts résultants sur la surface causent la rupture de l'échantillon. La plus petite charge à laquelle on a une rupture (force critique de rupture F_c) est enregistrée grâce à un capteur acoustique (figure I.7).

Les appareils de contrôle (CSM & Ltd) fournissent des données établies selon la valeur de la force critique de rupture F_c en enregistrant simultanément trois effets différents :

i) Variations tangentiels de force, **ii)** Fluctuations acoustiques d'émission, **iii)** Déformations microscopique.

En raison des nombreux paramètres variables impliqués dans l'essai de rayage (vitesse de chargement, vitesse de déplacement, longueur de rayage, charge,...) c'est tout un défi à pouvoir normaliser la méthode. Une approche récente faite par la commission européenne s'est concentrée sur une classe de matériaux (céramiques) dans le but de réduire le nombre vaste de défaillance critiques possibles [85].

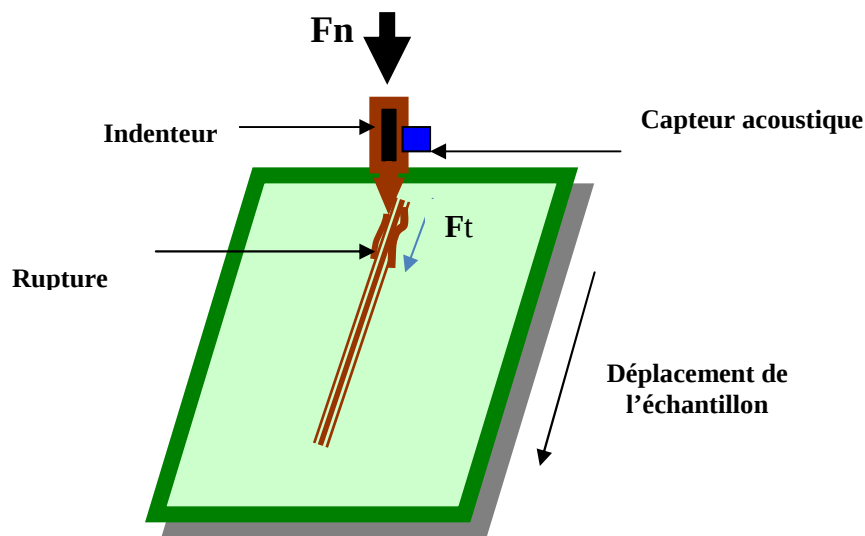


Figure I.7 : Principe de l'essai de rayage

I.1.4.1 Endommagements

Lors de l'essai de rayage, on peut faire varier beaucoup de paramètres, géométrie de l'indenteur, force normale de rayage, vitesse de rayage, température, lubrification... Ces paramètres ont un rôle déterminant sur la formation de la rayure. Une variation de l'un d'eux peut faire passer d'un mode de labourage ductile à un mode de fissuration. Nous avons recensé six modes d'endommagements lors de la rayure d'un matériau :

- Le repassage : La surface du matériau est modifiée par le passage de l'indenteur, mais il n'y a pas de bourrelet sur les cotés du sillon. Le matériau se déforme principalement de façon élastique avec peu ou pas de déformation plastique. Ce type de déformation apparaît surtout pour des matériaux viscoélastiques et pour des niveaux très faibles de déformations imposés par l'indenteur [86].
- Le labourage ductile (figure I.8a): L'indenteur laisse un sillon net dans le matériau avec la formation de deux bourrelets latéraux. La matière s'écoule plastiquement autour de l'indenteur avec un coefficient Γ (taux de perte de la matière) nul. On observe ce labourage surtout pour les métaux et pour les polymères lorsque le niveau de déformation reste assez faible.
- La fissuration frontale (figure I.8b) : Des bandes de déformation, convexes par rapport au sens de rayage, apparaissent dans le sillon laissé par l'indenteur. On observe également ce type de défauts lors de la rayure d'un polyéthylène téréphtalate (figure I.8c) ou de matériaux caoutchoutiques [87]. Selon certains travaux [88], ces défauts, localisés en surface, sont dus aux contraintes de Von Mises, cela dans le cas de la rayure par une sphère d'un matériau élastique et en présence de frottement. La présence d'un lubrifiant a pour effet de diminuer le frottement local au contact de l'indenteur et de faire disparaître ce type de défaut. Pour un matériau très viscoélastique, comme le polyéthylène à très haute masse moléculaire (figure I.8b), la matière s'accumule devant l'indenteur en raison des contraintes de compression, jusqu'à ce qu'elle atteigne sa limite d'élasticité et passe sous l'indenteur. Pour des matériaux amorphes, comme le polyméthyl- méthacrylate, des fissures peuvent alors apparaître.
- La fissuration arrière (figure I.8c) : Les bandes de déformations sont, à l'opposé du cas précédent, concaves par rapport au sens de rayage. Elles sont localisées dans le fond du sillon. Les matériaux présentant ce type d'endommagements ont un comportement fragile. Ni et Le Foue [88] ont également observés ces fissures sur du verre et de l'acétate. Les forces de traction en aval de l'indenteur sont responsables de ces endommagements.
- La rupture fragile : La figure I.8d montre la formation de fissures sur les bords du sillon. Ces fissures accompagnent généralement le mode de labourage ductile ou le mode d'usinage décrit ci-dessous.
- L'usinage (figure I.8e) : Lorsque les conditions de rayage deviennent très sévères (niveau de déformation très important) une partie de la matière est évacuée. On peut rencontrer un usinage ductile où l'on verra apparaître des copeaux sur métaux [89,90] ou bien un arrachement de matière fragile : l'écaillage. Ce mode d'endommagement est pratiquement toujours accompagné de fissures sur les bords ou dans le fond du sillon, comme on peut le remarquer sur la figure I.8e.

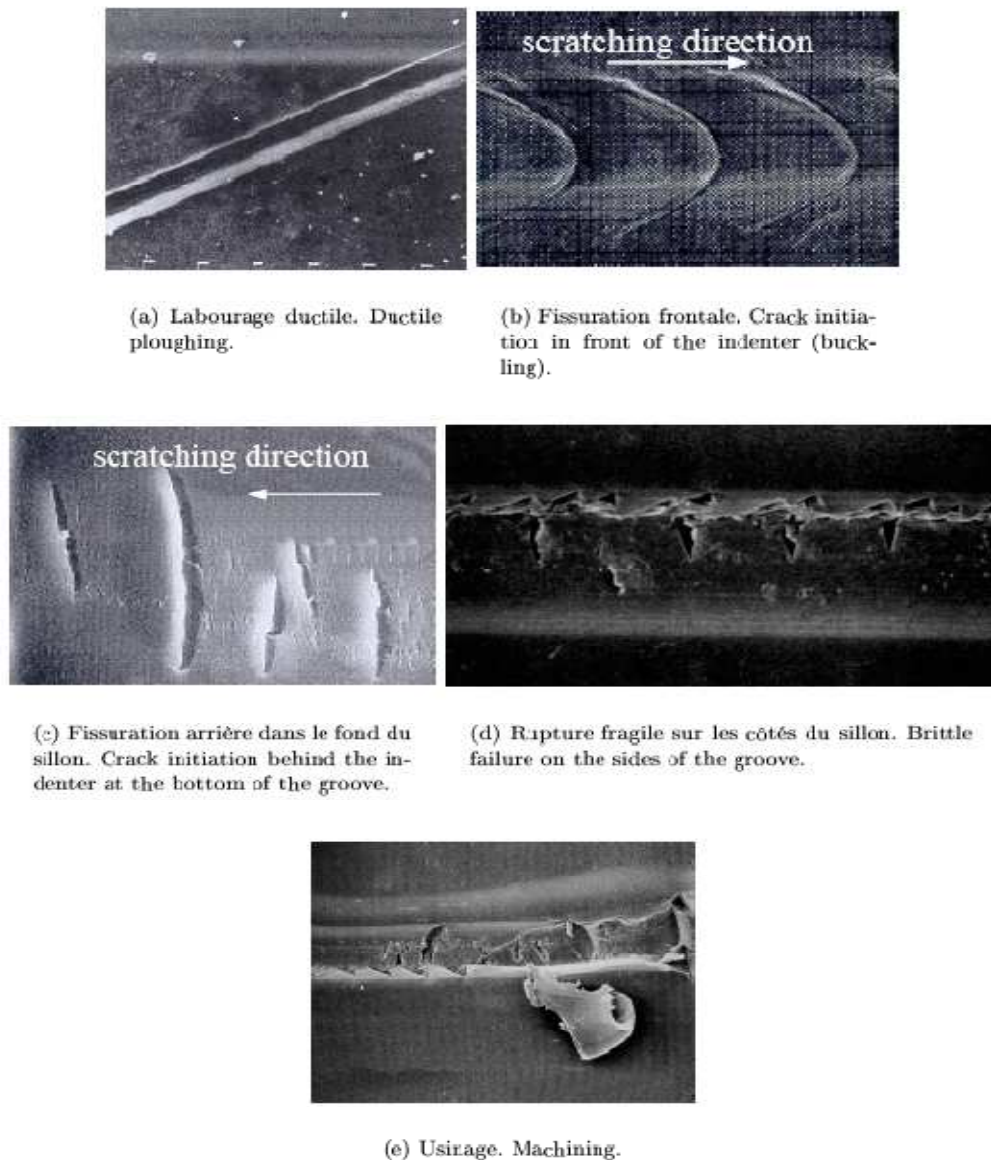


Figure I.8 : Endommagements observés lors de l'essai de rayure

I.1.4.2 Types d'essai de rayage

La gamme des mesures du dispositif de rayage couvre trois différents types d'essai.

A- Essai de rayage à charge progressive (PLST)

Il correspond à l'application d'une charge continue et progressive durant le déplacement de l'échantillon sous l'indenteur. Des paramètres d'emploi standard de 100N/min (taux de chargement) et de 10mm/min (vitesse latérale de déplacement) sont généralement utilisés. Les premiers rayages sont employés pour la détermination de la charge critique et les tests suivant sont réglés à la valeur de $F_c + 10\text{N}$ pour éviter l'usage inutile du bout de l'indenteur [44].

B- Essai de rayage constant (CLST)

Dans cet essai, la charge reste constante pendant l'essai et elle ne change que pour les essais suivants faites à d'autres endroits. Les paramètres de mesure standards recommandés sont la vitesse latérale 10mm/min et la longueur de rayage 10mm. Il est recommandé d'utiliser comme charge le un cinquième de la force critique F_c (déterminée par l'essai de rayage progressif) [44].

C- Essai de rayage multiple (MPST)

Ce mode soumet la surface à un essai de fatigue à bas cycle qui est considéré comme une meilleure simulation aux vraies conditions de travail. Dans cet essai on refait la même rayure plusieurs fois avec la même charge constante inférieure à la charge critique F_c , il est recommandé d'utiliser 50% de F_c (déterminée par le mode progressif). Les autres paramètres sont les mêmes de ceux choisis pour les deux autres modes.

Dans la plus part des cas, le mode d'essai CLST permet une meilleure discrimination entre les propriétés d'adhérence que le mode PLST mais le premier est plus long. (Puisque il nécessite plusieurs séries de tests) [44].

I.2 COMPORTEMENT DU VERRE AUX ESSAIS D'INDENTATION ET DE RAYAGE

I.2.1 Généralités sur les verres

Le début de l'industrie artisanale du verre qui correspond à l'utilisation des techniques de soufflage se situe au début de notre 15^{ème} siècle. Au 17^{ème} siècle, avec le développement des connaissances dans le domaine de l'optique, sont apparus les premiers instruments d'observation utilisant le verre (lunette, télescope...) [91]. L'industrie verrière pour la fabrication de bouteilles et de verres à vitre a commencée aux états unis au début du 18^{ème} siècle. En 1879, Monsieur Thomas Edison a inventé l'ampoule incandescente qui a changée les vies des millions de personnes tout autour du monde. C'est une application typique qui n'est possible sans l'utilisation de verre qui lui seul satisfait les propriétés nécessaires pour le fonctionnement : dureté, transparence, tenir le vide et résister aux températures élevées en même temps. Avec le progrès technologique, le champ d'application du verre n'a cessé de s'étendre, surtout dans l'optique pour la fabrication des composants optiques tels que : les lentilles, les prismes, miroirs.... Son large spectre d'utilisations, la rendu indispensable dans des applications fines de haute précision.

Une autre application révolutionnaire de verre est la fibre optique dans le secteur des télécommunications. L'information est diffusée par des fibres de verre de silice transparentes au

lieu des fils de cuivre. L'information de volume et de vitesse a considérablement augmentée aussi bien que la fiabilité de la transmission [92].

1.2.2 Structure des verres

Dans tout solide, il existe entre les éléments constituant un certain arrangement qui détermine sa structure. Il en est ainsi pour le verre, les éléments constitutifs du verre de silice sont les tétraèdres SiO_4 qui sont assemblés par les sommets par des ions O^{2-} . Dans le cas de la structure cristalline (quartz) l'angle Si-O-Si est constant et égale à 140° , alors qu'il peut varier dans le cas de silice vitreuse autour d'une valeur moyenne de 145° . Cela suffit pour que le réseau de silice vitreuse soit désordonné.

Si l'on part du fait que les liquides possèdent une structure désordonnée, il doit en être de même du verre qui est un liquide figé. Les différentes hypothèses sur la structure du verre et les conditions de sa formation ont été élaborées à partir de là, avec quelques modifications et extensions [93].

On peut obtenir des renseignements plus précis sur la structure du verre, en étudiant celle du liquide à partir duquel et en dépendance des conditions de refroidissement et de composition, le verre prend deux formes de structure. [93]

- Refroidissement lent et composition quelconque : formation d'un réseau ordonné cristallisé (quartz, cristobalite).
- Refroidissement rapide avec rapport défini entre les masses et les composants : formation d'un réseau désordonné, arrangement irrégulier (une structure vitreuse ou verre de silice).

Le verre est privé de l'arrangement parfait de l'état cristallin. Sa structure est aléatoire. Elle ne présente pas d'ordre à longue distance comme pour les solides cristallins, tandis que les cristaux ont des liaisons régulières et identiques entre tous les atomes. Les liaisons dans le verre sont souvent perturbées, déformées et cassées. [93]

L'introduction de l'oxyde alcalin, comme l'oxyde de sodium Na_2O , pour le verre sodocalcique, coupe les liaisons Si-O. Le réseau se trouve rompu et il y existe des discontinuités.

La formation de ces discontinuités représente l'effet le plus important des oxydes alcalins, car elles entraînent un affaiblissement de la structure vitreuse dont la solidité dans ces systèmes de verre augmente avec le nombre de ponts Si-O-Si. Ceci explique le rôle important des oxydes alcalins dans la modification de nombreuses propriétés telles que l'abaissement de la température de fusion. [93, 94]

I.2.3 Comportement des verres à l'indentation

La propagation des fissures dans les solides fragiles est brutale. Elle conduit généralement à une rupture catastrophique. Quand un verre se brise, les fissures semblent se propager instantanément. La vitesse de propagation des fissures atteint quelques centaines de mètres par secondes. Ce mécanisme de rupture, qui n'est précédé d'aucune déformation plastique, caractérise le verre. Cette fragilité est due au fait que les failles superficielles tendent à redistribuer le champ de contraintes internes en provoquant des concentrations de contraintes élevées aux fronts des fissures. La fracture survient quand les champs atteignent des valeurs critiques. Pour étudier les problèmes de fissuration des matériaux fragiles, l'indentation est la technique la mieux indiquée.

D'un point de vue macroscopique ou sous de hautes contraintes localisées, il est couramment admis que les verres présentent une déformation permanente sans rupture complète de l'échantillon étudié, qui peut être dissociée en :

- i) Une déformation permanente (abusivement nommée déformation plastique en référence à la déformation permanente relative à la plasticité des métaux) qui intervient par densification et/ou par glissements locaux.
- ii) Une déformation par rupture (amorçage et propagation de fissures).

I.2.3.1 Déformation plastique des verres

Du fait de la structure ouverte du verre (cas d'un verre avec taux peu élevé d'ions modificateurs), la pression d'une indentation induit une compaction du réseau, augmentant ainsi sa densité [95,96]. Ce phénomène est aussi déjà constaté au cours de la compaction des verres massifs soumis à une pression quasi-hydrostatiques [95,97]. Ce procédé, dit de densification, est une déformation non-conservative en volume et est attribuée à la possibilité qu'ont les atomes de bouger du fait de la relative souplesse des liaisons Si-O-Si. Les ions modificateurs restreignent ces mouvements.

La déformation sous une indentation est également connue pour intervenir de manière irréversible par déformation 'plastique' ou glissements locaux [98, 99]. Ainsi, le phénomène 'Bourrelet' (apparition de bourrelets sur les bords de l'indentation [68]) est sensé apparaître dans le cas d'une déformation principalement gouvernée par déformation plastique puisque cette dernière s'exécute idéalement à volume constant. Par contre le phénomène 'Tassement' est dans le cas où la déformation élastique est prépondérante.

Les verres dis normaux contenant un taux important d'ions modificateurs (verre sodo calcique) sont caractérisés par l'absence ou la contribution mineure de la déformation par

densification. A l'inverse, le comportement à l'indentation et au rayage des verres anormaux avec peu ou pas d'ions modificateurs est gouverné de manière prépondérante par le procédé de densification qui témoigne de la capacité des verres à haute teneur en silice à se densifier sous un contact mécaniquement sévère [100].

Ainsi, les verres peuvent se déformer par glissements locaux et/ou par densification selon leur composition chimique (figure I.9).

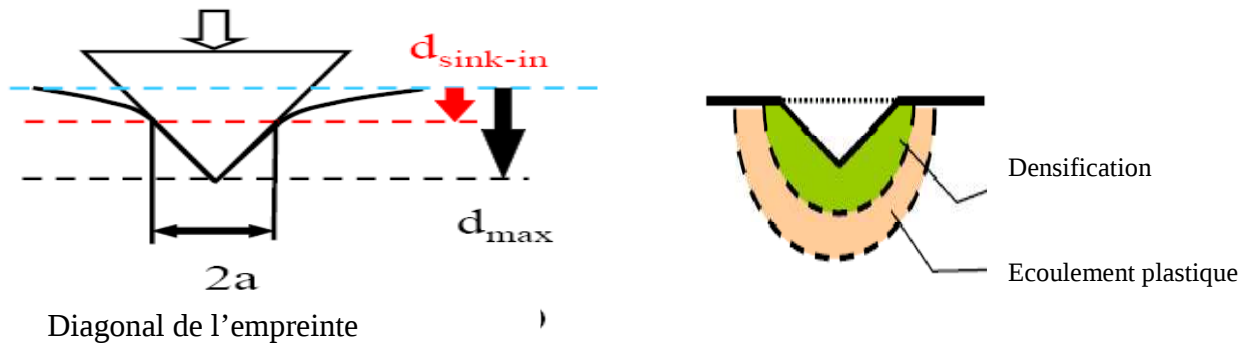


Figure I.9 : Comportement des verres normaux/anormaux à l'indentation

I.2.3.2 Fissuration des verres

Les différents types de fissures qui ont lieu lors d'une indentation sont représentés sur la figure I.10. Le type de fissuration est fonction de la forme de l'indenteur, du type du verre et de la charge appliquée. En général, un indenteur sphérique engendre une fissuration conique ^(A). Par contre, un indenteur pointu (Vickers, Knoop ou Berkovich) conduit à des fissures médianes, radiales et latérales ^(B,C,D,E). La combinaison de ces fissures conduit à des profils de fissuration de type médiane ^(C) ou radial ^(B) (palmqvist).

Remarque : Dans le cas des verres anormaux, un indenteur pointu peut causer une fissuration conique après une déformation plastique dû à un chargement exagéré.

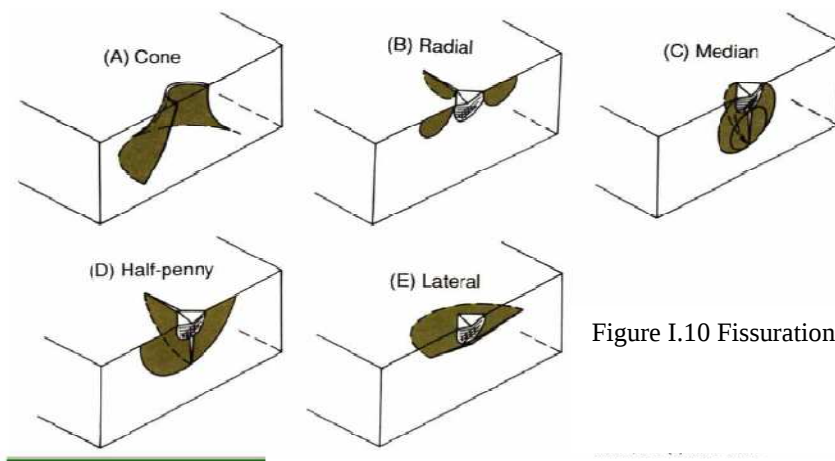


Figure I.10 Fissuration des verres normaux et anormaux [100]

La figure I.11 présente des micrographies montrant des empreintes d'indentation des verres normaux et anormaux [101]. La figure I.12 présente également deux empreintes Vickers faites à une charge de 49N sur deux verres sodocalcique et borosilicate [102]

Des études ont été déjà faites [103] montrant que la résistance à l'initiation des fissures n'a pas de rapport clair avec les propriétés mécaniques (K_{1C} , H, etc....) mais plutôt avec les contraintes résiduelles dans le verre. Ces contraintes peuvent être réduites par densification. Y. Kato et al [103], ont clarifiés la large différence de la résistance à la fissuration de différentes compositions de verre. Ils ont montrés que la force pour laquelle les verres atteints la contrainte résiduelle critique de fissuration diffère selon la composition chimique des verres (figure I.13) et que les verres présentant une grande résistance à la fissuration sont ceux qui présentent un grand 'tassement' (figure I.14).

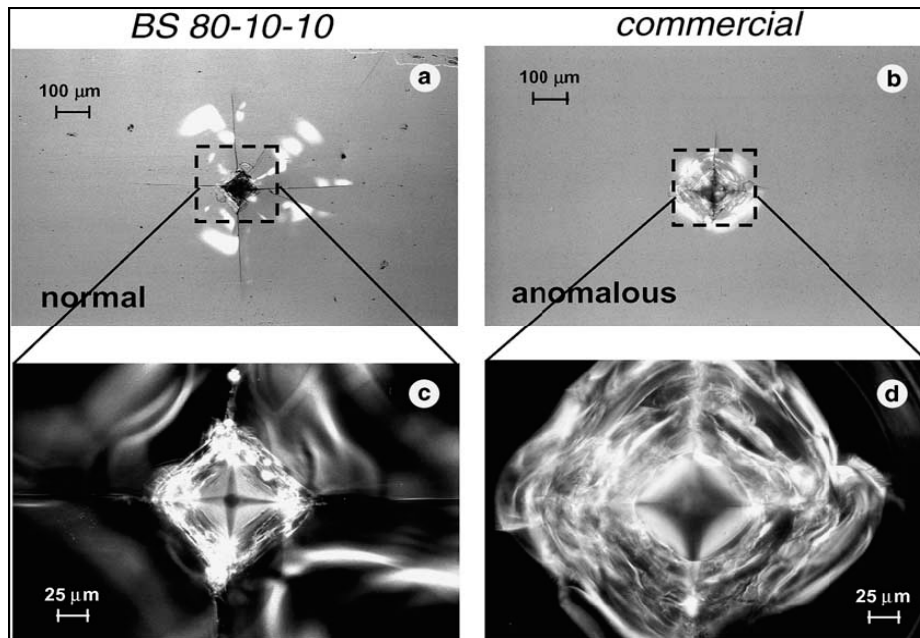


Figure I.11 : Micrographies d'empreintes d'indentation faites dans l'eau avec indenteur à (64°) [101]

a-Verre BS80-10-10, b-Verre Commercial,

Les micrographies agrandis obtenus en utilisant un éclairage latéral sont présentées comme suit
c-Verre normal, d-Verre anormal

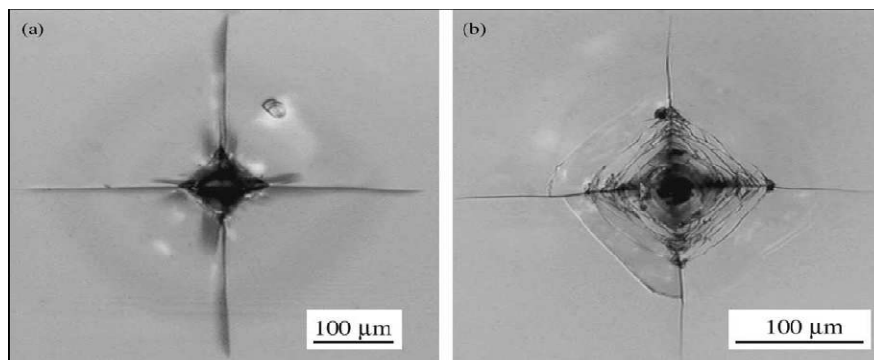


Figure I.12 Micrographies d'empreintes Vickers faites avec charge=49N [102]

a-Verre Sodocalcique, b-Verre Borosilicate

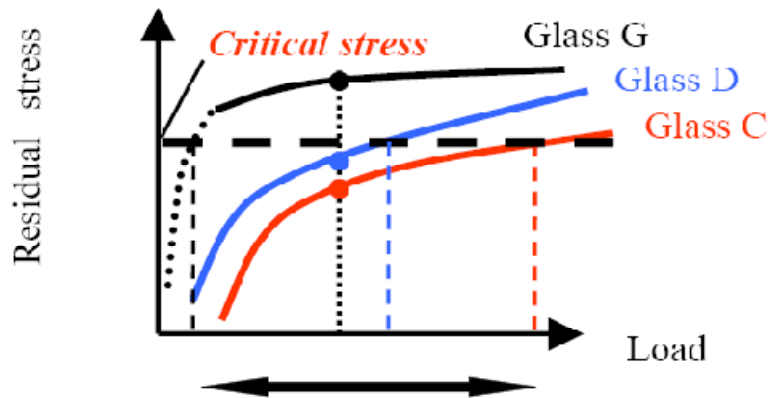


Figure I.13 : Influence de la composition chimique des verres sur la charge admissible

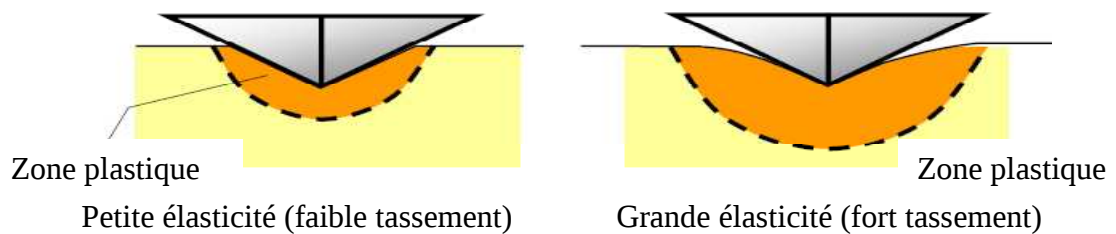


Figure I.14 : Comportement des verres Normaux/Anormaux à l'indentation

I.2.4 Comportement des verres à l'essai de rayage

Pendant un essai d'indentation Vickers sur un verre sodocalcique, l'occurrence des fissures dépend fortement de la charge appliquée et celles-ci peuvent apparaître durant le chargement ou le déchargement [104]. Des observations similaires ont été effectuées durant des tests de rayage mais l'étude de la fissuration et des endommagements reste à explorer. Une analyse fractographique à l'échelle micrométrique a été menée. Par exemple, les fissures chevrons comme définies par Rice et al [105], la propagation des fissures latérales décrite par Bulsara [106], ainsi que l'écaillage donné par Le houérou et al [107], méritent quelques investigations supplémentaires. Les observations des endommagements de surface décrites renseignent sur la nature et l'occurrence des phénomènes de fissuration radiale, latérale et d'écaillage.

Pendant un test de rayage, le faciès d'endommagement dépend fortement de la charge normale appliquée et différentes fissures ont été identifiées :

- i)** les fissures médianes, **ii)** les fissures radiales (chevrons), **iii)** les fissures latérales.

Pendant un essai de rayure effectué avec une charge croissante monotone sur un verre, trois régimes différents d'endommagement sont typiquement observés et représentés schématiquement sur la figure I.15 **i)** Régime micro-ductile I (sillon permanent sans endommagements visibles), **ii)** Régime fragile de fissuration ou d'écaillage II (endommagements importants sous forme de fissures latérales atteignant la surface et fissures radiales) et **iii)** Régime micro-abrasif III (présence de nombreux débris et éventuellement de petites fissures latérales débouchantes).

Deux mécanismes différents de création d'écaillés ont été identifiés :

- L'écaillage peut se produire en l'absence de fissures radiales (dans le cas d'une hygrométrie limitée par exemple) si suffisamment d'énergie est mise en jeu dans la propagation de la fissure latérale afin qu'elle atteigne la surface (figure I.16).
- L'écaillage peut se produire par combinaison de deux fissures radiales et d'une fissure latérale qui atteint la surface (figure I.17).

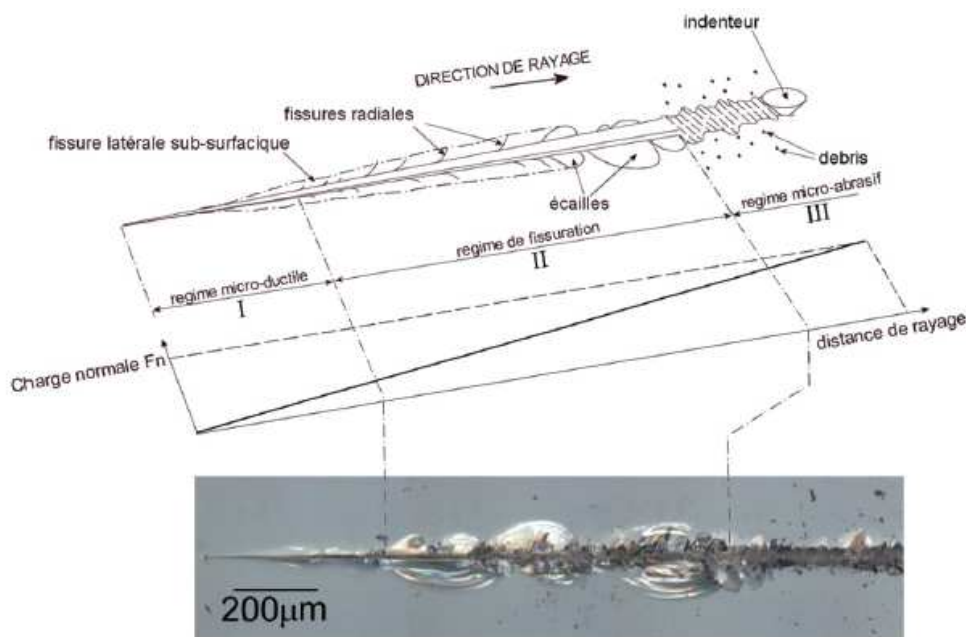


Figure I.15 : Rayure typique obtenue sur la surface d'un verre silico-sodo-calcique lors d'un chargement monotone d'un indenteur, et Micrographie d'une rayure sur verre [107]

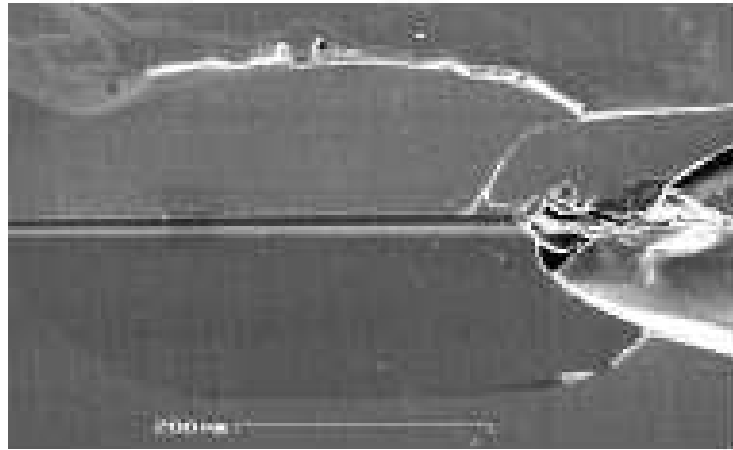


Figure I.16 : Ecaillage par propagation d'une fissure latérale-Absence de fissure radiale [100]

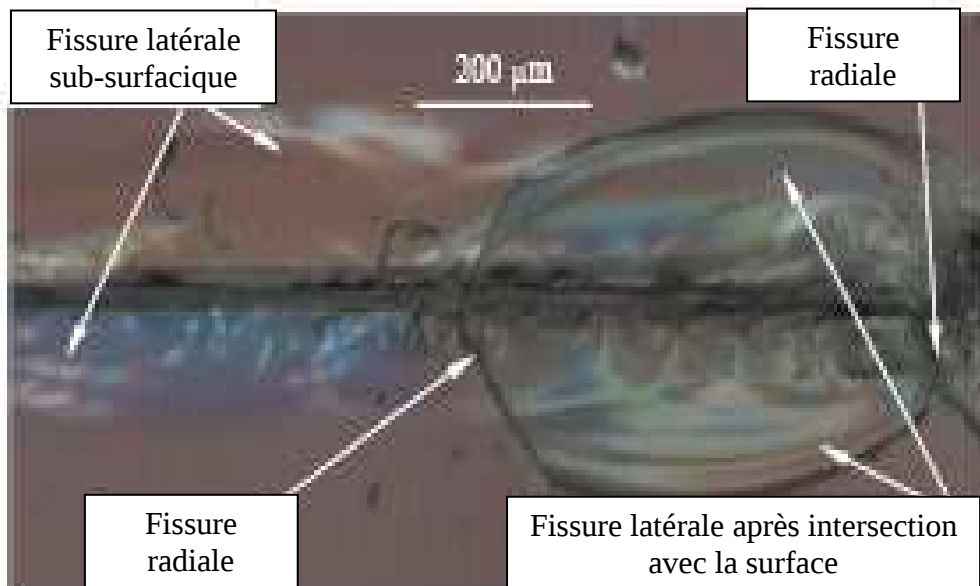


Figure I.17 : Formation d'une écaille avec les différents endommagements mis en jeu [107]

CHAPITRE II

PROCEDURE EXPERIMENTALE ET MATERIAUX ETUDIES

II.1-INTRODUCTION	38
II.2- MOYENS UTILISES	38
II.2.1- Moyens utilisés pour les essais préliminaires	38
II.2.1.1- Macroduromètre GNEHM brickers 220	38
II.2.1.2- Microduromètre Vickers et Knoop MXT 70	39
II.2.1.3. Machine de traction Zwick 1474.....	40
II.2.1.4- Appareil de mesure du module élastique dynamique	40
II.1.2.5- Profilometre TALYSURF	41
II.3- MATERIAUX UTILISES	46
II.3.1- Verres Sodocalciques	46
II.3.2- Verres Borosilicates	46
II.4. ESSAIS PRÉLIMINAIRES	47
II.4.1- Recuit	47
II.4.2- Mesure des propriétés mécaniques (Techniques conventionnelles).....	48
II.4.2.1- Mesure du module élastique par la méthode de résonance	48
II.4.2.2- Mesure de la ténacité par la méthode de flexion trois points.....	49
II.4.2.3- Mesure de dureté par Indentation conventionnelle	49
II.4.2.3.1.Résultats et discussions.....	51

II.1- INTRODUCTION

Ce chapitre est consacré, dans sa première partie, à la description des dispositifs expérimentaux utilisés pour réaliser les différents essais. Les différents matériaux utilisés seront présentés et décrits dans la deuxième partie de ce chapitre. Enfin, la troisième partie sera consacrée à la présentation des différents essais préliminaires réalisés sur les deux nuances de verre étudiés. Dans cette dernière partie, nous décrirons le traitement thermique effectué sur les verres. Nous présenterons aussi les différents procédés conventionnels utilisés pour la détermination du module élastique, de la ténacité et de la dureté Vickers des deux verres.

II.2- MOYENS UTILISES

Les moyens utilisés durant nos expériences sont de plusieurs types. Certains ont été utilisés pour les essais préliminaires, d'autres pour la préparation des échantillons, alors que l'essentiel du travail (indentation instrumentée) a été réalisé à l'aide du Micro duromètre CSM et du nanoduromètre 'Nanotest' Micro Materials Ltd.

II.2.1- Moyens utilisés pour les essais préliminaires:

Au début de ce travail, il nous est paru indispensable de mener quelques essais préliminaires. Nous avons déterminé les principales propriétés mécaniques (Dureté, Module élastique et Ténacité) des verres étudiés en utilisant des appareils conventionnels. Cela nous permettra de comparer les résultats obtenus avec ceux de l'indentation instrumentée.

II.2.1.1- Macro durometre GNEHM Brickers 220

Ce type de duromètre (figure II.1) sert pour la détermination de la dureté Vickers et Brinell. La technique repose sur la mesure de la résistance opposée à la pénétration d'un indenteur (pointu ou sphérique). Ce dernier génère, dans le matériau à tester, une empreinte résiduelle dont les dimensions sont corrélées à la valeur de la dureté. Son estimation passe soit par la mesure de la diagonale de l'empreinte (dureté Vickers) soit par le diamètre de celle-ci (dureté Brinell) [108].

Le bâti de l'appareil comprend la partie optique, le système d'avance ainsi que la régulation électronique. Les charges sont appliquées grâce à un système de leviers et de poids fixes. Le système comprend un moteur électrique intégré qui assure le positionnement de l'indenteur et l'application de la force.

La partie optique se compose de dispositifs de projection et de l'éclairage. L'empreinte ou la surface de la pièce est projetée sur le verre dépoli. Le système optique comprend quatre grossissements (x50, x100, x200 et x400). La luminosité de l'éclairage peut être réglée à l'aide d'un potentiomètre incorporé. Le grossissement choisi est automatiquement pris en compte par l'électronique de l'appareil. En tenant compte de la charge appliquée et du grossissement, le système est capable d'évaluer la taille de l'empreinte et donc de déterminer la dureté. Cet appareil permet également le traitement statistique des données de plusieurs essais et ce jusqu'à 100 valeurs.

Sur la partie droite de l'appareil figurent trois types de réglages:

- Choix de la charge à appliquer sur l'échantillon, par simple déplacement du levier de sélection de la force (1 ; 3 ; 5 ; 10 ; 15.6 ;250 kg).
- Choix du type d'essais à effectuer (Vickers ou Brinell).
- Choix du temps de maintien de la charge (entre 1 et 30 secondes).

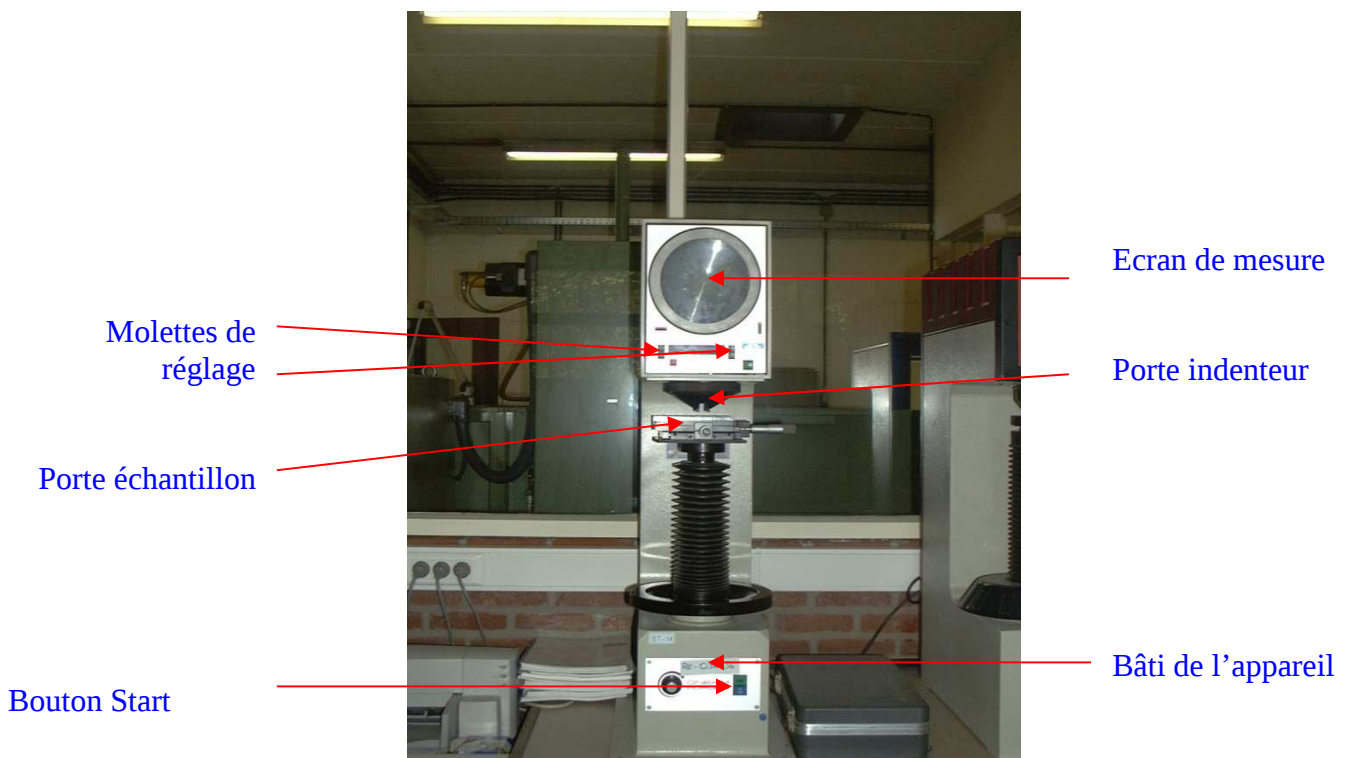


Figure II.1: Macro duromètre GNEHM BRICKERS 220

II.2.1.2- Micro duromètre Vickers et Knoop MXT 70:

La micro dureté est mise en œuvre systématiquement sur des matériaux fragiles car ils ne peuvent pas supporter la gamme des charges requises pour des essais de macro dureté

(écaillage, fissuration). Le micro duromètre MXT 70 (figure II.2) permet la détermination de la dureté Vickers ou Knoop de petits échantillons ou des revêtements. Les mesures peuvent être réalisées sur toute sorte de matériaux (Métalliques, verre, céramiques...etc.). Il permet l'obtention d'une valeur sensiblement indépendante de la charge appliquée (sous réserve que le matériau soit homogène) [109]. Les mesures sont fiables et reproductibles, tant sur des matériaux ductiles que sur des matériaux durs. Le microduromètre comporte trois parties essentielles, à savoir:

- i) Ecran de visualisation, ii) Tableau de commandes, iii) Partie indenteur/échantillon.

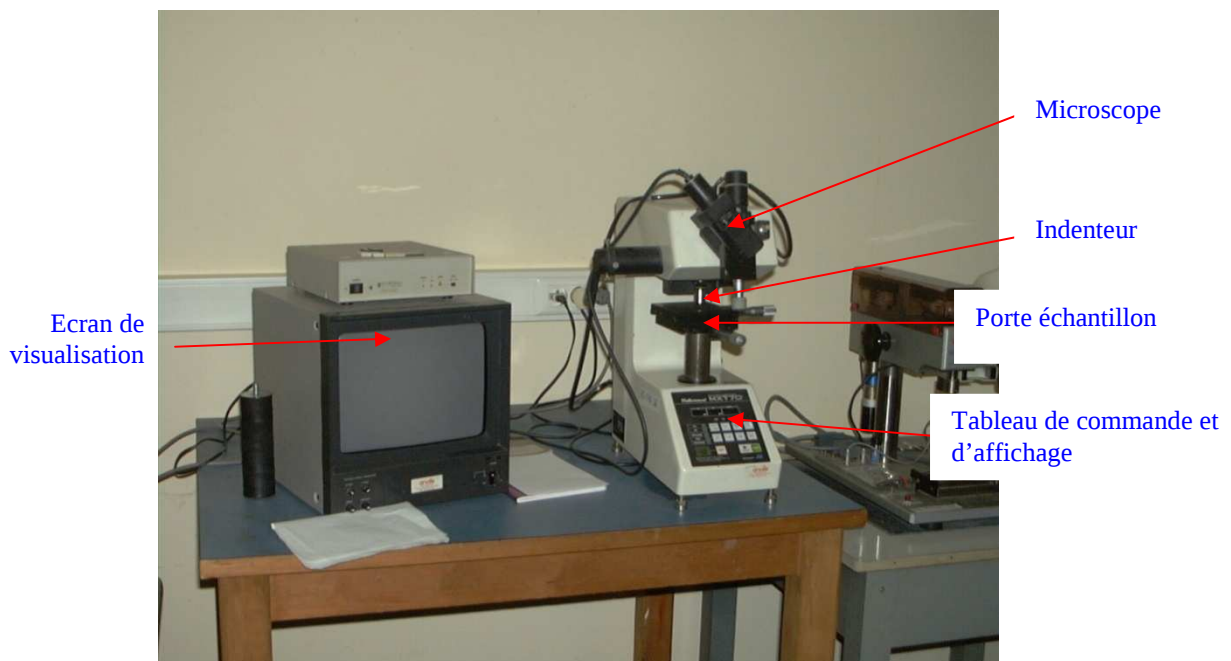


Figure II.2: Micro duromètre MXT 70

II.2.1.3- Machine de traction Zwick 1474:

La machine de traction utilisée (figure II.3) est équipée d'un capteur de force de 100 KN et d'un système inverseur qui permet la réalisation des essais de flexion et de compression. Un extensomètre optique est utilisé pour la mesure de l'allongement. La vitesse minimale de déplacement de la traverse est de 1 mm/min.

II.2.1.4- Appareil de mesure du module élastique dynamique:

Cet appareil, de type Grindo-sonic, est utilisé pour la mesure du module élastique des matériaux par la méthode de résonance. Il est constitué essentiellement : d'un Marteau, d'un capteur d'oscillation (microphone) et d'un afficheur (figure II. 4)



Figure II.3: Machine de traction ZWICK 1474

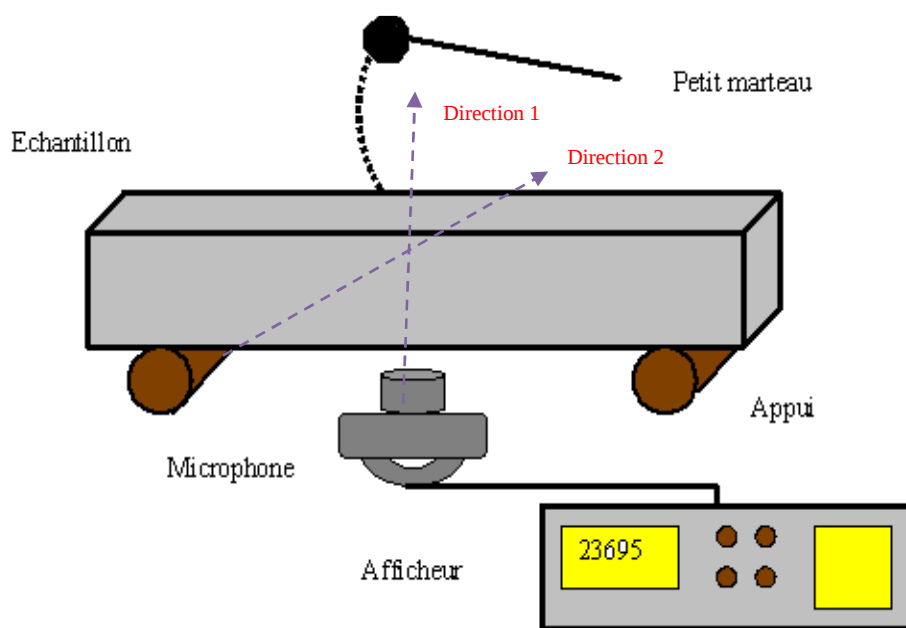


Figure II.4 : Principe de mesure du module élastique dynamique par l'appareil Grindo-Sonic

II.1.2.5- Profilomètre TALYSURF:

Le Profilomètre TALYSURF (figure II.5) est constitué d'un palpeur en diamant, dont le déplacement est guidé par laser. Il permet, après avoir scanné la surface, de restituer (restructurer) la rugosité de l'échantillon grâce à un logiciel de traitement d'image TALYMAP BASIC 3.1. La résolution de l'appareil peut atteindre 16 nm. Sa plage de mesure verticale est limitée à 1 mm alors que, la plage horizontale varie de 0.1 mm jusqu'à 50 mm.



Figure II.5 : Profilomètre TALYSURF

II.2.2- Moyens utilisés pour la préparation des échantillons:

II.2.2.1- Four électrique:

C'est un four de traitement thermique dont la température maximale est de 1100°C et le volume utile de travail est de sept litres. Il est muni d'un régulateur à affichage digital et d'un système coupe circuit de sécurité à l'ouverture de la porte. La régulation des paramètres de mesure est programmable (vitesse du chauffage, temps de maintien, vitesse de refroidissement).

II.2.3- Appareil d'indentation instrumentée CSM:

C'est un appareil d'indentation instrumentée du type CSM [8]. Le dispositif est un instrument très précis, utilisé pour la détermination des propriétés mécaniques des couches minces et des revêtements. Des propriétés comme la dureté et le module élastique peuvent être déterminées pour la plus part des matériaux doux, durs, ductiles et fragiles. Les appareils d'indentation CSM sont les seuls instruments commercialisés qui emploient une technique de mise en référence extérieure. En mettant en référence la mesure de profondeur à partir de la surface de l'échantillon.

Cet appareil d'indentation permet d'effectuer des indentations à multi cycles progressifs et constants. Des essais de rayage peuvent être aussi effectués avec cet instrument. Il est constitué essentiellement de trois parties (figure II.6), schématisées sur la figure II.7.

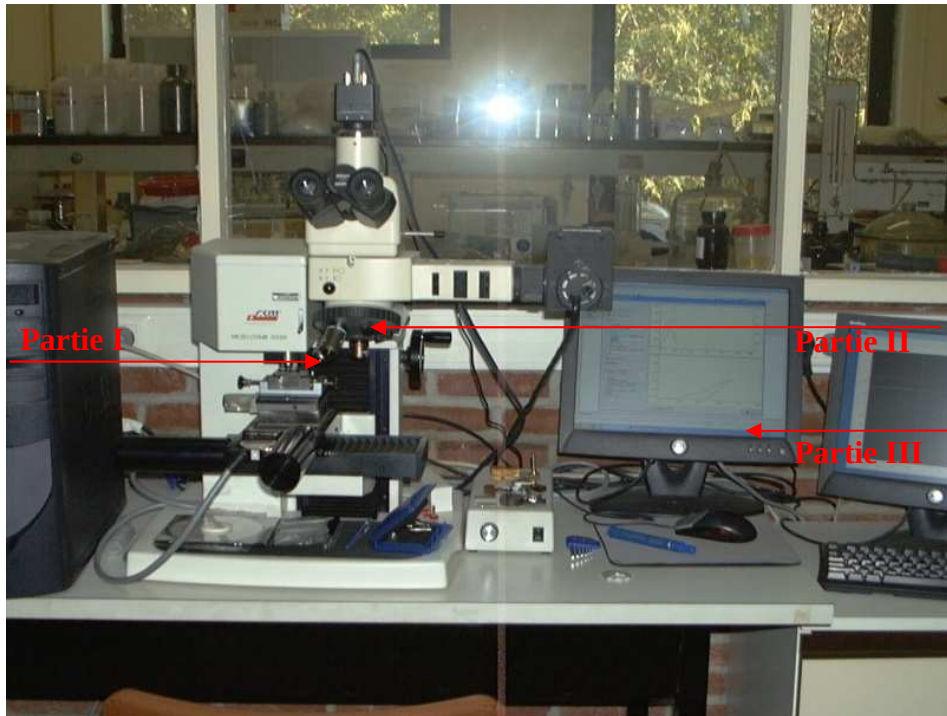


Figure II.6 : Appareil d'indentation CSM

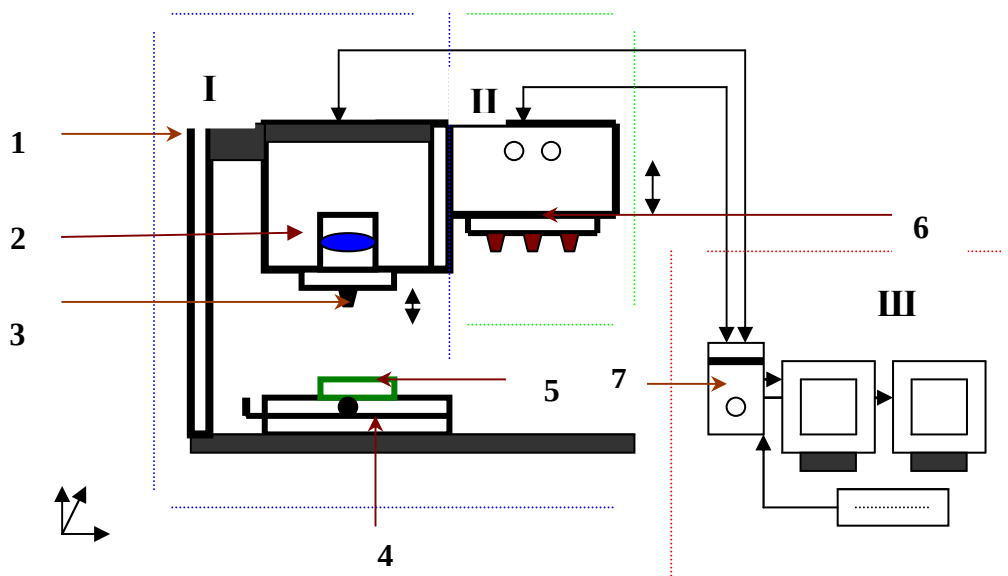


Figure II.7 : Schéma descriptif du CSM

- **Partie I (partie indentation):** C'est le dispositif d'indentation et de rayage. Elle est constituée d'une table porte - échantillon (4), un porte - indenteur (3), relié à un système d'amplification et de transformation du signal (1). Il est muni d'un capteur acoustique (2).

La figure II.8 représente un agrandissement de la partie Indenteur-Echantillon.

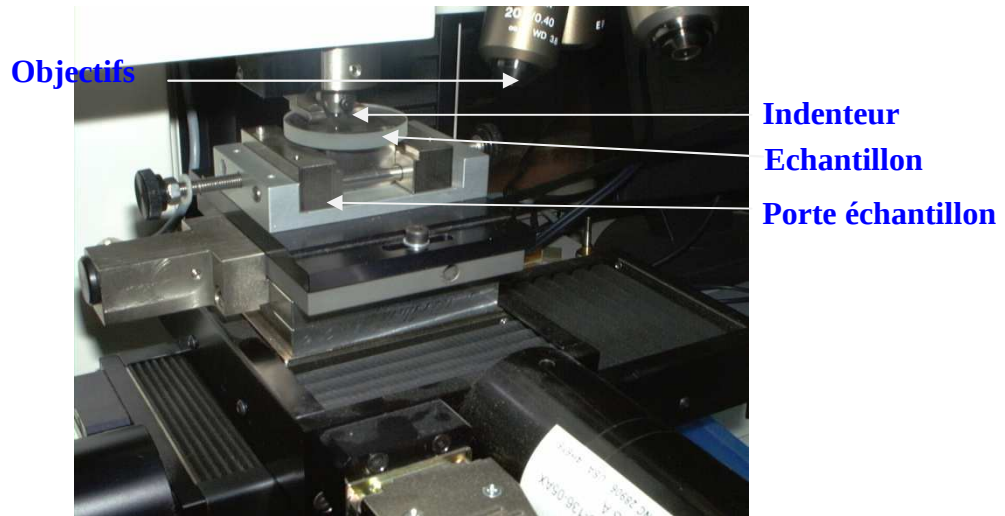


Figure II.8 : Montage expérimental des essais effectués sur CSM

- **Partie II (partie optique):** Elle comprend le dispositif qui permet l'agrandissement et la visualisation de l'empreinte (6) grâce à plusieurs objectifs avec différents grossissements et un écran.

- **Partie III (partie informatique):** Elle est constituée de deux écrans, d'un clavier, d'une souris ainsi que d'une unité centrale (7). L'ordinateur est muni de plusieurs logiciels permettant de programmer la matrice de mesures (paramètres d'entrée) et de traiter les résultats obtenus lors des essais d'indentation et du rayage (figure II.7).

II.2.4- Appareil de nano indentation 'Nanotest' Micro Materials Ltd:

L'appareil utilisé est un système statique qui fonctionne avec un mécanisme de chargement horizontal (Figure II.9). Il se caractérise par une gamme de charge qui varie entre 0 et 500 mN avec une résolution de déplacement et de charge respectivement de 0.1 nm et de 0.1 mN [47,74]. Cet appareil offre de nombreuses possibilités d'essais nano mécaniques et tribologiques à température ambiante et à températures élevées (en option). L'échantillon est bien protégé contre: la dérive thermique importante, le flux d'air ambiant et des perturbations acoustiques. Il est équipé d'un banc anti vibrations. Les essais de nano indentation sont réalisés avec un indenteur Berkovich avec un demi angle au sommet ($\theta = 65,27^\circ$) et un angle effectif de cône ($\alpha = 70,3^\circ$).

Les échantillons sont collés sur une pastille cylindrique (figure II.10) puis montés sur l'appareil d'indentation. Avant de procéder à la programmation des essais, suivant les

paramètres choisis, nous avons procédé au réglage du point de contact initial de l'indenteur sur l'échantillon. Ce point est utilisé comme origine (référence) sur laquelle on se base durant la programmation pour déterminer les coordonnées des empreintes réalisées sur l'échantillon afin de guider le déplacement tridirectionnel de la table.

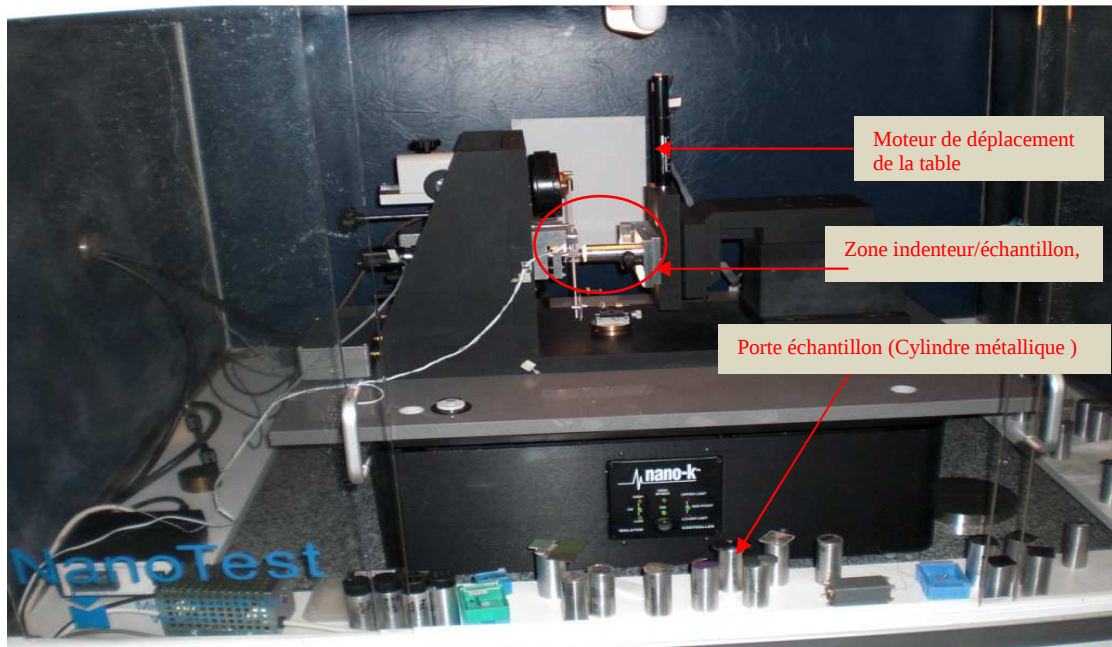


Figure II.9: Appareil Nano test MML Ltd

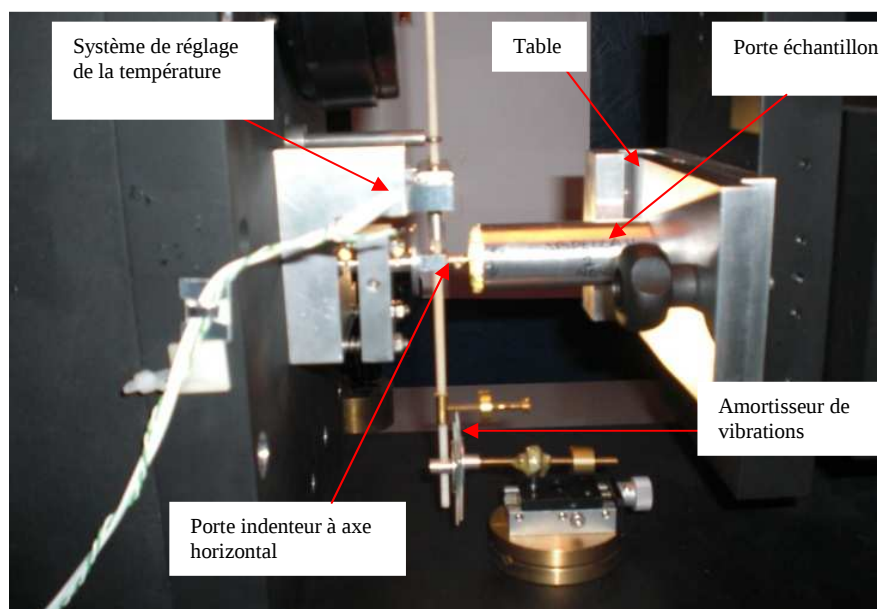


Figure II.10: Emplacement de l'ensemble: Indenteur/Echantillon

II.3- MATERIAUX ETUDIES

Dans ce travail, nous avons étudié deux nuances de verres (Silico-sodocalcique et Borosilicaté).

II.3.1- Verre Silico-sodocalcique:

Il est très utilisé pour la fabrication du verre plat (vitrage, pare-brises,...) et du verre creux (emballage). A la silice, on ajoute de la soude (Na_2O) pour faciliter sa fusion (abaissement de la température de transition T_g) et de la chaux comme stabilisant. Le verre utilisé dans cette étude est un verre plat de dimension:

- * $40 \times 20 \times 5 \text{ mm}^3$ pour les essais de micro et macro indentation.
- * $10 \times 10 \times 5 \text{ mm}^3$ pour les essais de nano indentation.

II.3.2- Verres Borosilicatés:

Tous les verres silicates, dont la teneur en anhydride borique B_2O_3 est supérieure à 5% et la teneur en oxydes alcalins inférieure à 10% appartiennent à cette famille. L'introduction de l'anhydride borique B_2O_3 , dans les compositions classiques du verre permet de [93,94]:

- Diminuer la viscosité, la tension superficielle et le coefficient de dilatation.
- Améliorer la transmission dans l'U V.
- Diminuer l'absorption des rayons X.
- Obtenir des verres de faible indice de réfraction. L'utilisation de l'anhydride borique permet d'obtenir des verres dits durs en raison de leur forte viscosité et de leur faible dilatation.

Le verre borosilicaté étudié est de deux types, le premier est un verre Pyrex (P1) d'une forme circulaire avec un rayon de 20 mm et une épaisseur de 3 mm (utilisé pour les essais de micro et macro indentation). Le deuxième type est un verre pyrex (P2) de dimension $10 \times 10 \text{ mm}^2$ avec une épaisseur de 1.1 mm (utilisé pour les essais de nano indentation).

La composition chimique du verre sodocalcique et des deux verres pyrex (tableau II.1) a été déterminée respectivement par la méthode de fluorescence-X et par la méthode bolométrique. Quelques propriétés usuelles de ces verres sont présentées dans le tableau II.2.

Tableau II.1 : Compositions chimiques des verres étudiés (% en masse)

Oxydes %	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	SO ₃	BaO	TiO ₂
Sodocalcique	72.851	1.354	12.729	0.478	8.249	4.097	0.098	0.151	0.007	0.469
Oxydes %	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	B ₂ O ₃	ZrO ₂	SO ₃	BaO	ZnO
Borosilicate P1	69.734	2.549	6.761	3.071	1.508	12.086	0.399	0.033	2.318	1.115
Borosilicate P2	80.5	2.49	3.60	0.66	0.21	12.1	0.20	0.002	0.005	0.025

Tableau II.2 : Propriétés usuelles des verres étudiés

	Dureté Hv (GPa)	Module d'élasticité E (GPa)	Coefficient de Poisson ν	Indice de réfraction	Densité (g/cm ³)
Sodocalcique	5,9	74	0,23	1,517	2,46
Borosilicate	6,4	63	0.17	1,473	2,23

II.4- ESSAIS PRÉLIMINAIRES :

II.4.1- Recuit des échantillons:

Afin de relaxer les contraintes résiduelles présentes dans les verres utilisés, un traitement thermique de type recuit a été effectué. Il consiste à chauffer le verre jusqu'à une température proche de la température de transition T_g du verre. On maintient l'échantillon verre à cette température pendant un temps, qui dépend de la géométrie et du volume de l'échantillon, puis on le refroidit lentement jusqu'à la température ambiante. Dans notre travail, le recuit des deux nuances a été effectué comme suit :

- Pour le verre sodocalcique et verre Borosilicaté P1 :

La température de chauffage : 530°C

Temps de maintien : 40 min

Vitesse d'échauffement : 5 °C/min

Vitesse de refroidissement : 5 °C/min

- Pour le verre Borosilicaté P2 :

La température de chauffage : 580°C

Temps de maintien : 60 min

Vitesse d'échauffement : 5°C/min

Vitesse de refroidissement : 5°C/min.

II.4.2- Mesure des propriétés mécaniques (techniques conventionnelles):

Afin de mieux connaître les deux verres étudiés, nous avons effectué des essais de caractérisation par des techniques conventionnelles. Nous avons mesuré les propriétés suivantes: le module élastique, la dureté Vickers et la ténacité.

II.4.2.1- Mesure du module élastique par la méthode de résonance:

Dans le cas des verres, la détermination de leurs constantes élastiques (E, G et ν) à partir des essais statiques est délicate. La difficulté est due aux faibles déformations élastiques précédant la rupture. Dans ces conditions, les méthodes dynamiques semblent être les mieux indiquées. Ces dernières se basent soit sur la connaissance de la fréquence de résonance (f) d'échantillons vibrants, soit sur l'atténuation des vitesses de propagations des ondes ultrasonores dans ces matériaux.

Dans notre cas, nous avons utilisé la première méthode dynamique à l'aide d'un appareil de type Grindo-Sonic (figure II.4). Son principe de fonctionnement est le suivant: L'échantillon excité par un petit choc, vibre autour de sa position d'équilibre. Ces oscillations sont captées à l'aide du microphone de l'appareil. Après leur analyse, la composante fondamentale est extraite puis sera affichée sous la forme d'une valeur numérique (R). Cette valeur est inversement proportionnelle à la fréquence de résonance (f) de l'échantillon selon la relation suivante:

$$f = 2.10^{10} / R \quad (\text{II.1})$$

R: Durée (en ms) de deux périodes de vibrations fondamentales.

En connaissant les dimensions de l'échantillon (B, L, W) ainsi que sa masse (m), on accède à la valeur du module de YOUNG E selon l'expression:

$$E = 0.94642.10^{-9}(m/B)(L/W)^3.f.C \quad (\text{II.2})$$

Le facteur de correction C déterminé selon la relation suivante:

$$C = 1 + 6.585 (1 + 0.0752\nu + 0.8109\nu^2) (W/L)^2 + 0.868 (W/L)^4 - \{8.34 (1 + 0.2023\nu + 2.17\nu^2) (W/L)^4\} / \{1 + 0.338(1 + 0.14081\nu + 1.53\nu^2) (W/L)^2\} \quad (II.3)$$

ν : Coefficient de Poisson, $\nu=0.23$ et 0.17 respectivement pour le verre sodocalcique et borosilicaté. Les résultats trouvés sont présentés dans le tableau II.3.

Tableau II.3: Modules élastiques des deux nuances, mesurés par la méthode de résonance

Type de verre	Module élastique (écart-type) [GPa]
Sodocalcique	75.65 ± 0.45
Borosilicate (P1)	63.45 ± 0.55

II.4.2.2 Mesure de la ténacité par la méthode de flexion trois points :

Pour pouvoir déterminer la ténacité des deux nuances par l'essai de flexion, nous avons utilisé la technique SEVNB (Single Edge V- Notched Beam) [16] sur la machine de traction (Zwick 1474). Pour cela, nous avons placé une éprouvette entaillée de section rectangulaire $30 \times 40 \text{ mm}^2$ sur deux appuis distants de $L=15\text{mm}$. La charge P_r est appliquée au milieu de la face supérieure (figure II.11). La charge à la rupture P_r permet de déterminer la contrainte à la rupture équation (II.4). Dans un souci de reproductibilité des mesures, chaque essai a été reconduit dix fois. En général, il suffit d'initier une fissure artificielle (proche d'une fissure naturelle) et de solliciter l'éprouvette jusqu'à sa rupture. Le K_{Ic} est donné par la relation (II.5)

$$\sigma_r = \frac{3 P_r . L}{2 b W^2} \quad (II.4)$$

P_r : Charge à la rupture, a : Longueur de la fissure initiale, y : Facteur de forme.

W : Hauteur de l'échantillon, b : Largeur de l'échantillon.

$$K_{Ic} = y . \sigma_r \sqrt{a} \quad (II.5)$$

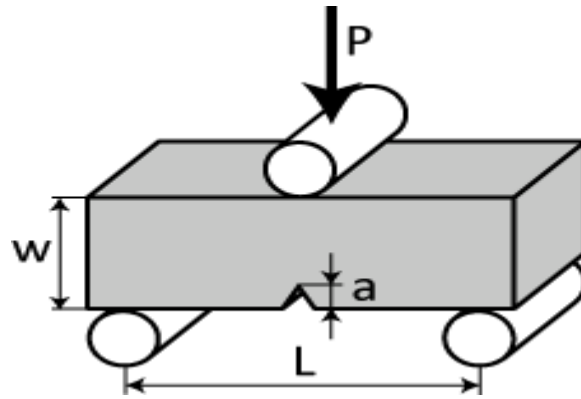


Figure II.11: Configuration de l'éprouvette (SEVNB) pour la mesure de la ténacité

Les valeurs de la ténacité trouvées, pour les des deux nuances, sont rassemblées dans le tableau II.4. Nous notons que le verre borosilicate est moins tenace.

Tableau II.4 : Ténacités K_{Ic} des verres étudiés déterminées par la technique SEVNB

	K_{Ic} Moy (Mpa.m^{1/2})	Ecart type (Mpa.m^{1/2})
Sodocalcique	1.016	0.13812
Borosilicaté (P1)	0.816	0.14607

II.4.2.3- Mesure de dureté par indentation conventionnelle:

Pour effectuer les mesures de la dureté, par indentation conventionnelle, nous avons fait varier la charge d'indentation et le temps de maintien comme suit :

- Pour le Micro duromètre :

* Charge d'indentation: 3 N, 5 N, 10 N

* Temps de maintien: 8 s, 16 s, 30 s

- Pour le Macro duromètre :

* Charge d'indentation : 10 N, 30 N

* Temps de maintien : 8 s, 16 s, 30 s

Après nettoyage de la surface à indenter, nous avons collé l'autre face de l'échantillon sur une pastille en acier. L'ensemble est fixé sur le porte-échantillon. Dans un souci de reproductibilité, les essais ont été reconduits trois fois.

II.4.2.3- Résultats et discussions:

Les procédés conventionnels d'indentation permettent de déterminer la dureté conventionnelle qui se calcule à partir de la dimension finale de l'empreinte générée par l'indenteur. Dans le cas de l'indentation Vickers, la dureté est calculée en fonction de la longueur de la diagonale de l'empreinte et de la charge l'ayant causée. La précision et la manière avec laquelle la dimension de l'empreinte est mesurée diffère d'un appareil à un autre. Dans notre cas, les mesures et la précision obtenues sur le micro duromètre sont meilleures que celles données par le macro duromètre. Cette constatation est visible sur les figures II.12 et II.13, respectivement pour le verre Sodocalcique et Borosilicate (P1).

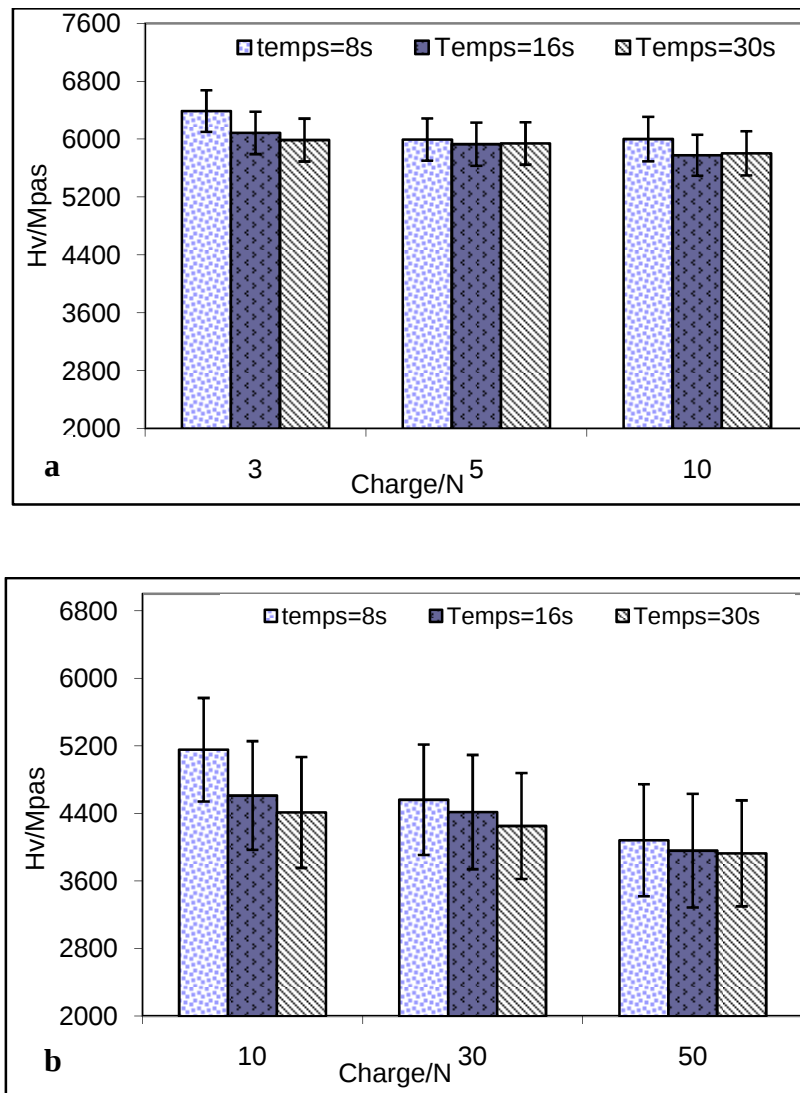


Figure II.12 : Variation de la dureté Vickers du verre Sodocalcique en fonction de la charge
a-Micro duromètre, b-Macro durometre

Nous remarquons que la dispersion des résultats est plus importante dans le cas du macro duromètre qui atteint 18 % dans le cas du verre Sodocalcique et 12 % pour le verre Borosilicate.

Malgré que les mesures n'aient pas été effectuées dans les mêmes conditions (charge P), à cause des limites de chaque appareil, on peut dire que les résultats trouvés avec le macro duromètre sont inférieurs à ceux trouvés avec le micro duromètre.

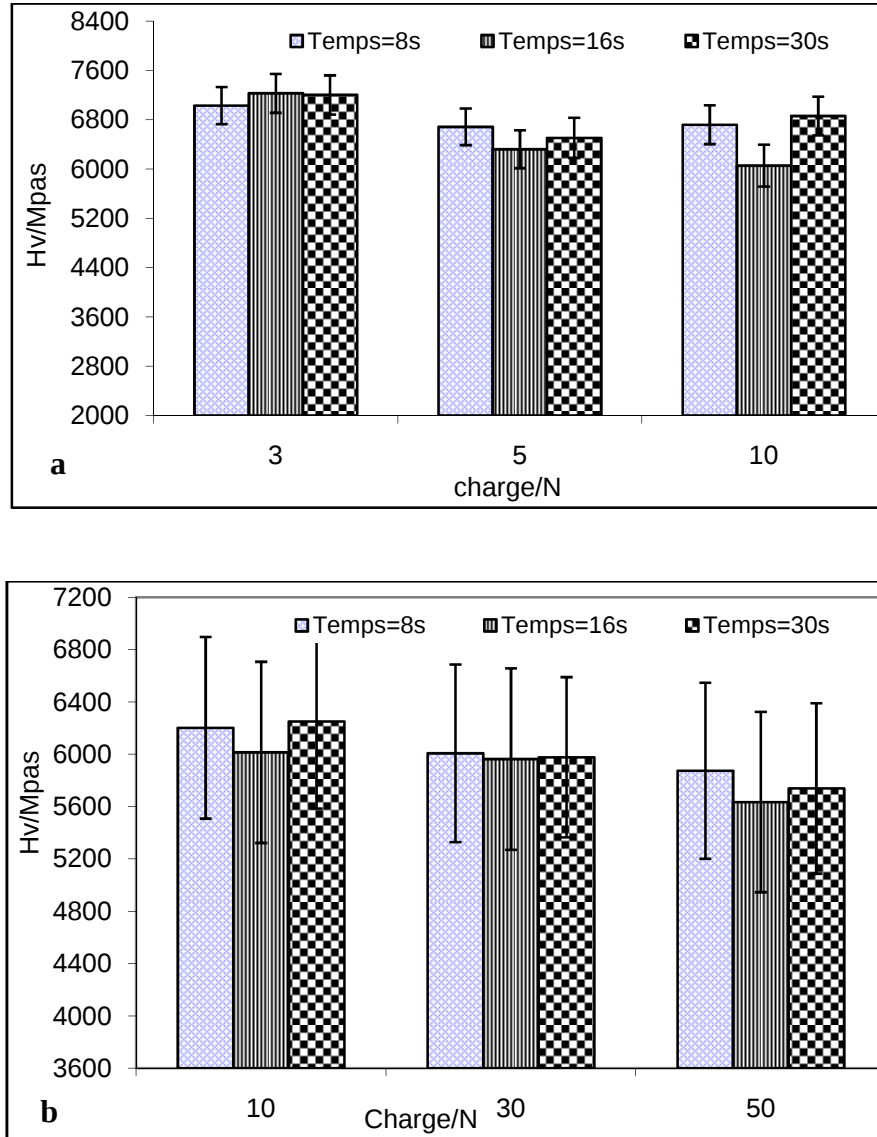


Figure II.13 : Variation de la dureté Vickers du verre Borosilicate (P1) en fonction de la charge
a-Micro duromètre, b-Macro durometre

CHAPITRE III

LES ESSAIS DE NANO ET MICRO INDENTATION

III.1- INTRODUCTION.....	54
III.2- ESSAIS DE NANO INDENTATION	54
III.2.1- Paramètres de mesure	54
III.2.2- Essais de calibration	54
III.2.3- Etude de l'effet ISE	63
III.2.4- Essais de nanoindentation	64
III.2.5- Détermination de H_{IT} et E_r par les méthodes d'énergies	67
III.3 ESSAIS NANO ET MICRO INDENTATION	72
III.3.1- Paramètres de mesure	72
III.3.2- Etude paramétrique et comparative entre les deux verres étudiés.....	72
III.3.3- Etude comparative entre méthodes conventionnelles et indentation instrumentée ...	84
Synthese des résultats trouvés	86

III.1- INTRODUCTION

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats de la nano et micro indentation.

* La première série de mesures consiste à réaliser plusieurs essais de nano indentations sur deux types de verre (Sodocalcique et Borosilicaté P2), en utilisant un indenteur Berkovich et un appareil de nanoindentation 'NanoTest MML'. La gamme des charges maximales varient entre 5 mN et 500 mN. En premier lieu, nous avons effectué des essais préliminaires de calibration visant à étudier l'effet de plusieurs sources d'erreurs (profondeur initiale, dérive thermique, complaisance de l'instrument de mesure et la géométrie de l'indenteur) sur les propriétés déterminées H_{IT} et E_r . En deuxième lieu, une étude comparative a été menée entre les valeurs de dureté et du module élastique déterminées par la méthode d'Oliver et Pharr (O&P) et celles déterminée par les méthodes des énergies d'indentation.

* La deuxième séries de mesures (micro indentations Vickers) sont réalisées sur un appareil de micro indentation instrumentée 'CSM'. Nous avons choisi des paramètres (charge d'indentation, temps de maintien, ...) proches de ceux utilisés lors des essais d'indentation conventionnelle. Ce choix a été fait dans le but de pouvoir comparer entre les différentes techniques.

III.2- ESSAIS DE NANO INDENTATION

III.2.1- Paramètres de mesure:

- Charges d'indentation : 0,5 mN-500 mN
- Vitesse de chargement et déchargement : (0,5 mN/s, 3 mN/s, 15 mN/s)
- Retrait après indentation : 15 μm
- Distance entre empreintes : 200 μm
- Temps de maintien à la charge maximale : 30 s
- Nombre d'essais : 5 pour chaque indentation

III.2.2- Essais de calibration:

La mesure précise des propriétés mécaniques par la nano indentation exige un équipement d'essai bien calibré. En principe, le calibrage est habituellement assuré par le fabricant en utilisant un certain nombre de procédés spécifique à l'équipement. Néanmoins, un certain nombre de calibrages doivent être effectués par le manipulateur. Durant les essais de calibration effectués sur l'appareil Nano test Ltd, nous avons utilisé les deux types de verre (verre sodocalcique et verre borosilicaté P2). Ces essais consistent à étudier l'effet de la profondeur de contact initiale, de la dérive thermique, de la complaisance de l'instrument de mesure et de la géométrie de

l'indenteur sur les résultats trouvés. Le calibrage permet de corriger les mesures effectuées sur cet appareil.

- **Détermination de la pénétration initiale:**

En considérant que le contact est élastique pour les six premiers points de chargement, nous avons déterminé les constantes k et p présentées sous forme logarithmique dans l'équation (I.24).

Nous avons utilisé à cette fin une procédure itérative en prenant la charge initiale $F_i = 0.03$ mN et la constante $p = 2/3$ (contact hertzien) [47]. La figure III.1 représente l'approximation linéaire des résultats trouvés pour les deux verres étudiés. La pente A se rapproche de l'unité pour la valeur de $p = 0.68$.

La valeur de k correspondante semble être différente pour les deux verres étudiés (63.87 et 54.00 pour le verre sodocalcique et le verre borosilicaté respectivement). En utilisant la relation $h_i = kF_i^p$, les profondeurs initiales obtenues sont respectivement 5.88 nm et 4.97 nm, valeurs qui doivent être ajoutées aux valeurs expérimentales des profondeurs de pénétration. Il a été noté que ces profondeurs initiales ont une influence limitée sur les propriétés déterminées H_{IT} et E_r , en général une variation de 1 % et 0.5 % a été observée.

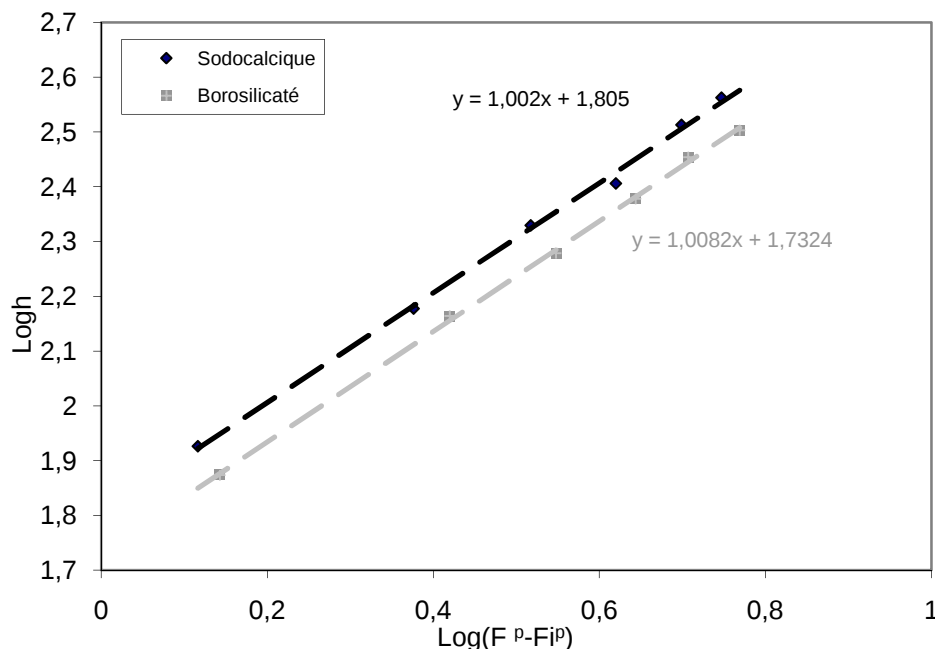


Figure III.1 : Courbe de la détermination des paramètres m et k utilisés pour le calcul de la profondeur du contact initial.

- **L'effet de la dérive thermique:**

Il est important tout d'abord de distinguer entre l'effet de la dérive thermique qu'on peut observer lors des essais de nano indentation du à des petites variations de la température ambiante et l'effet de fluage. Ce dernier est du au comportement visqueux du matériau. Sur la figure III.2, nous présentons la variation de la pénétration de l'indenteur soumis à une charge maximale pendant un temps de maintien de 30 s. Nous savons que le comportement visqueux est évident lorsqu'on maintient la charge maximale d'indentation pendant un certain temps. Pour pouvoir examiner si le comportement visqueux peut influencer les résultats, il est ainsi préférable de calculer le taux d'augmentation de la pénétration qui est donné par:

$$C_{IT} = \frac{h_{final} - h_{initial}}{h_{initial}} 100\% \quad (III.1)$$

$h_{initial}$: La pénétration au début du temps de maintien à la charge maximale.

h_{final} : La pénétration à la fin du temps de maintien à la charge maximale.

Après calcul du rapport, nous avons trouvé que le taux d'augmentation pour les deux verres ne dépasse guère 2.5 %. Cela montre que, dans les conditions de nos essais, le fluage exerce une influence très limitée sur le comportement des deux verres étudiés.

L'effet de la dérive thermique peut engendrer un changement dans les dimensions de l'instrument utilisé pour la nano indentation à cause de sa dilatation ou contraction thermique provoquant un changement dans la profondeur de pénétration réelle enregistrée. Sur la figure III.3, nous vérifions l'influence du deuxième type de la dérive thermique. Durant le déchargement, on maintient la charge à 10 % de la charge maximale pendant un temps de maintien de 60 secondes, et on trace le rétablissement du matériau en fonction du temps. Le taux de la dérive thermique obtenus sur la partie linéaire (les derniers 40 secondes) est pratiquement le même pour les deux verres ($\tau = - 0.145$ nm/s). Ce taux, nous l'appliquerons à toutes les lectures des profondeurs de pénétration h selon le temps auquel elles ont été notées pendant l'essai, et les profondeurs lues seront ajustées par conséquent ($\tau \cdot t$). Par exemple, pour une lecture de h qui a été prise à la 100^{ème} seconde du début de l'essai, la pénétration doit être corrigée de (- 14.5 nm). Sur la figure III.4, nous présentons l'effet séparé de la profondeur initiale (figure III.4.a) et de la dérive thermique (figure III.4.b). Même si l'effet thermique semble plus important, il reste que les

variations causées par celui-ci (à grandes profondeurs) ne dépassent pas 2% sur les mesures et les propriétés H_{IT} et E_r .

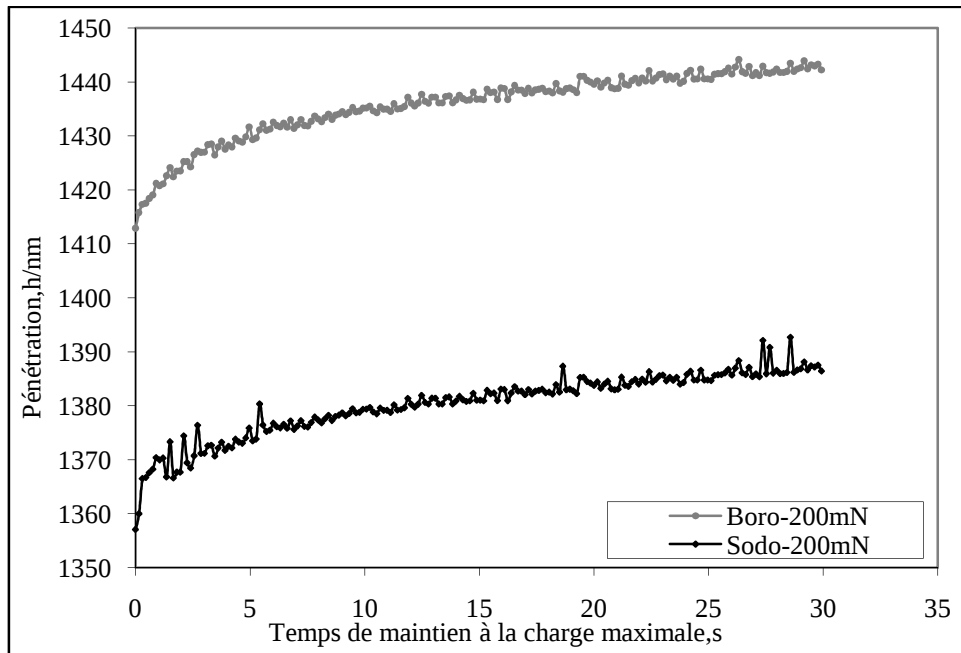


Figure III.2 : L'effet du fluage sur les résultats enregistrés

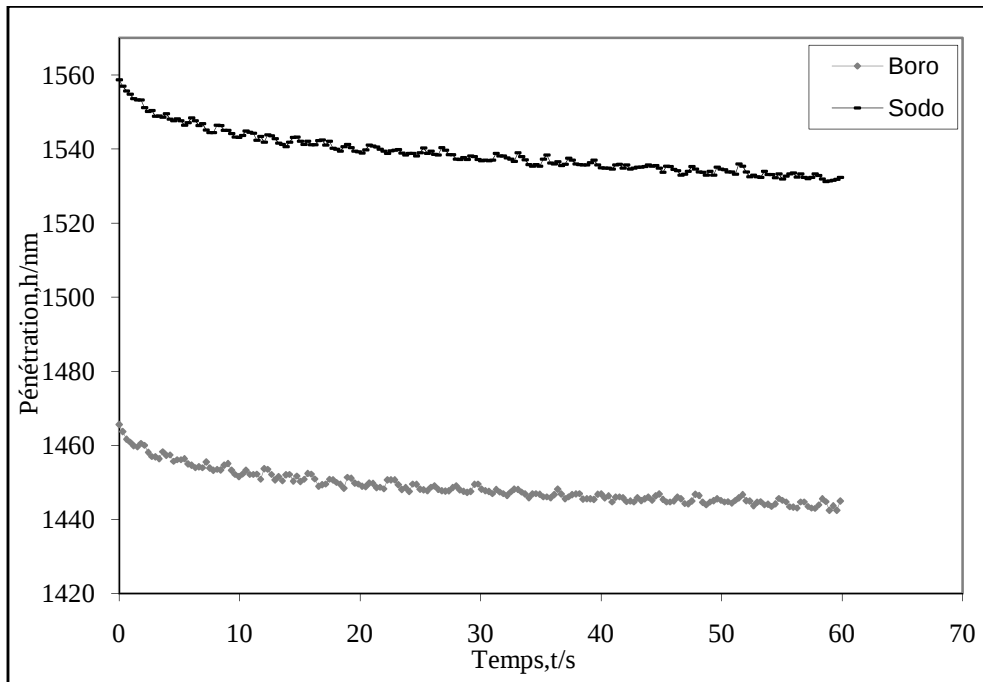


Figure III.3 : L'effet de la dérive thermique sur les résultats enregistrés, $F_{max}=500mN$

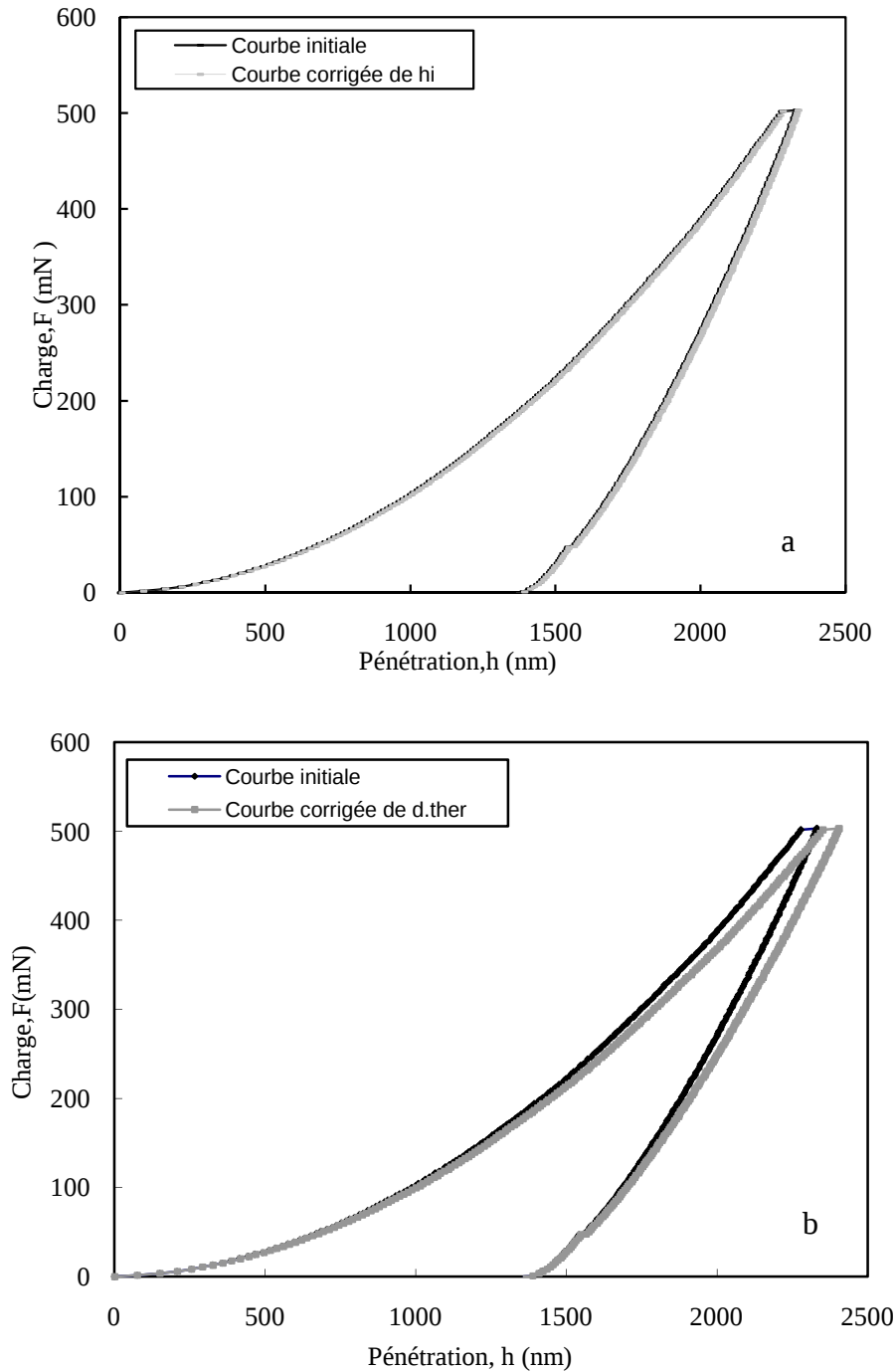


Figure III.4 : L'effet de la pénétration initiale (a) et de la dérive thermique (b) sur la courbe d'indentation du verre sodocalcique avec $F_{\max}=500\text{mN}$

- **L'effet de la complaisance de l'instrument de mesure**

Nous avons déterminé la complaisance instrumentale C_f par l'approximation linéaire des deux courbes tracées pour chaque verre étudié. La première est la courbe dF/dh en fonction de $1/h_c$ suivant l'équation (I.26), la deuxième est celle présentant la variation de dh/dF en fonction de $1/\sqrt{F_{\max}}$ selon l'équation (I.27). La complaisance de l'instrument C_f correspond à l'intersection des approximations linéaires avec l'axe vertical. Comme il est montré sur la figure III.5, les

valeurs de la complaisance C_f obtenues pour la première courbe (0.0481 et 0.0962) (figure III.5a) concernant respectivement le verre borosilicaté et le verre sodocalcique, sont beaucoup plus grandes que celles obtenues de la deuxième courbe (0.0138 et 0.0007) (figure III.5b).

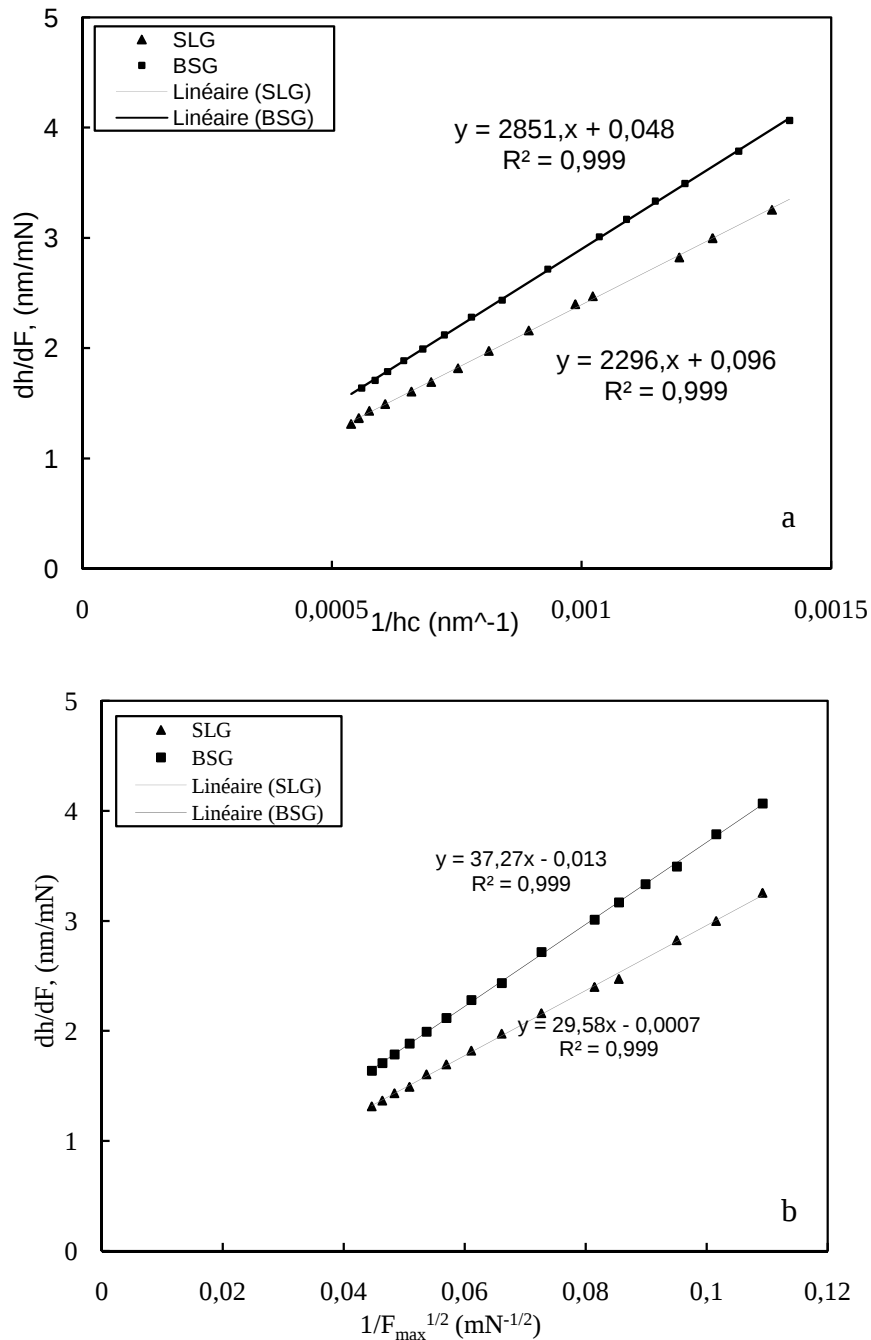


Figure III.5: Détermination de la complaisance instrumentale,
a) En utilisant dh/dp f (1/hp), (b) En utilisant dh/dp f ($1/F_{max}^{1/2}$)

Ces valeurs ont été obtenues à partir de plusieurs indentations à charges maximales variant entre 80 mN et 500 mN et qui induisent des profondeurs de pénétration entre 700 nm et 1900 nm. Les petites valeurs des profondeurs de pénétration ont été éliminées comme il est recommandé

pour éviter des erreurs significatives sur la détermination de la pente des approximations linéaire et par conséquent sur l'évaluation de la complaisance C_f [47].

Pour vérifier la complaisance instrumentale obtenue, nous avons évalué la variation du paramètre $F_{\max}/S^2$ avec la profondeur de contact h_c selon l'équation (I.28) en utilisant la valeur de la complaisance C_f obtenue par la courbe montrée sur la figure III.5.

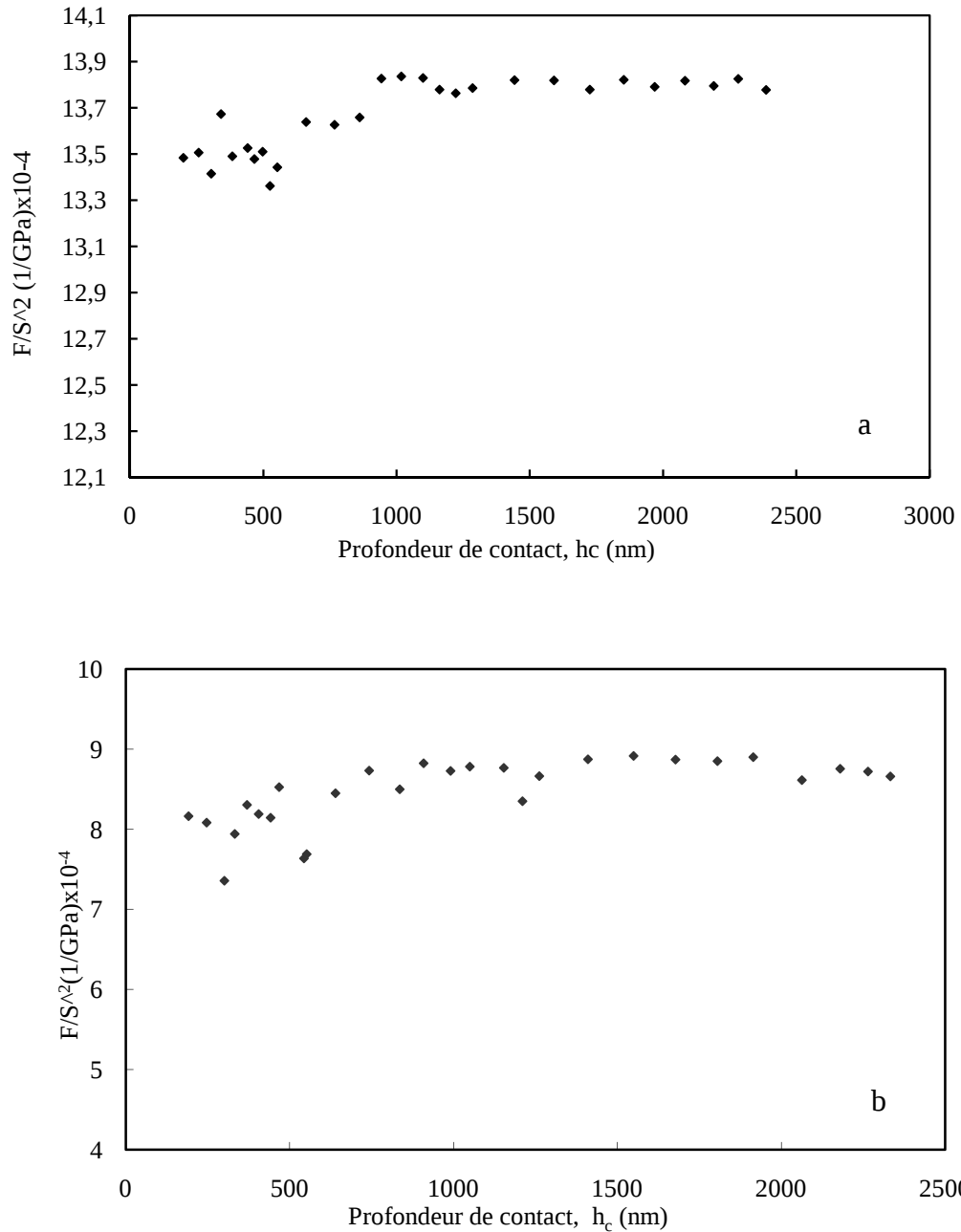


Figure III.6 Variation du paramètre $F_{\max}/S^2$ avec la profondeur de contact h_c pour $C_f=0.0007$
(a) Borosilicate, (b) Sodocalcique

La figure III.6 montre que la constance du paramètre $F_{\max}/S^2$ n'est assurée que lorsque la contribution de la complaisance instrumentale C_f tend vers zéro ($C_f=0.0007$). La profondeur de pénétration maximale corrigée des sources d'erreurs (pénétration initiale, dérive thermique, complaisance instrumentale) est obtenue en utilisant la relation suivante:

$$h_{\max \text{ cor}} = h_{\max \text{ exp}} + h_i + \tau t - C_f F \quad (\text{III.2})$$

- **L'effet de la géométrie de l'indenteur**

Elle est déterminée par un étalonnage sur la silice vitreuse. La fonction de la surface de contact $A_p(h_c)$ introduite dans l'analyse après une approximation polynomiale est:

$$A_p(h_c) = 23.067464 h_c^2 + 1912.181708 h_c + 40392.994925 \quad (\text{III.3})$$

En comparant la surface de contact calibrée avec la surface idéale (cas d'un indenteur Berkovich $A_p=24.5h_c^2$), cette correction a un effet important, notamment sur la propriété de la dureté aux faibles profondeurs de pénétration comme le montre la figure III.7. Nous notons que l'effet ISE est considérablement réduit sur les deux verres.

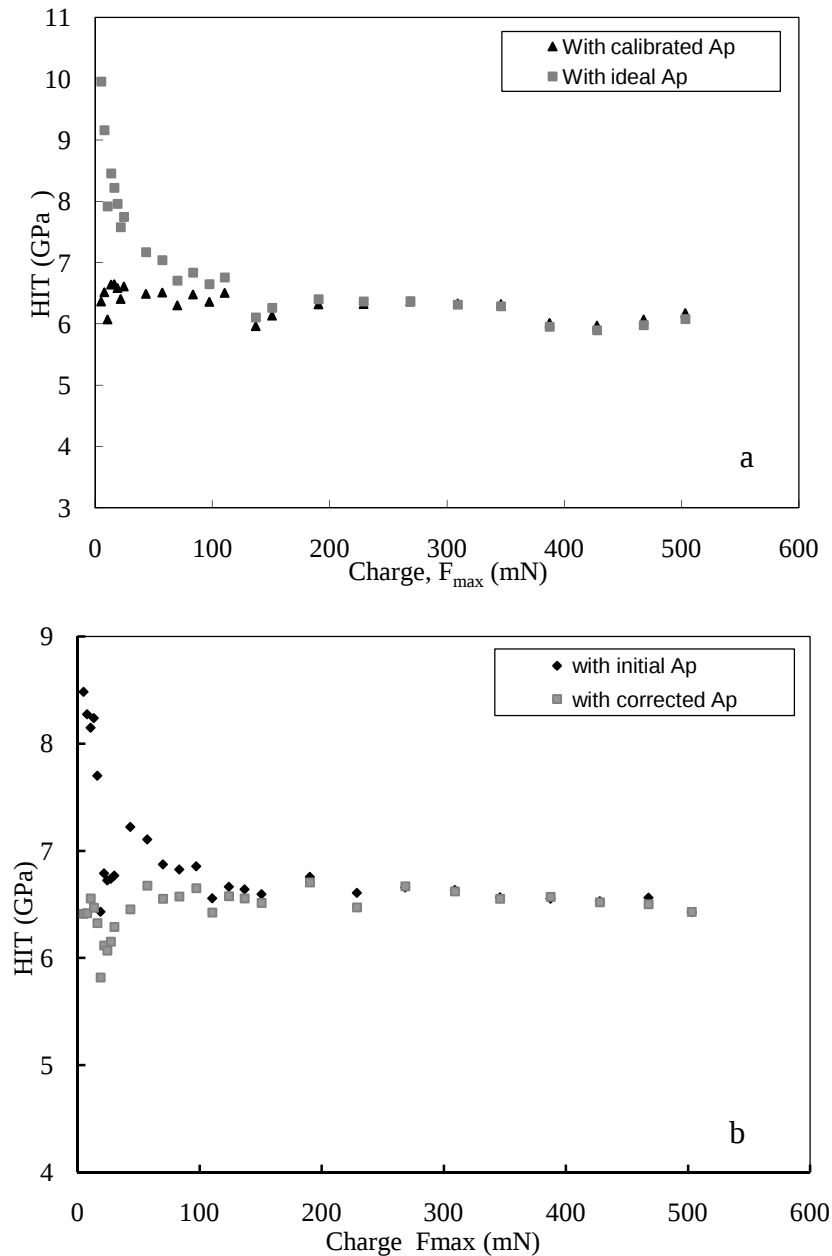


Figure III.7 : L'effet de la surface de contact sur la dureté d'indentation H_{IT}
a) Sodocalcique, b) Borosilicate P2

III.2.3- Etude de l'effet ISE

De la figure III.7, on a constaté que la dureté enregistrée par l'instrument de mesure décroît légèrement pour les faibles charges. Cela nous ramène à vérifier l'effet de la taille d'indentation (effet ISE). Pour cela, nous avons utilisé la loi de Meyer qui corrèle la charge d'indentation et l'empreinte d'indentation en utilisant une simple loi de puissance: $P_{max} = Ah_c^n$, A et n sont des constantes qui peuvent être dérivées directement de l'approximation de la courbe tracée à partir des données expérimentales. La figure III.8 présente la variation de $\ln P_{max}$ en fonction de $\ln h_c$, l'approximation linéaire de cette courbe donne un exposant ($n = 1.9601$ et $n = 1.9436$) respectivement pour le verre borosilicaté et sodocalcique. L'effet ISE est légèrement observé pour

les deux verres, il est plus apparent pour le verre sodocalcique. Ce qui confirme les résultats de la dureté présentés sur la figure III.7.

Avec le modèle PSR, nous avons tracé la variation du rapport P_{max}/h_c en fonction de h_c , (figure III.9), l'approximation linéaire à révélé des valeurs de a_1 très petites mais négatives (-0.0033, -0.0025) respectivement pour le verre borosilicaté et le verre sodocalcique. En se basant sur la signification physique du paramètre a_1 , cette valeur négative ne peut être expliquée. Cela montre que le modèle PSR ne peut pas fournir une explication satisfaisante de l'effet ISE observé pour les deux verres, chose déjà constaté par Zhijian Peng et al [51].

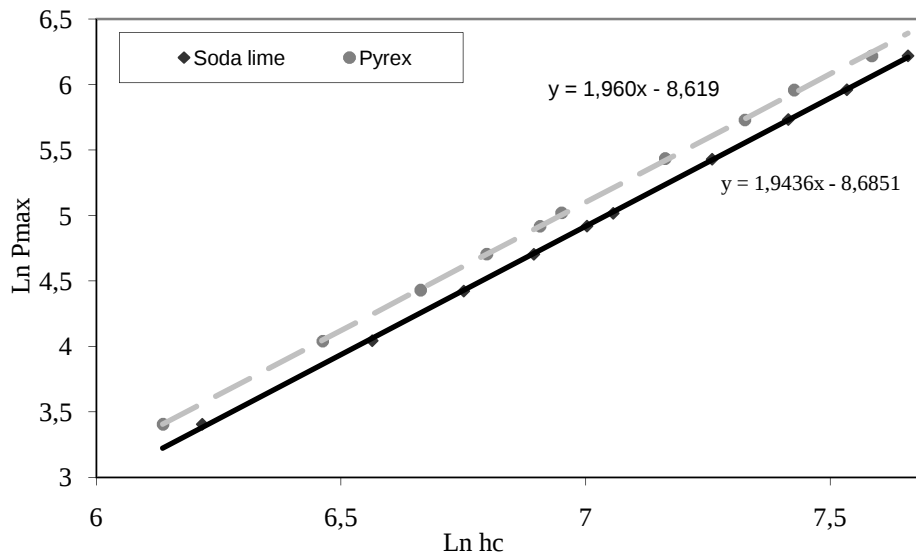


Figure III.8 : Courbe présentant la Variation de Ln Pmax en fonction de Ln hc suivant la loi de Meyer

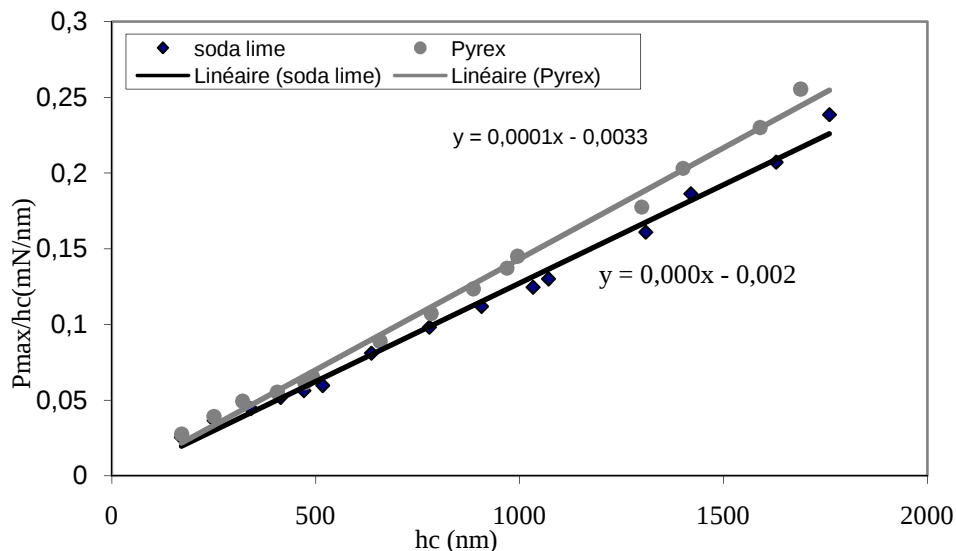


Figure III.9 : Variation de P_{max}/h_c en fonction de h_c selon le modèle PSR

II.2.4- Essais de nano indentation:

Après la correction des courbes d'indentation, de différentes sources d'erreurs, nous présentons sur la figure III.10 les courbes d'indentation corrigées obtenues avec plusieurs charges d'indentation pour les deux types de verres (Borosilicaté P2, Sodocalcique).

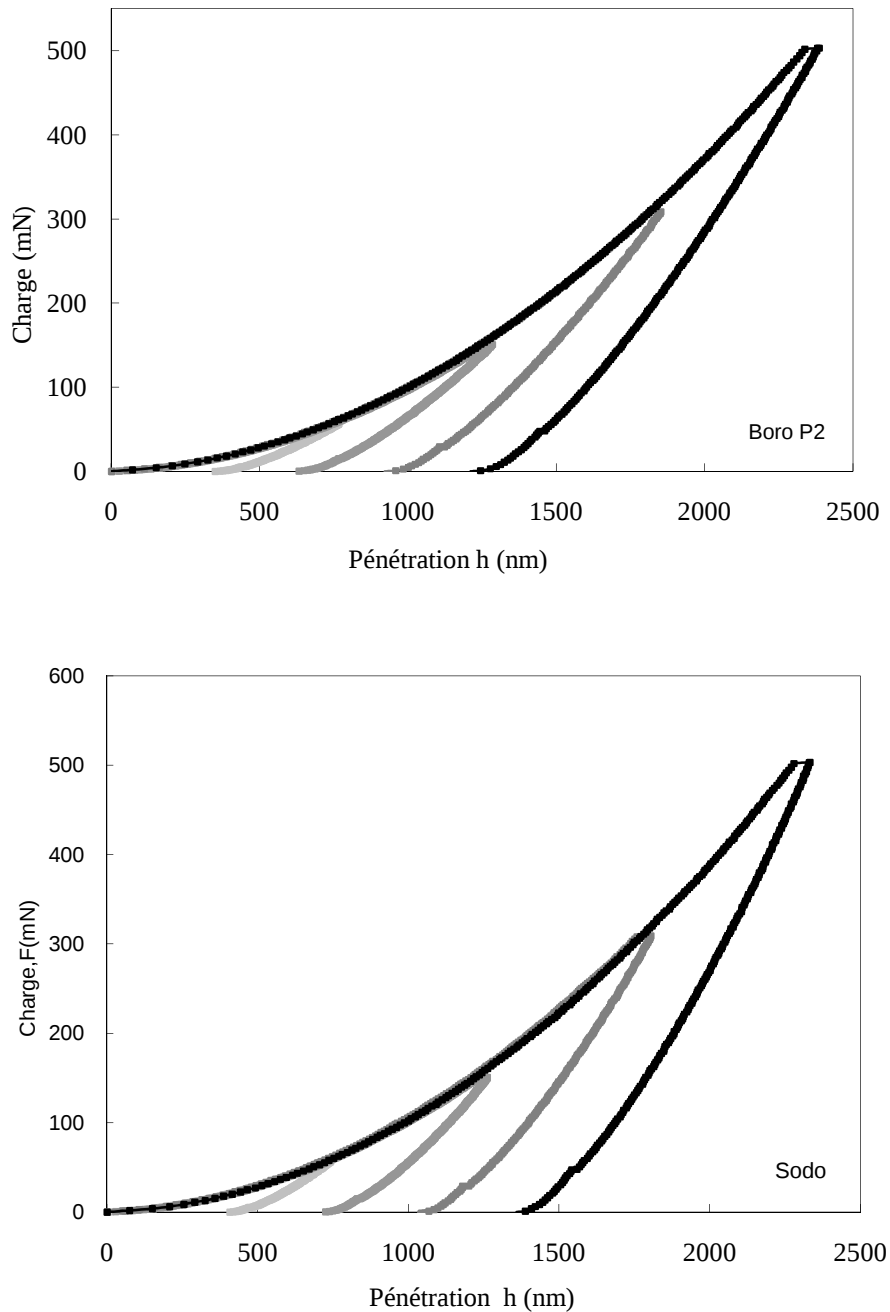


Figure III.10 : Courbes d'indentation des verres étudiés

Nous remarquons que la déformation plastique du verre sodocalcique est plus importante que celle du verre borosilicaté. Par exemple, pour les charges 300 mN et 500 mN

respectivement la pénétration résiduelle est de l'ordre de 1037.659 nm et 1358.977 nm pour le verre sodocalcique et de 959.167 nm et 1211.22 nm pour le verre Borosilicaté. Nous notons également une similitude dans l'allure des courbes d'indentation dans les deux cas. Les courbes des cycles chargement et déchargement ne sont pas linéaires, montrant ainsi que les réponses des deux verres ne sont pas réversibles. A cette échelle de grandeur, ils présentent des comportements élasto-plastiques. L'aire sous les courbes diffère d'une nuance à une autre. Elle est plus importante dans le cas du verre Sodocalcique. Ce qui montre que pour la même charge d'indentation l'énergie de déformation plastique du verre Sodocalcique est plus élevée que celle due à la déformation du verre borosilicaté. L'énergie de déformation totale W_t et l'énergie de déformation élastique W_e par indentation peuvent être calculées à partir de l'aire sous la courbe de chargement et de déchargement respectivement [47]. En outre, l'énergie de déformation plastique W_p peut être déduite par soustraction ($W_e - W_t$).

La figure III.11a et la figure III.11b présentent respectivement les énergies de déformation du verre borosilicaté et du verre sodocalcique, calculées à partir des courbes d'indentation. Nous remarquons que les énergies de déformation (W_t , W_e , et W_p) augmentent avec la charge maximale d'indentation, et que l'énergie de déformation totale du verre borosilicaté est légèrement supérieure à celle du verre sodocalcique. Pour la charge 500 mN, l'énergie $W_t = 431.49$ nj pour le verre borosilicaté, à la même charge l'énergie totale de déformation du verre sodocalcique est de $W_t = 420.64$ nj. Par contre, l'énergie de déformation plastique du sodocalcique est plus importante que celle du borosilicaté ($W_{p.Boro} = 190,41$ nj, $W_{p.Sodo} = 223,224$ nj).

Cependant la déformation plastique des verres anormaux tels que les verres borosilicates et les verres de silice se produit de manière prépondérante par densification [100-107]. Le comportement du verre borosilicaté étudié est gouverné par le procédé de densification qui témoigne de la capacité des verres à haute teneur en silice (80.5% pour le borosilicaté étudié) à se densifier sous un contact mécanique [107].

La déformation par densification, basée sur la compaction de la structure, produit une réduction de volume ce qui conduit à un rétablissement élastique plus faible que celui prévu en théorie. Ce qui est confirmé par les valeurs des modules d'élasticité E trouvées pour le verre borosilicaté qui sont inférieures à celles du verre sodocalcique [100].

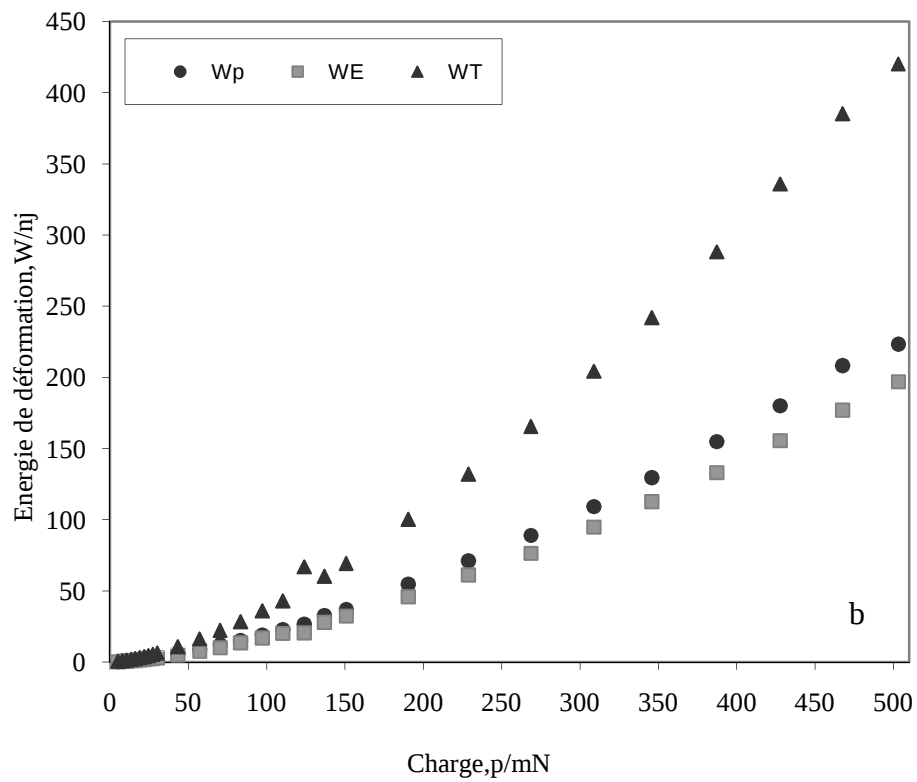
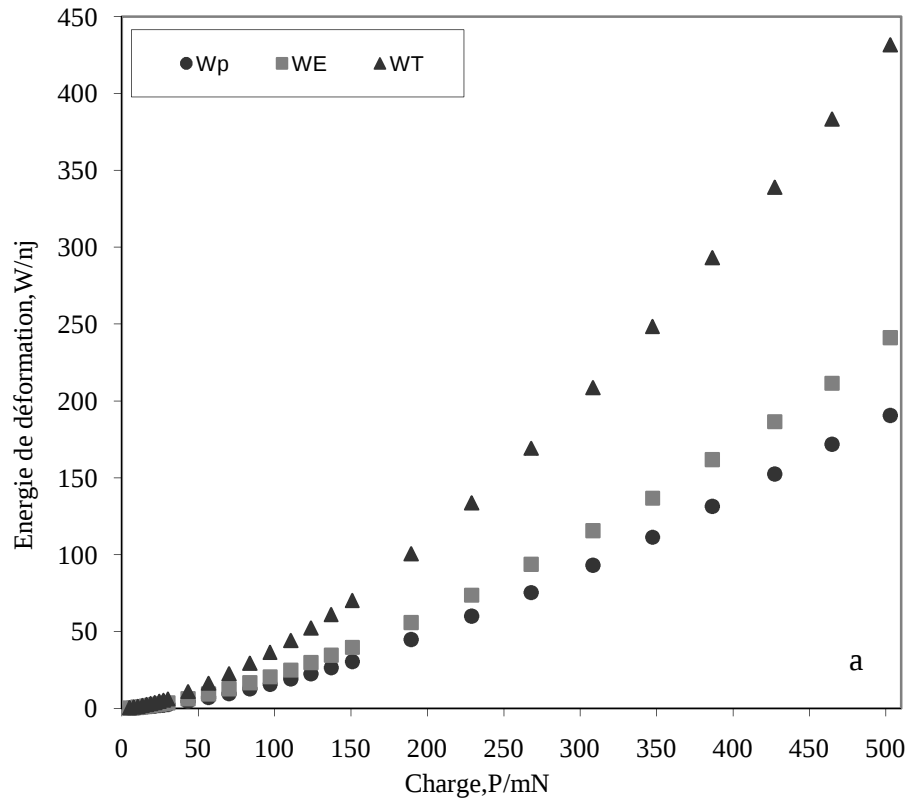


Figure III.11 : Evolution de l'énergie de déformation avec la charge maximale d'indentation a-Borosilicaté P2, b-Sodocalcique

Malgré que pour les mêmes conditions de mesure, la déformation sous chargement du verre borosilicaté est plus importante, nous avons remarqué que l'énergie dégagée est pratiquement la même que celle du verre sodocalcique. Pour la même déformation résiduelle sur les deux verre $h_p = 1\mu\text{m}$, l'énergie dissipée est plus importante dans le cas du verre sodocalcique ($W_{P.Sodo} = 49.59 \text{ nj}$, $W_{P.Boro} = 42.67 \text{ nj}$) montrant ainsi que le verre borosilicaté résiste moins à la déformation que le verre sodocalcique, probablement du fait que ce dernier se déforme par écoulement contrairement au premier qui se densifie.

III.2.5- Détermination de H_{IT} et E_r par les méthodes d'énergies :

En utilisant le modèle linéaire de Cheng and Cheng (C & C), nous avons étudié l'effet de la constante λ sur les propriétés H_{IT} et E_r , déterminées à partir des équations (I.36) et (I.28) pour les deux échantillons de verre. Parmi les différentes valeurs proposées dans la littérature [66-69], pour l'indenteur Berkovich, nous avons choisis trois valeurs ($\lambda = 5.33$, $\lambda = 5.17$, $\lambda = 4.678$). Les résultats de l'influence de la constante λ sur les propriétés déterminées pour chaque verre sont présentés sur les figures III.12 et III.13. En comparant ces résultats avec ceux déterminés par les méthodes conventionnelles pour les deux verres (Tableau II.2), les résultats obtenus en utilisant ($\lambda = 5.33$) peuvent être considérés comme acceptables pour l'échantillon du verre sodocalcique (figure III.12) alors que cela n'est pas le cas pour l'échantillon du verre Borosilicaté P2. La valeur ($\lambda = 5.17$) et ($\lambda = 4.678$) sont plus appropriées respectivement pour la dureté d'indentation H_{IT} et le module élastique du verre borosilicaté P2 (Figure III.13). Il semble qu'il n'y a pas un choix facile pour une valeur commune de λ qui serait acceptable pour les deux types de verre.

Nous avons également déterminé les deux propriétés (H_{IT} et E_r) des deux verres avec la méthode non linéaire d'énergie de Chen et Bull (C & B) en utilisant les relations (I.38) et (I.39). La constante d'écrouissage n est nulle dans notre cas alors que les autres constantes ont été prises comme cela a été mentionné précédemment ($\varepsilon = 0.75$, $\beta = 1.05$ et $\alpha = 70,3^\circ$). La comparaison des propriétés H_{IT} et E_r obtenus par cette méthode et celles obtenues avec la méthode linéaire d'énergie (C & C) révèle qu'elles sont proches lorsque $\lambda = 5.3$, particulièrement pour le verre borosilicaté, comme le montrent les figures III.14 et III.15. D'autre part, si on compare les propriétés de référence (Tableau II.2) avec les résultats des trois méthodes, pour les grandes profondeurs de pénétration, nous pouvons remarquer que pour le verre sodocalcique, elles sont proches à celles obtenues par les méthodes d'énergie alors que pour le verre borosilicaté, elles sont plutôt comparables à celles obtenues par l'analyse de (O & P).

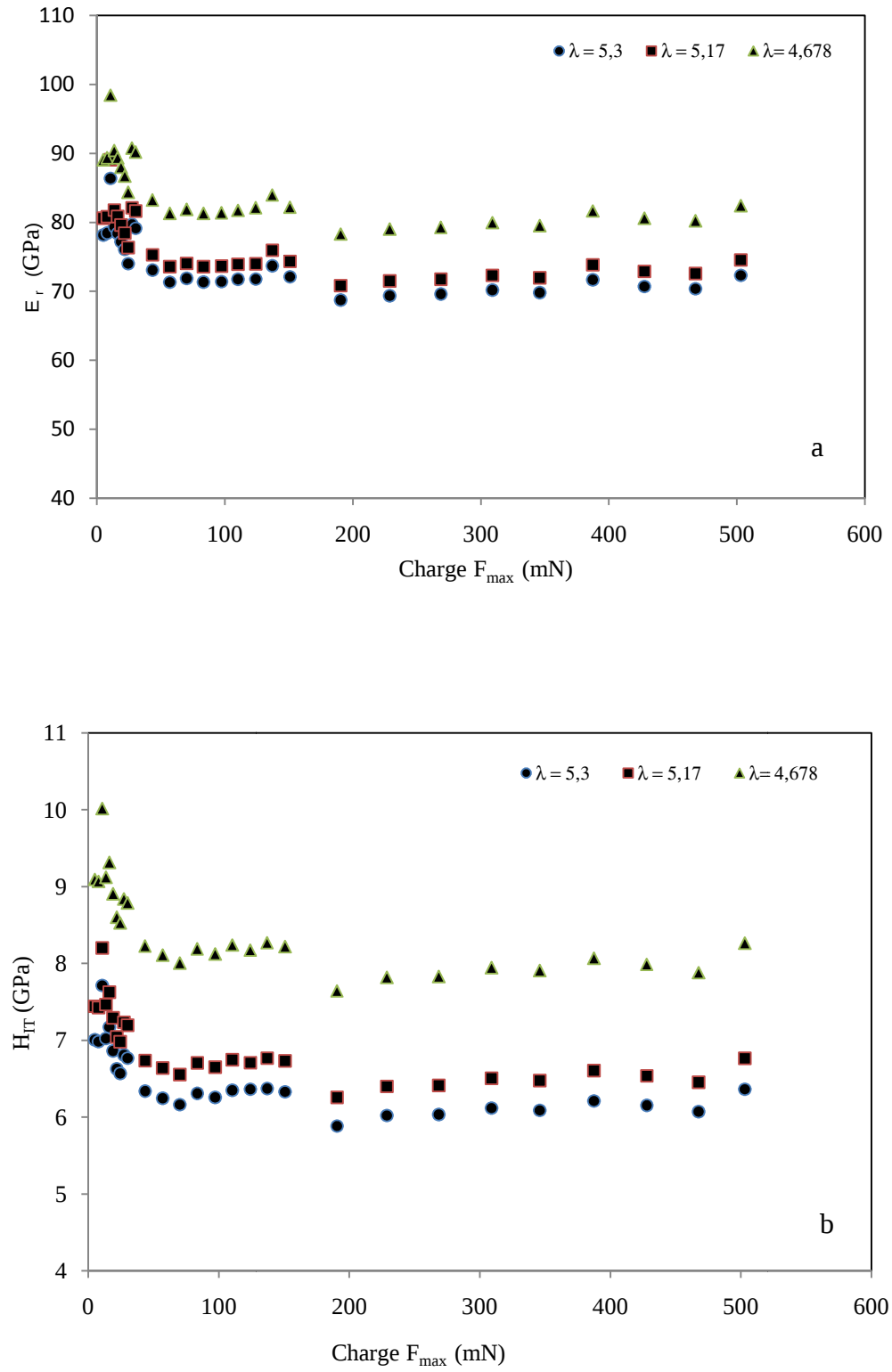


Figure III.12 : Influence de la constante λ sur E_r (a) et H_{IT} (b) obtenues par la méthode de C&C sur le verre sodocalcique

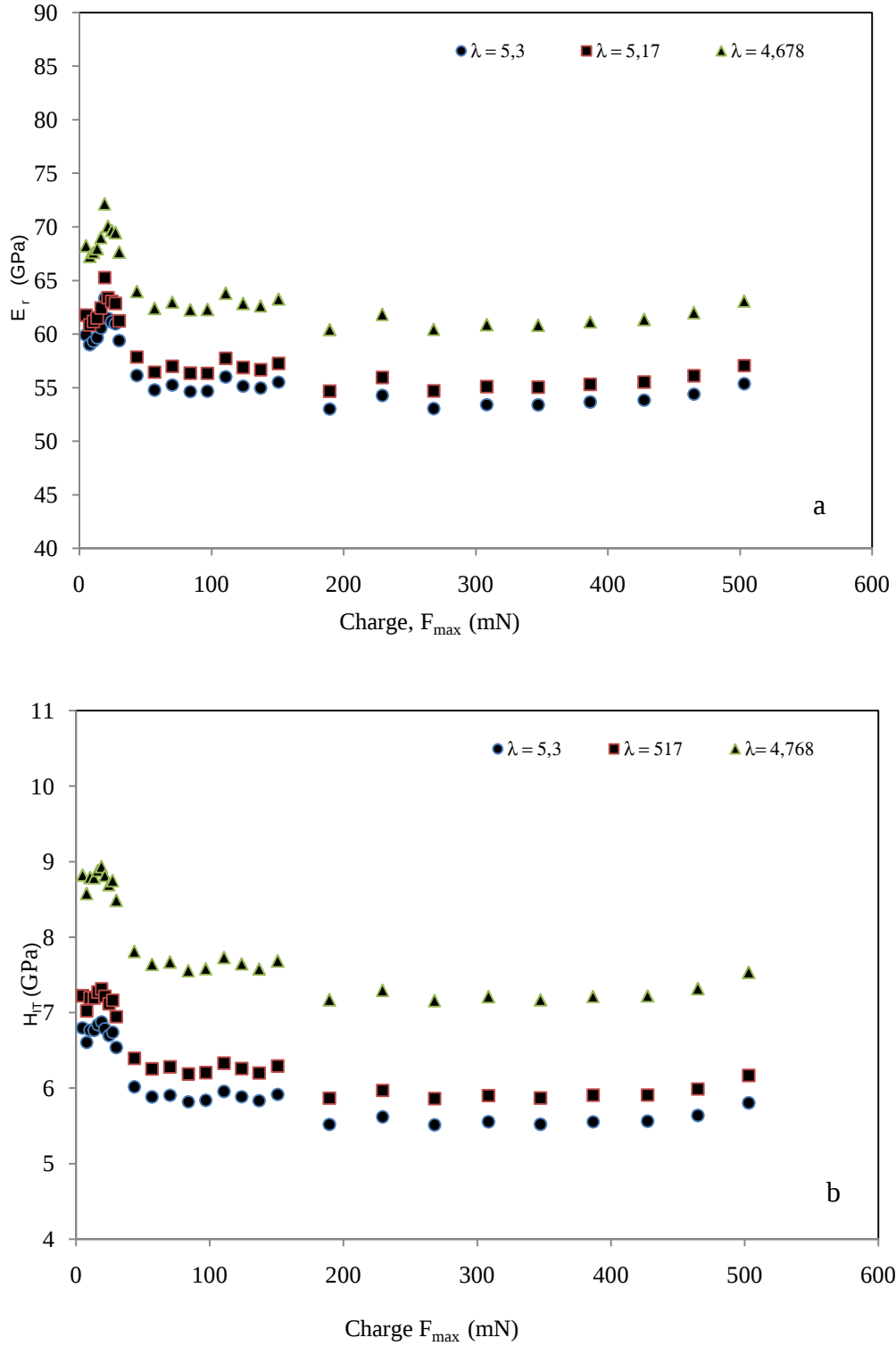


Figure III.13 : Influence de la constante λ sur E_r (a) et H_{IT} (b) obtenues par la méthode de C&C sur le verre borosilicaté P2

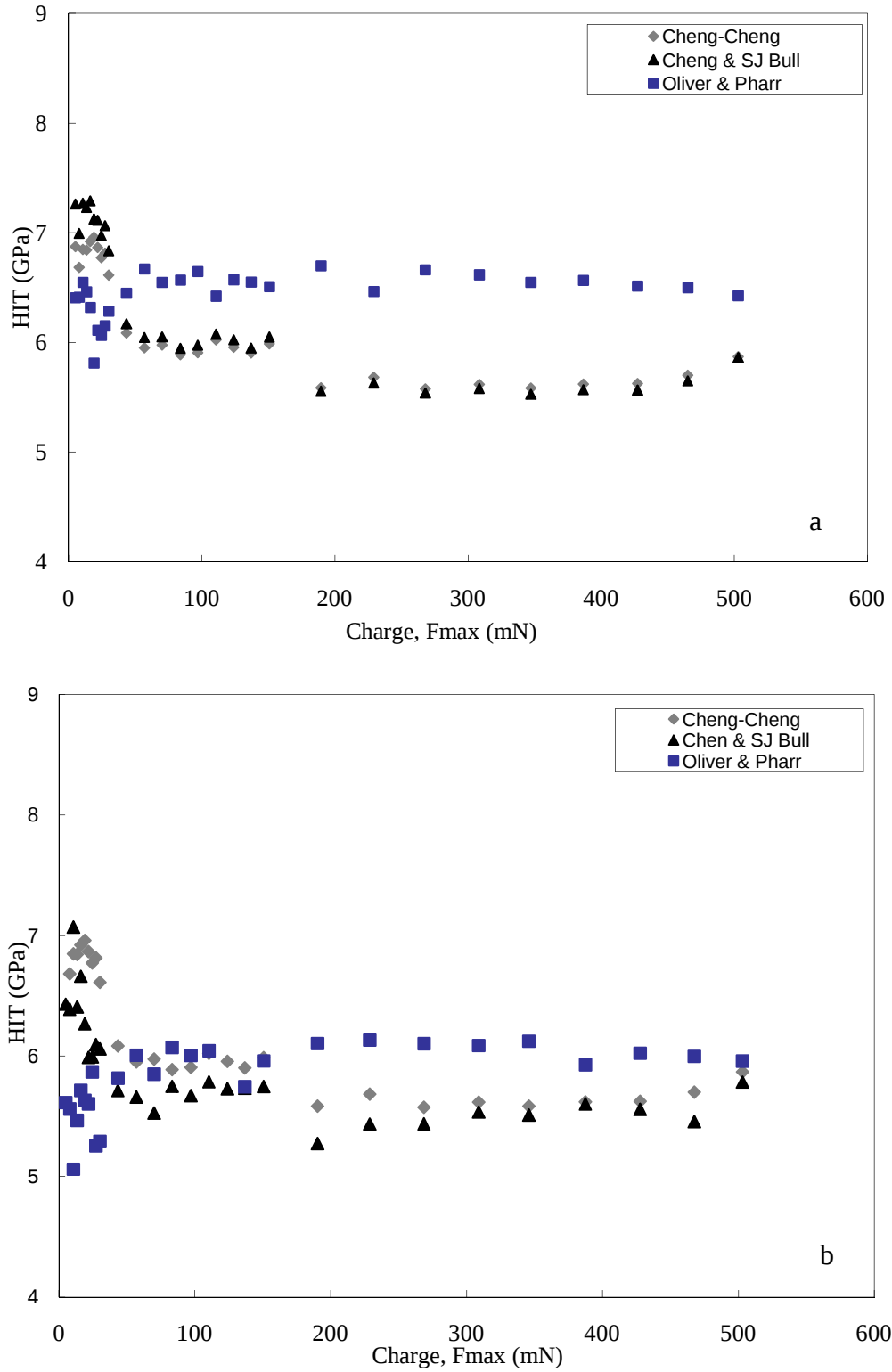


Figure III.14 : Comparaison de la variation de H_{IT} du verre borosilicate P2 (a) et du verre sodocalcique (b) obtenue par les méthodes d'énergie (Cheng and Cheng, Chen and Bull) et la méthode d'O&P

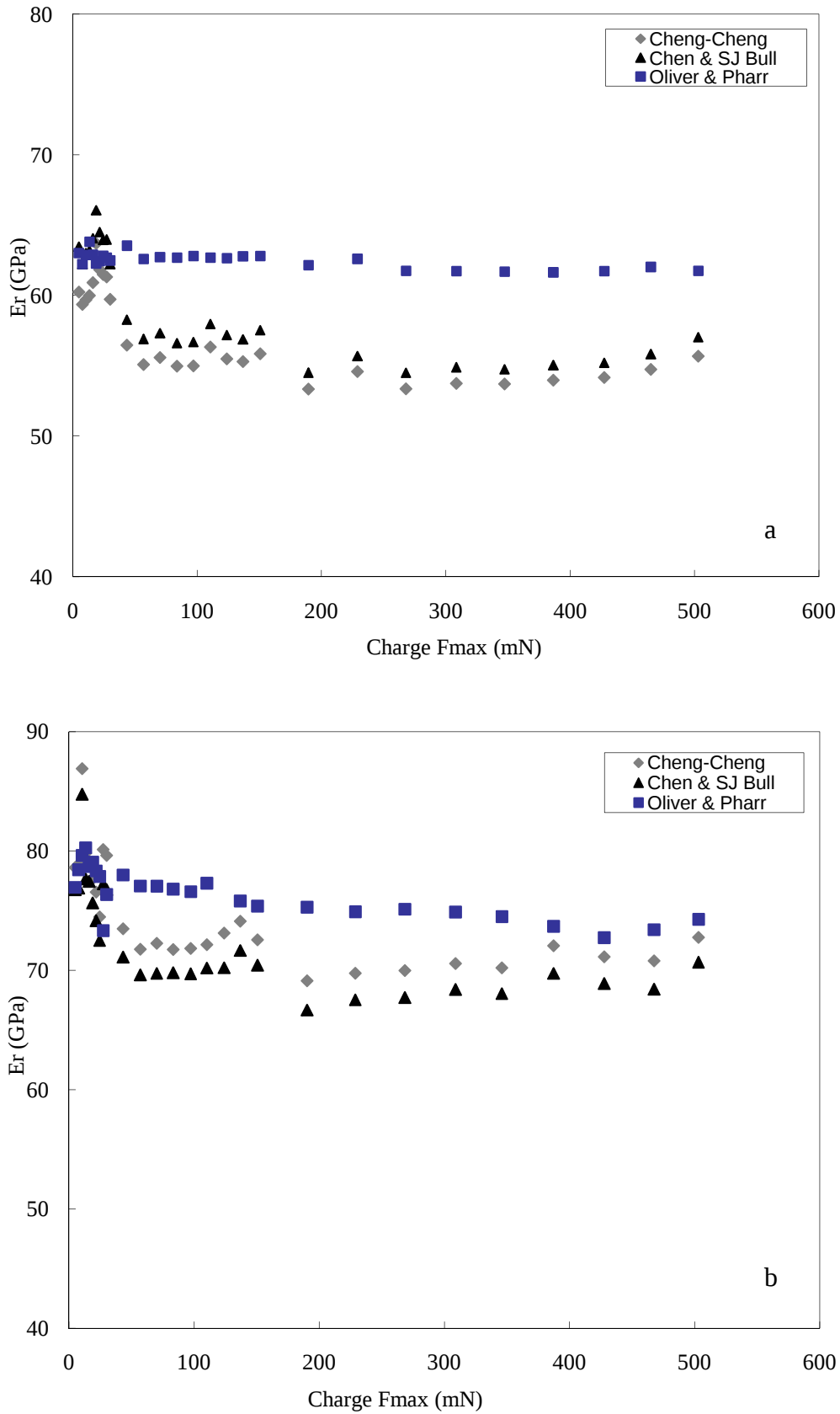


Figure III.15: Comparaison de la variation de E_r du verre borosilicaté P2 (a) et du verre sodocalcique (b) obtenue par les méthodes d'énergie (Cheng and Cheng, Chen and Bull) et la méthode d'O&P

III.3- ESSAIS DE MICRO INDENTATION INSTRUMENTEE

A travers ces essais, nous voulons étudier le comportement des deux nuances de verre lors de l'indentation instrumentée avec des charges d'indentation comparables à celles utilisées lors d'essais conventionnels (3N, 5N et 10N). Après nettoyage de la surface à indenter, nous avons effectué des indentations en utilisant l'appareil CSM décrit précédemment.

III.3.1- Paramètres de mesure:

Les paramètres de mesure ont été fixés comme suit:

- * Charge d'indentation maximale : 3N, 5N, 10N
- * Temps de maintien à la charge maximale : 8s, 16s, 30s
- * Vitesse de chargement de l'indenteur: 1000 mN/min et 2000 mN/min
- * Vitesse de déchargement de l'indenteur: 1000 mN/min et 2000 mN/min
- * Distance entre les différentes empreintes: 2mm
- * Nombre d'essais: 5 essais pour chaque cas (paramètre)

III.3.2- Etude paramétrique et comparative entre les deux verres:

Sur Les deux figures III.16 et III.17, tracées respectivement pour le verre sodocalcique et le verre borosilicate, nous remarquons que la pénétration résiduelle après déchargement dans le cas du verre sodocalcique varie de 3.4 μm à 5.8 μm respectivement pour les charges 3 N et 10 N. Pour le verre borosilicate, elle augmente de 3 μm à 4.8 μm respectivement pour les deux charges 3 N et 10 N. Nous notons une similitude dans l'allure des courbes d'indentation. Dans les deux cas, les courbes des cycles chargement et déchargement ne sont pas réversibles, montrant ainsi que les réponses des deux verres à cette échelle de mesure présentent également des comportements élasto-plastiques [111].

La figure III.18 présente les courbes d'indentation des deux nuances étudiées, obtenues avec une charge maximale de 10 N. Nous remarquons que, malgré que les essais aient été effectués dans les mêmes conditions pour les deux verres, l'aire sous les courbes diffère d'une nuance à une autre. Elle est plus importante dans le cas du verre sodocalcique, ce qui montre que pour la même charge d'indentation, l'énergie de déformation plastique du verre sodocalcique est plus élevée que celle due à la déformation du verre borosilicate, chose qu'on a pu remarquer également pour les essais de nano indentation.

Comme cela a été déjà mentionné dans la partie théorique, la pente du début du déchargement permet de déterminer le module élastique [38]. Nous remarquons bien que la pente est différente pour les deux nuances, ce qui signifie que le module élastique du verre sodocalcique est plus élevé que celui du verre borosilicate [111].

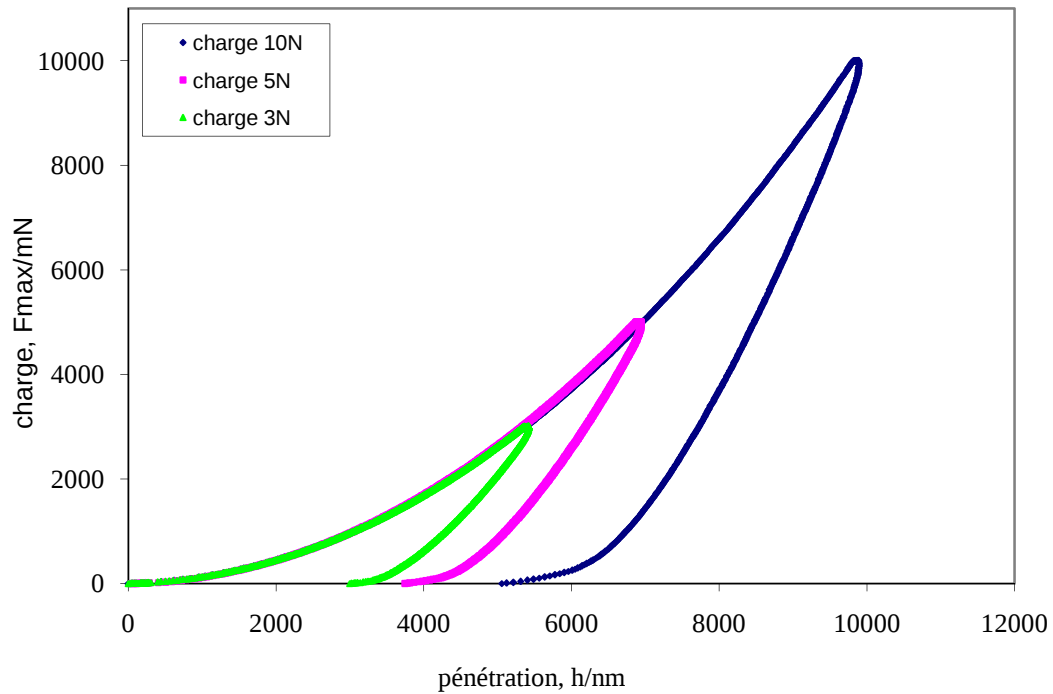


Figure III.16 : Variation de la pénétration de l'indenteur dans un verre sodocalcique en fonction de la charge

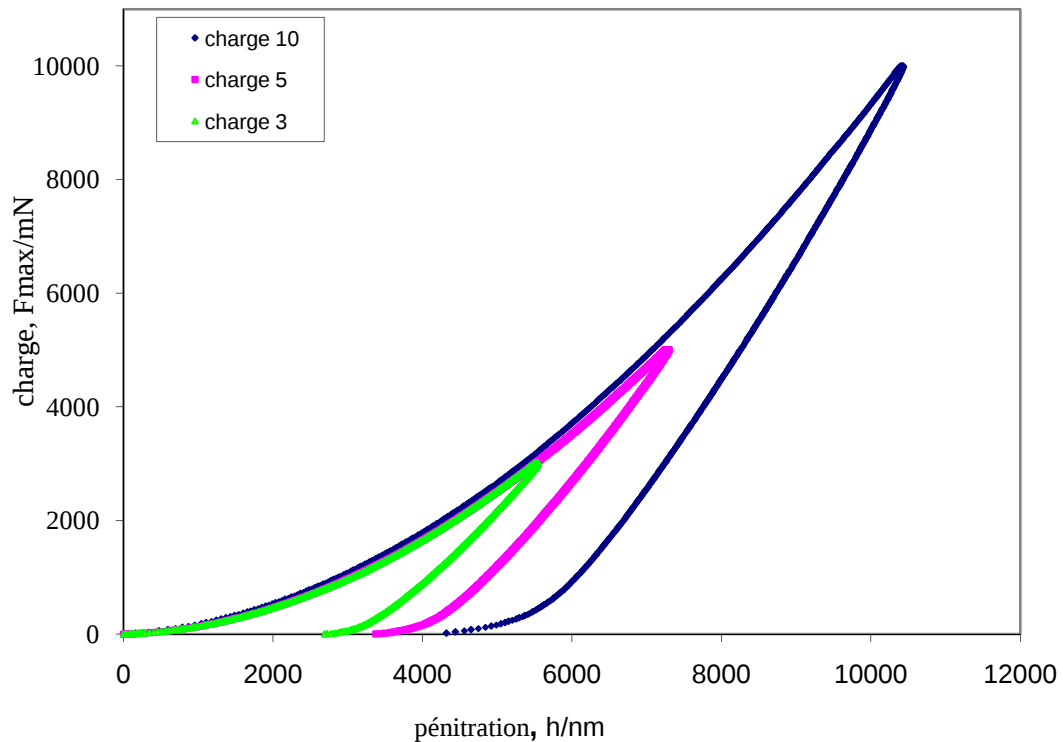


Figure III.17 : Variation de la pénétration de l'indenteur dans un verre Borosilicate en fonction de la charge

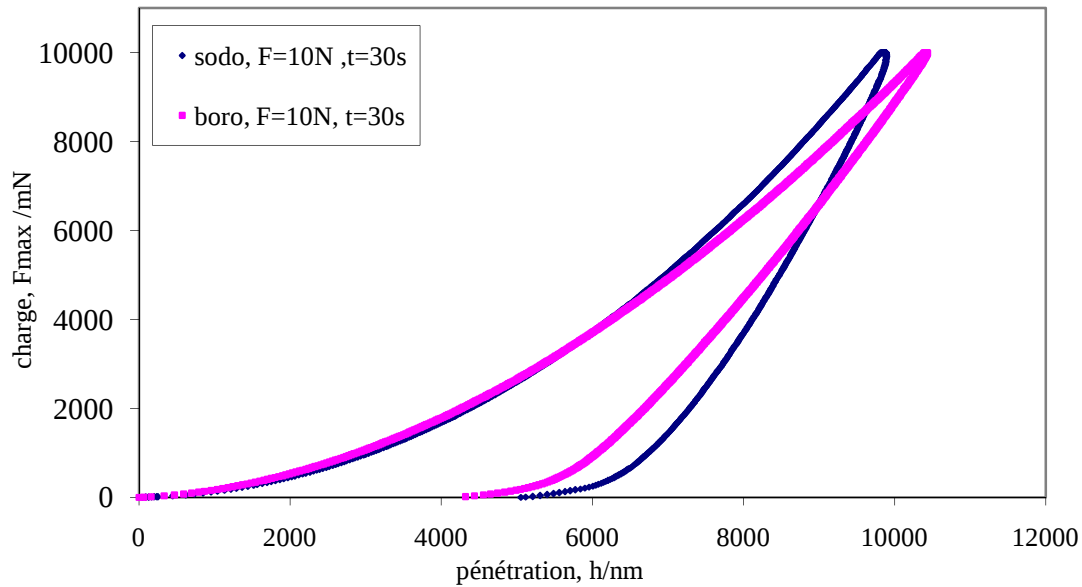


Figure III.18 : Courbe d'indentation comparative des deux nuances pour une charge d'indentation maximale de 10 N

Nous présentons, sur les figures III.19 et III.20, la variation de la pénétration de l'indenteur en fonction du temps de maintien de la charge pour les deux nuances. Nous notons bien que l'influence du temps de maintien à la charge maximale est minime sur la déformation finale. Néanmoins, il est clair que cette déformation croît à mesure que le temps de maintien à la charge maximale augmente et ce quel que soit le type de verre.

Nous savons que le comportement visqueux est évident lorsqu'on maintient la charge maximale d'indentation pendant un certain temps avant le déchargement. Pour pouvoir examiner si le comportement visqueux peut influencer les résultats ou non, à cet échelle de mesure, il est préférable de calculer le taux d'augmentation de la pénétration qui est donné par la relation (III.1) déjà présentée.

Après calcul du rapport, nous avons trouvé que le taux d'augmentation est de 0.38 % pour le verre borosilicaté P1 et de 0.5 % pour le verre sodocalcique. Cela nous permet de dire que dans les conditions de nos essais, le fluage exerce une influence très limitée sur le comportement des deux nuances de verre.

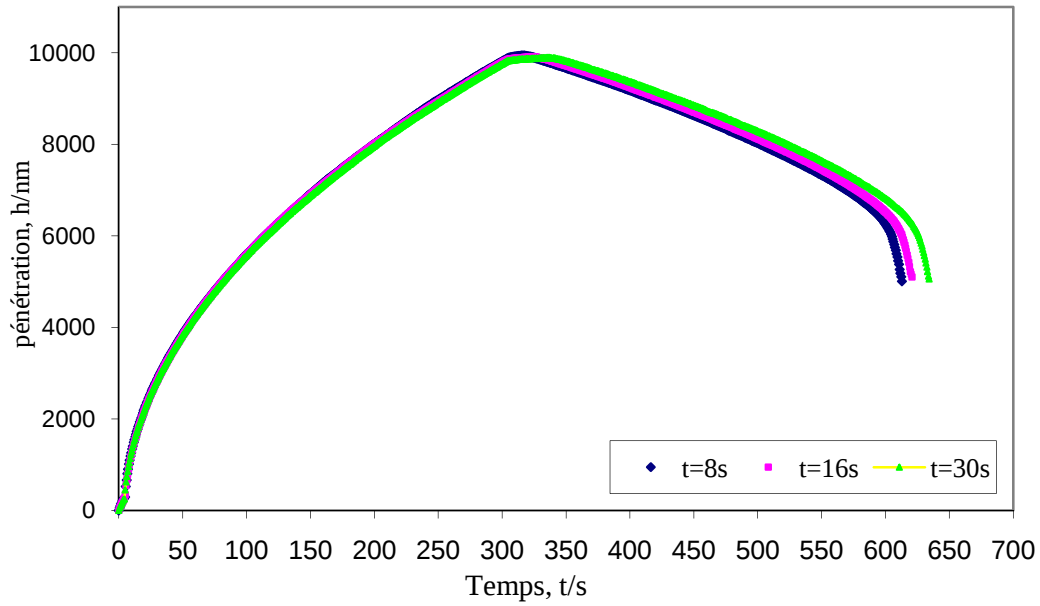


Figure III.19 : Variation de la pénétration de l'indenteur dans un verre sodocalcique en fonction du temps et du temps de maintien à la charge maximale.

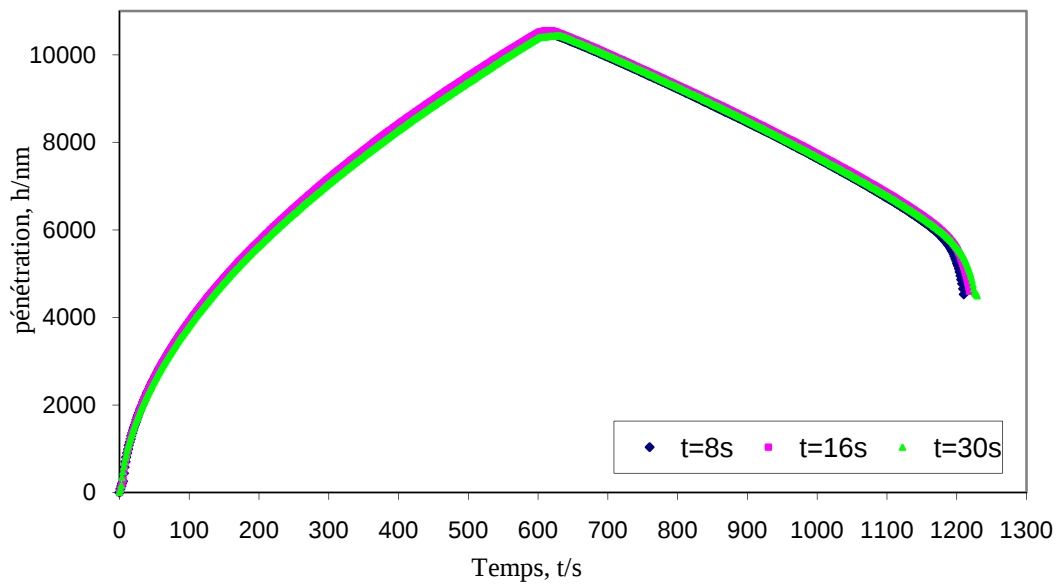


Figure III.20 : Variation de la pénétration de l'indenteur dans le verre borosilicate en fonction du temps et du temps de maintiens à la charge maximale

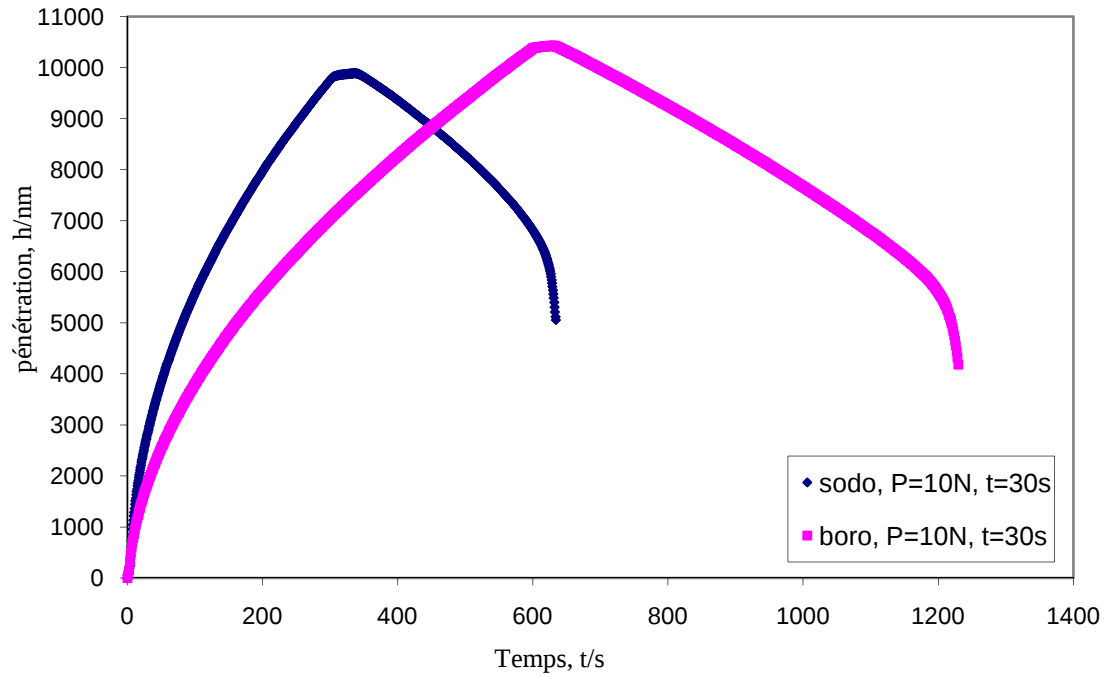


Figure III.21 : Variation de la pénétration de l'indenteur dans les deux nuances en fonction du temps

Les figures III.22 et III.23, respectivement pour le verre sodocalcique et borosilicaté P1, présentent la variation du module élastique en fonction de la charge d'indentation et du temps de maintien.

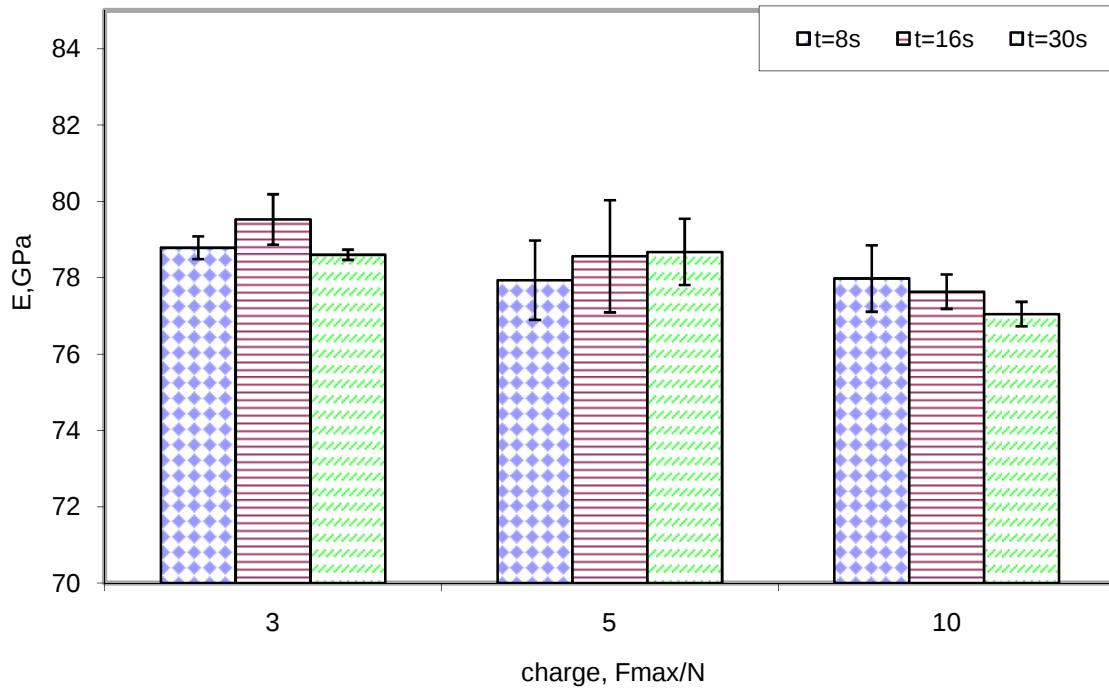


Figure III.22 : Variation du module élastique du verre Sodocalcique en fonction de la charge et du temps de maintien à la charge maximale.

Ces valeurs sont calculées à partir de la pente du début de déchargement sur les courbes d'indentations. A travers l'écart type, nous remarquons que le taux de dispersion des résultats est négligeable, il ne dépasse guère 3%. Cette faible dispersion nous permet de juger le bon degré de fidélité et de reproductibilité de la méthode d'indentation instrumentée utilisée.

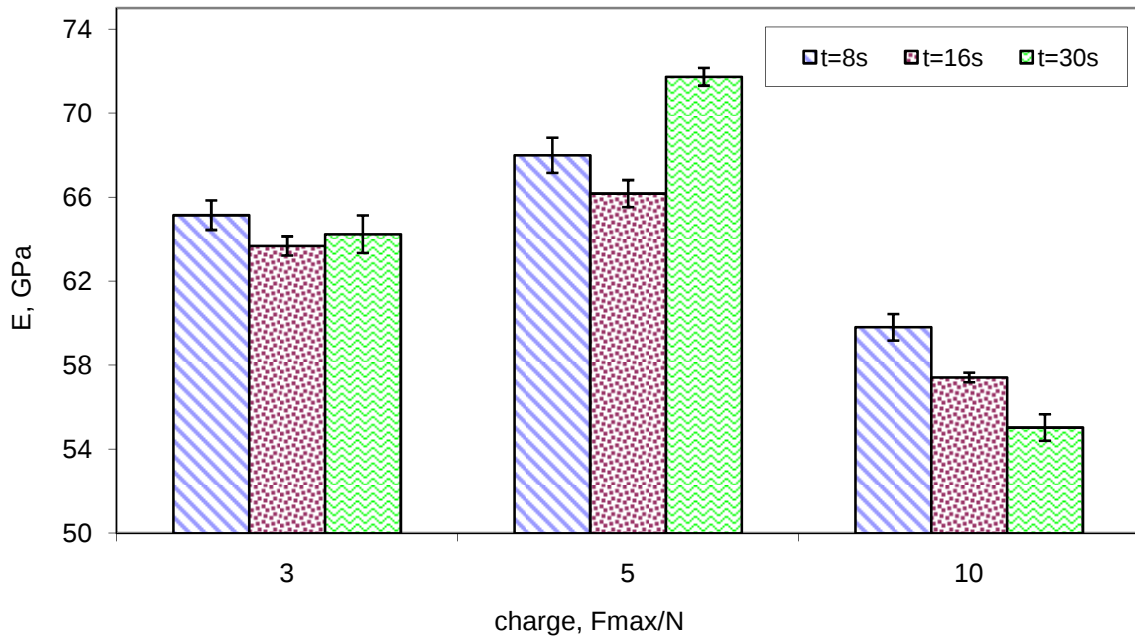


Figure III.23 : Variation du module élastique du verre Borosilicate en fonction de la charge et du temps de maintien à la charge maximale.

Les figures III.24 et III.25 présentent, respectivement pour le verre sodocalcique et borosilicate, la variation de la dureté Vickers en fonction de la charge et du temps de maintien à la charge maximale. Nous observons que les résultats sont reproductibles et que la dispersion des résultats ne dépasse pas 2%. Nous remarquons clairement que le borosilicate est plus dur que le verre sodocalcique (figure III.26) et que la dureté des deux nuances décroît lorsque la charge d'indentation ou le temps de maintien à la charge maximale augmente.

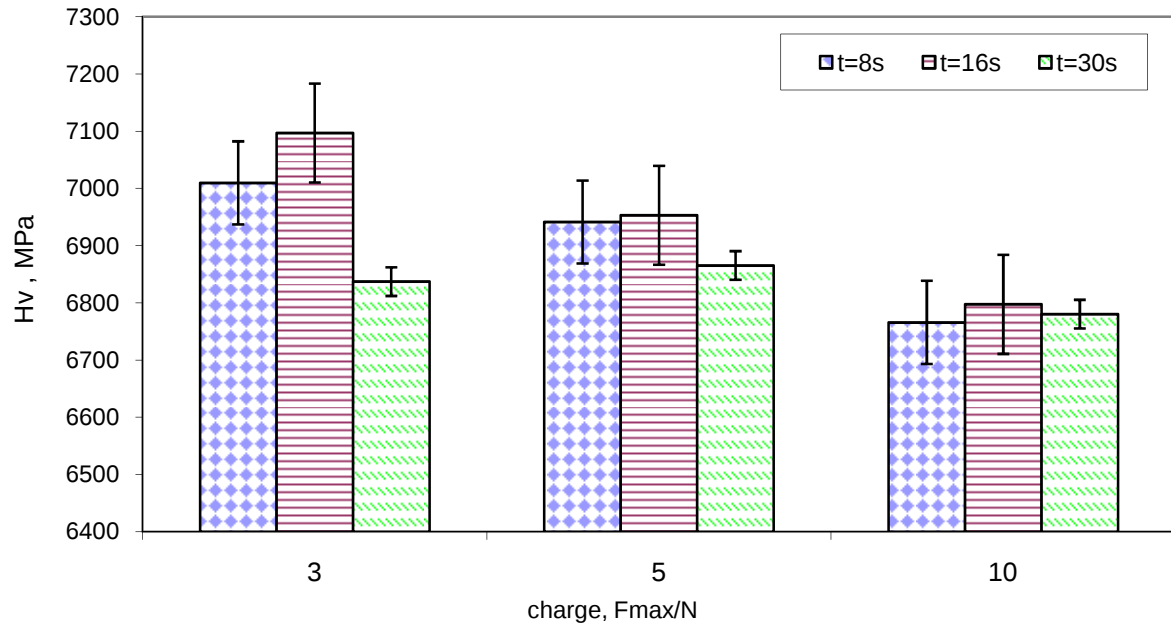


Figure III.24 : Variation de la dureté Vickers du verre Sodocalcique en fonction de la charge et du temps de maintien à la charge maximale

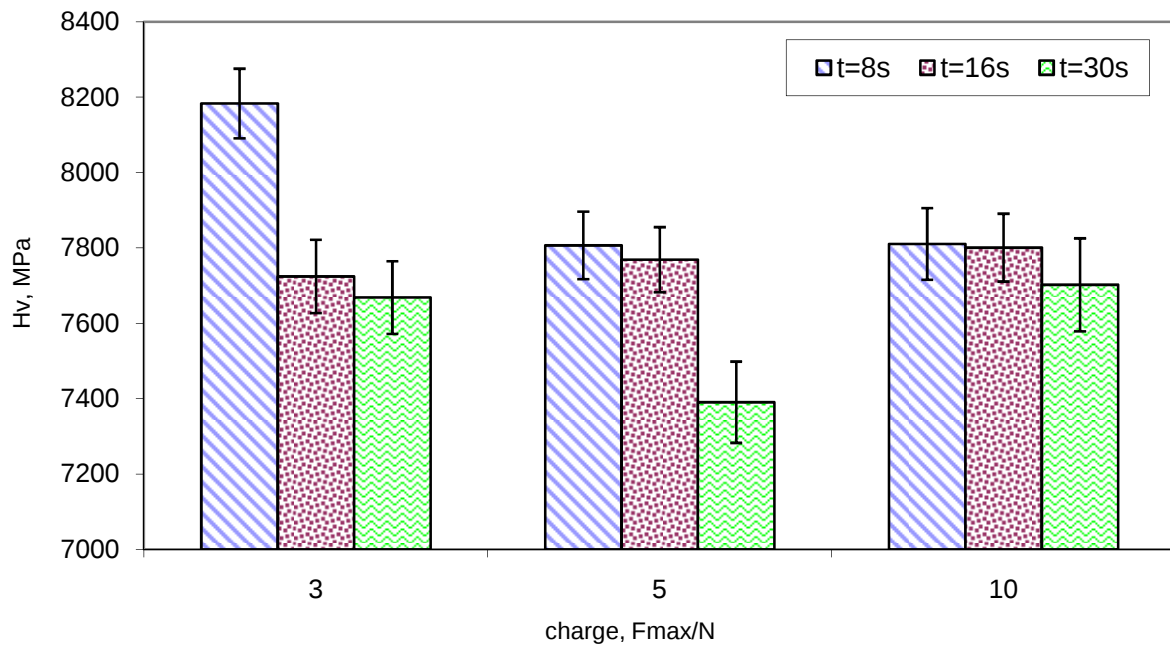


Figure III.25 : Variation de la dureté Vickers du verre Borosilicate en fonction de la charge et du temps de maintien à la charge maximale.

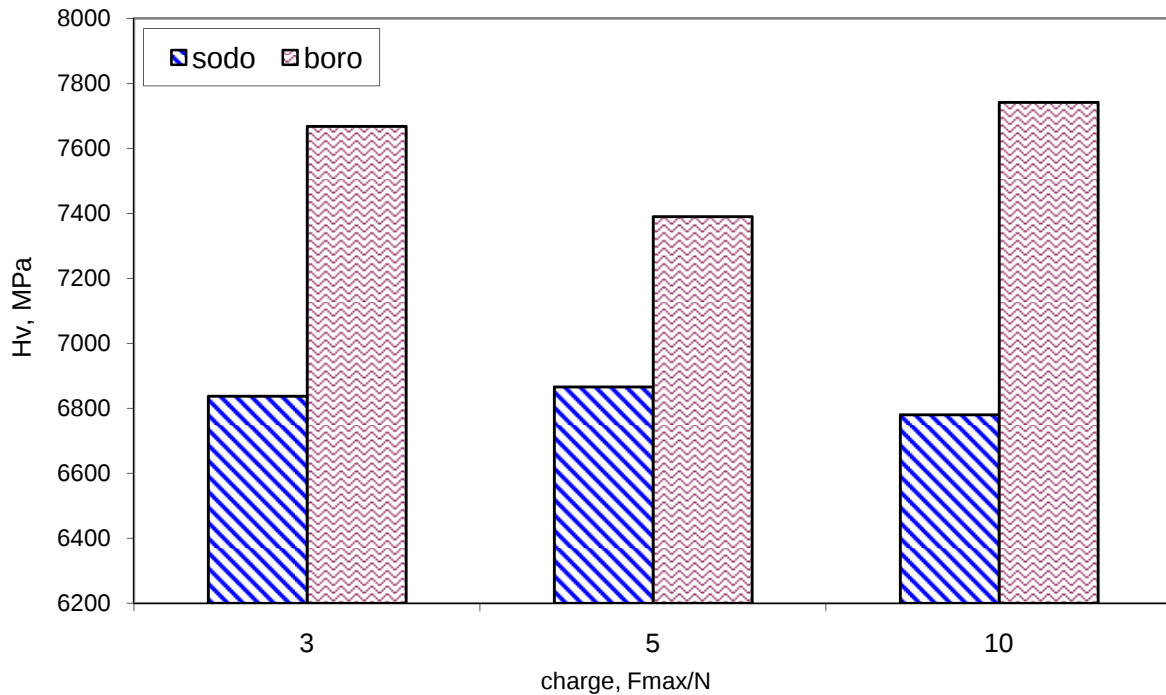


Figure III.26 : Dureté Comparative des deux verres étudiés en fonction de la charge d'indentation, temps de maintien à la charge maximale = 30s

La dureté universelle est déterminée sur la base de la pénétration totale de l'indenteur dans le matériau avant le déchargement (équation I.18). Elle ne dépend guère de la dimension de l'empreinte que laisse l'indenteur après le déchargement. Sur les figures III.27 et III.28, nous notons que la dureté universelle du verre sodocalcique est plus grande que celle du verre borosilicate. Cela a été aussi noté sur les figures III.16 et III.17, analysées précédemment où la pénétration totale du verre borosilicate est toujours plus importante. Si on veut étudier la variation de la dureté Martens en fonction de la pénétration pour les deux verres, nous remarquons sur la figure III.29 que le verre borosilicate présente une résistance à la pénétration plus importante que celle du sodocalcique au début du chargement. Durant le chargement, nous notons que cette résistance diminue, ce qui laisse penser que la pénétration devient plus importante dans le verre borosilicate que dans le verre sodocalcique. Cela conduit à une dureté Martens du borosilicate moins importante que celle du sodocalcique.

Nous pensons qu'il y a une dépendance entre la dureté universelle et la charge d'indentation. Nous remarquons que la dureté universelle diminue quand la charge augmente, comme cela a été déjà mentionné, la contribution du fluage demeure limitée. Nous pouvons dire que l'influence du temps de maintien à la charge maximale sur la dureté universelle est

négligeable. La reproductibilité de la méthode d'essais est bonne puisque la dispersion des résultats ne dépasse pas 1.5 % pour le verre sodocalcique et 2.5 % pour le verre borosilicate.

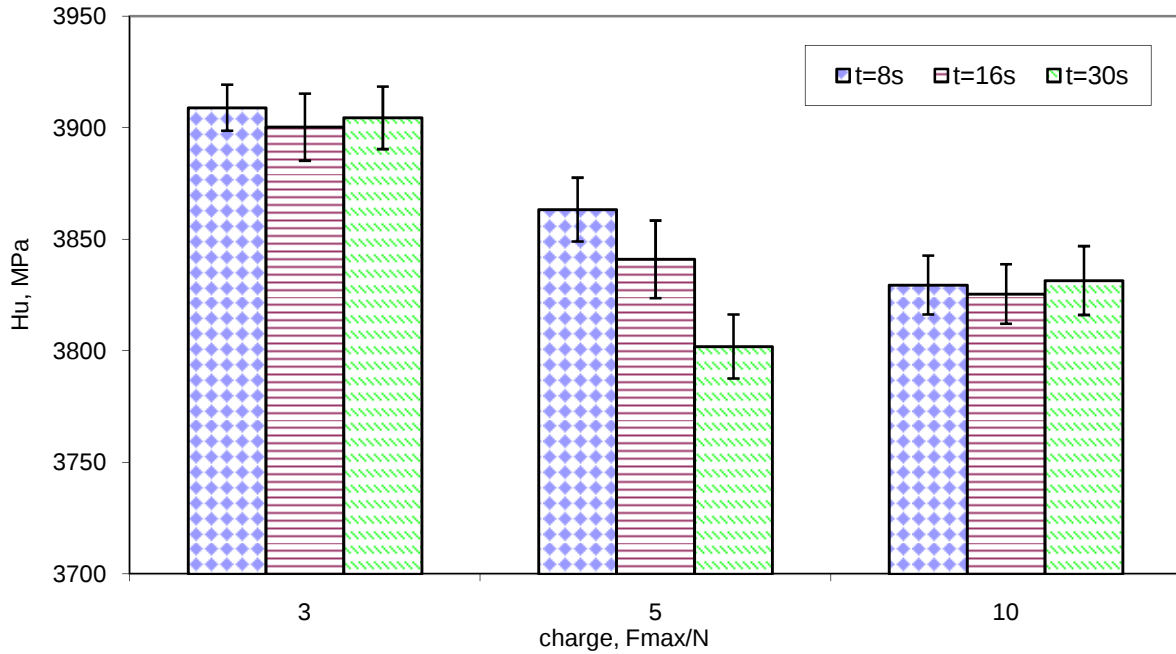


Figure III.27: Variation de la dureté universelle du verre Sodocalcique en fonction de la charge et du temps de maintien à la charge maximale

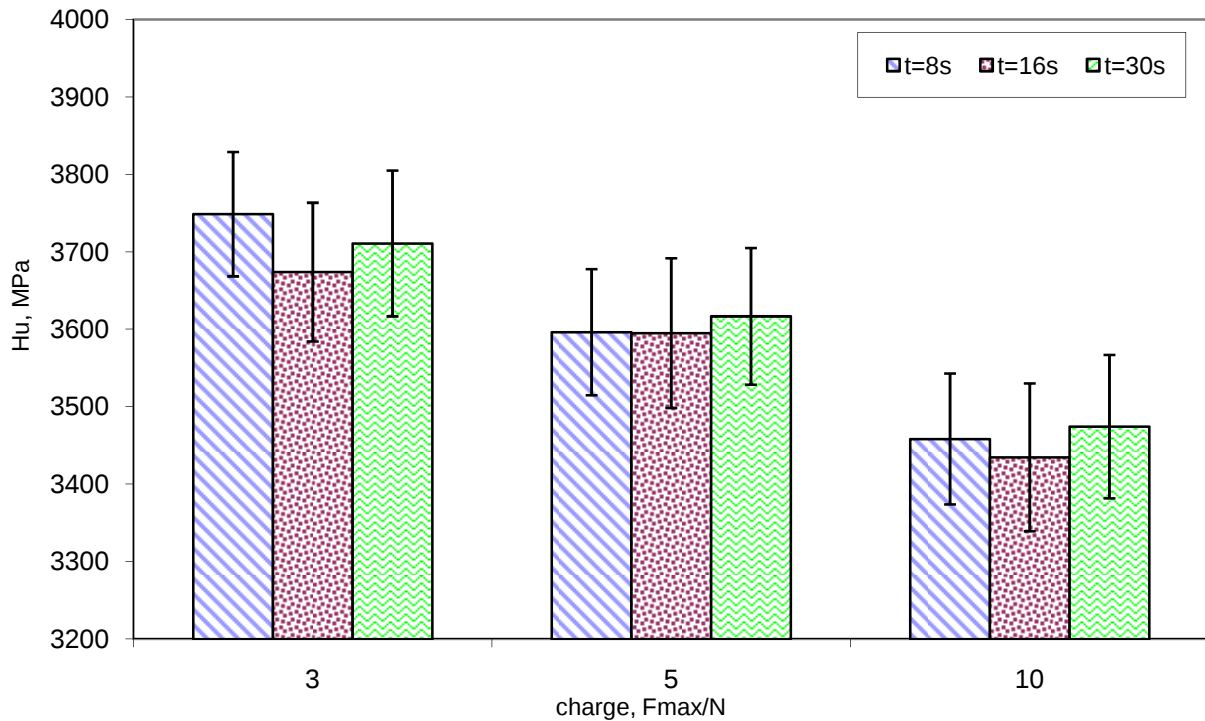


Figure III.28: Variation de la dureté universelle du verre borosilicate en fonction de la charge et du temps de maintien à la charge maximale.

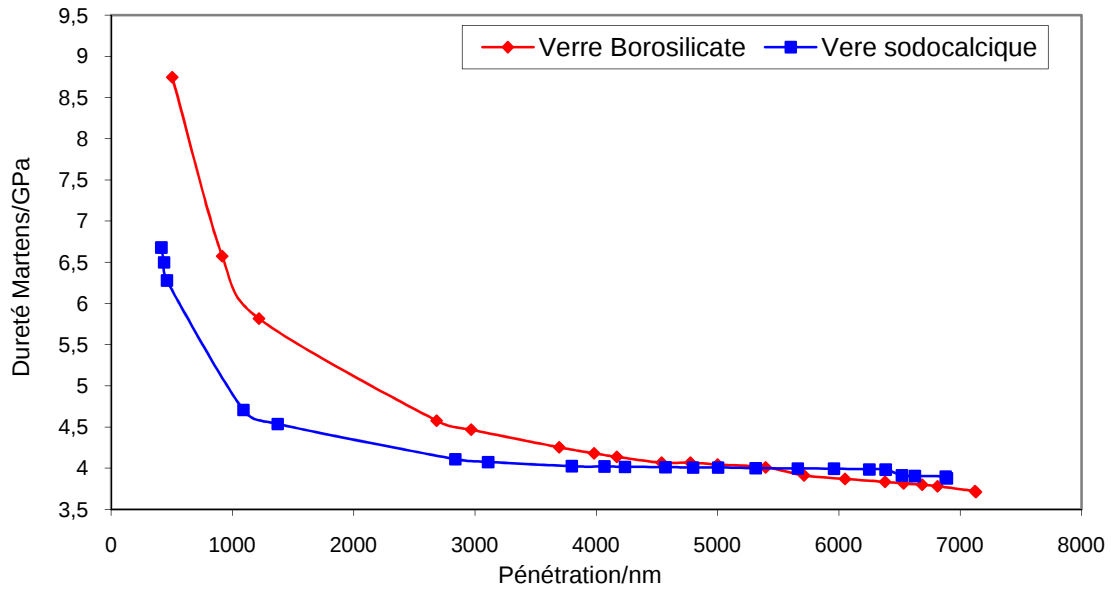


Figure III.29: Dureté Martens des deux verres en fonction de la pénétration de l'indenteur

Sur les figures III.30 et III.31, nous avons représenté la variation de la ténacité en fonction de la charge et du temps de maintien. Nous observons que la ténacité du verre borosilicate est supérieure à celle du verre sodocalcique et qu'elle diminue légèrement quand la charge d'indentation augmente, chose que nous remarquons clairement sur les micrographies de la figure III.32.

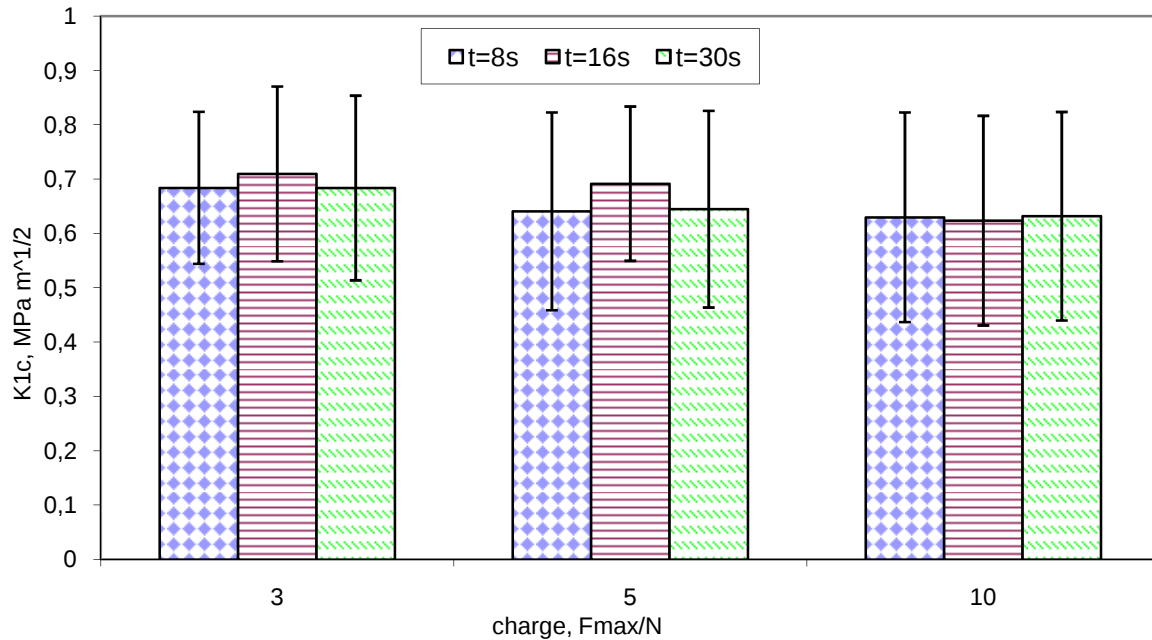


Figure III.30 : Variation de la ténacité du verre sodocalcique en fonction de la charge et du temps de maintien à la charge maximale

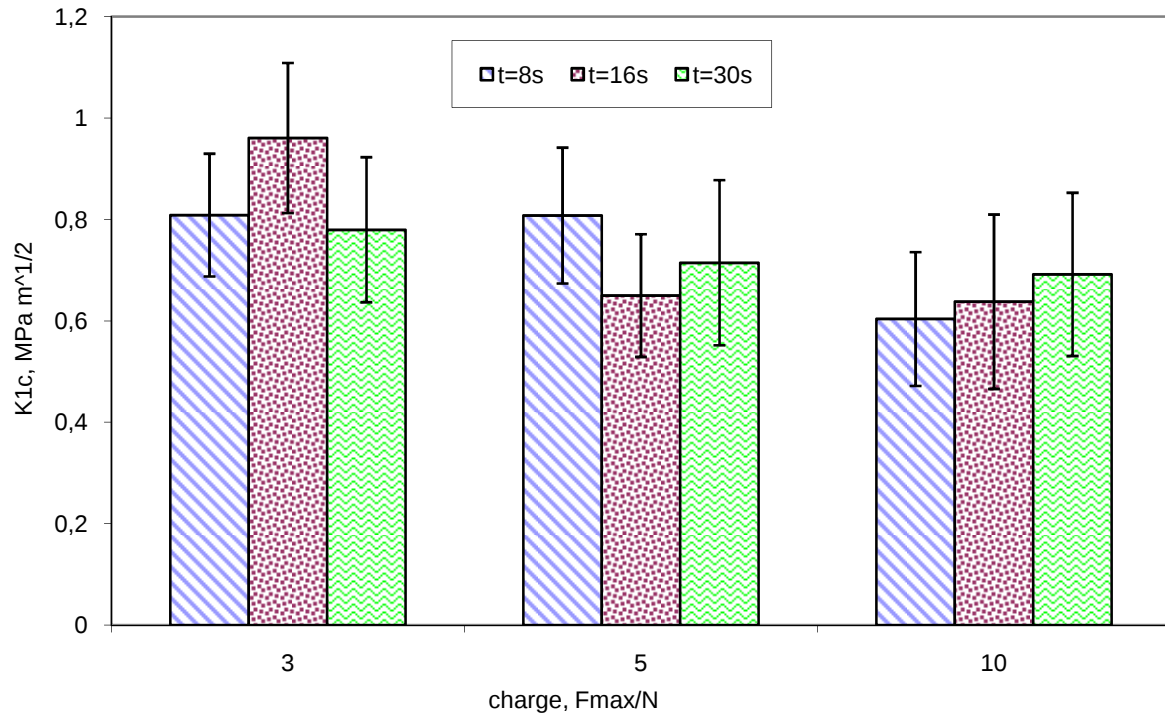
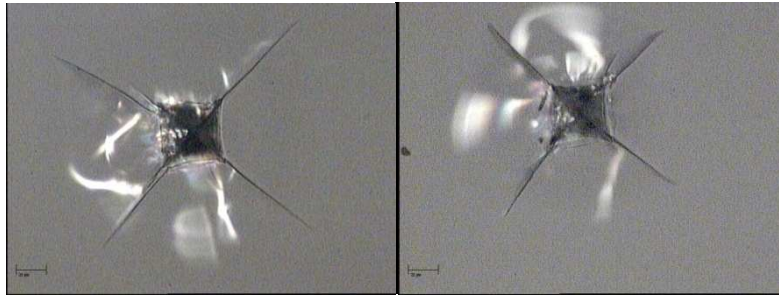
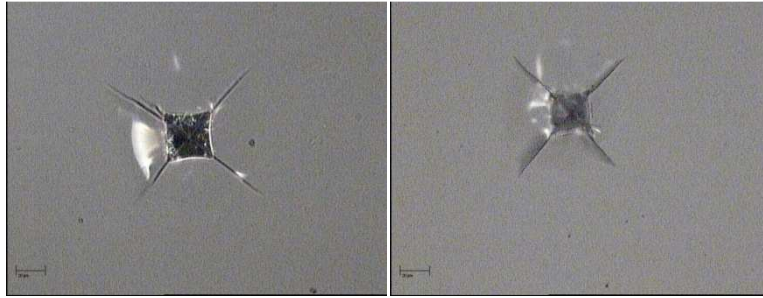


Figure III.31 : Variation de la ténacité du verre borosilicate en fonction de la charge et du temps de maintien à la charge maximale.

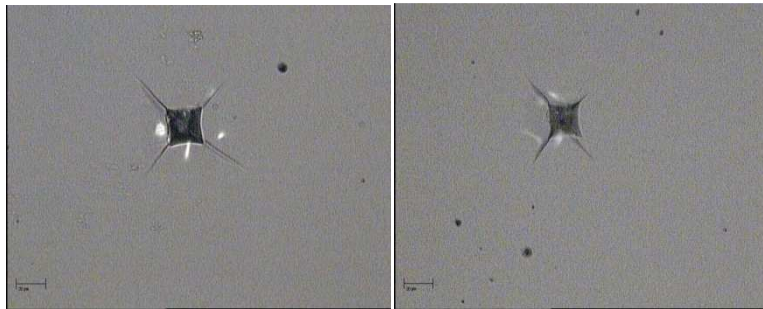
Ce que confirme l'histogramme de la figure III.33, nous remarquons que les valeurs de la ténacité sont assez dispersées. L'erreur peut atteindre 25% ceci peut être expliqué, en premier lieu par les erreurs de lectures qui peuvent être faites sur la mesure des longueurs de la diagonale de l'empreinte et des fissures, et en deuxième lieu causé par la méthode de l'indentation instrumentée elle-même car elle est très sensible aux défauts et contraintes résiduelles. Les résultats de la ténacité mesurés par indentation sont moins importants que ceux mesurés par la technique SEVNB, déjà présentés dans le deuxième chapitre.



Verre Sodocalcique, charge=10N (x25) Verre Borosilicate, charge=10N (x25)



Verre sodocalcique, charge=5N (x25) Verre Borosilicate, charge=5N (x25)



Verre Sodocalcique, charge=3N (x25) Verre Borosilicate, charge=3N (x25)

Figure III.32 : Micrographies des Empreintes d'indentation pour les deux nuances étudiées

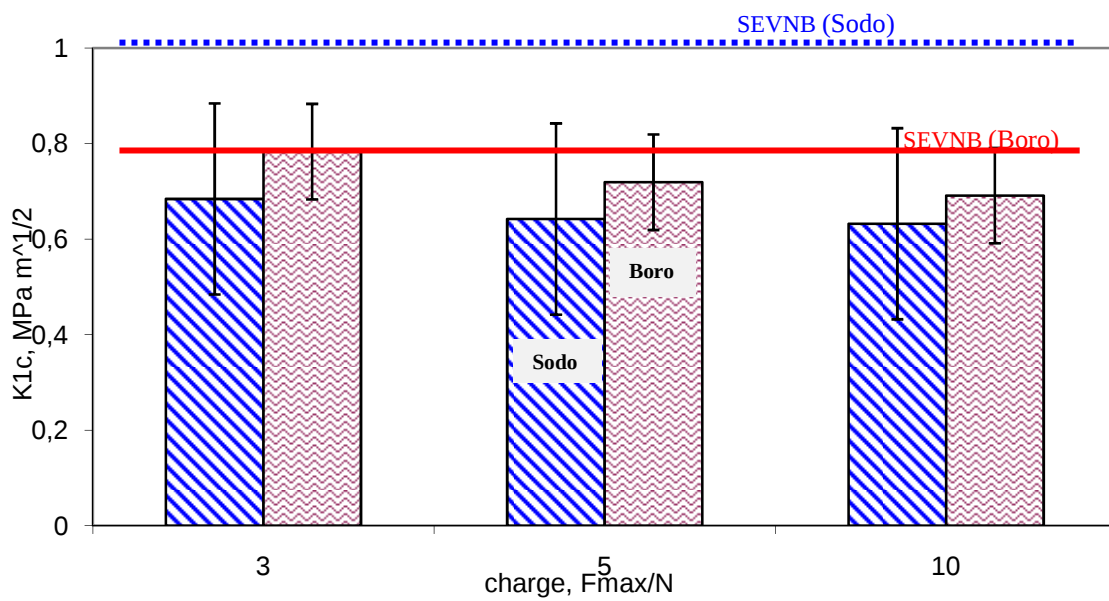


Figure III.33: Ténacité des deux verres en fonction de la charge d'indentation, temps de maintien =30s

III.3.3- Etude comparative entre méthode conventionnelles et la technique d'indentation instrumentée :

Sur la figure III.34, nous présentons la variation du module élastique des deux nuances de verre en fonction de la charge d'indentation. Le module élastique du verre sodocalcique est supérieur à celui du verre borosilicate. La différence qui se trouve entre les valeurs du module élastique, mesurées par indentation et celles mesurées par la méthode de résonance, augmente à mesure que la charge augmente. En comparant les valeurs du module élastique mesurées par les deux méthodes, on peut remarquer que les résultats trouvés par la méthode de résonance qui sont en fait la moyenne de deux directions sont éparpillés dans un intervalle de 0.6 % pour le sodocalcique et de 1 % pour le borosilicate. La reproductibilité est meilleure pour cette méthode relativement à la méthode d'indentation qui donne des résultats avec un facteur de dispersion de 3 %. Néanmoins, les valeurs du module, mesurées par indentation, restent acceptables si on considère que E_{IT} (mesuré par indentation) se base sur des mesures localisées et qui sont extrêmement sensibles aux défauts locaux (état de surface, microfissures). Tous ces phénomènes peuvent, de manière significative, affecter les courbes d'indentation contrairement, aux valeurs mesurées par la méthode de résonance qui sont moins sensibles aux défauts microstructuraux [112].

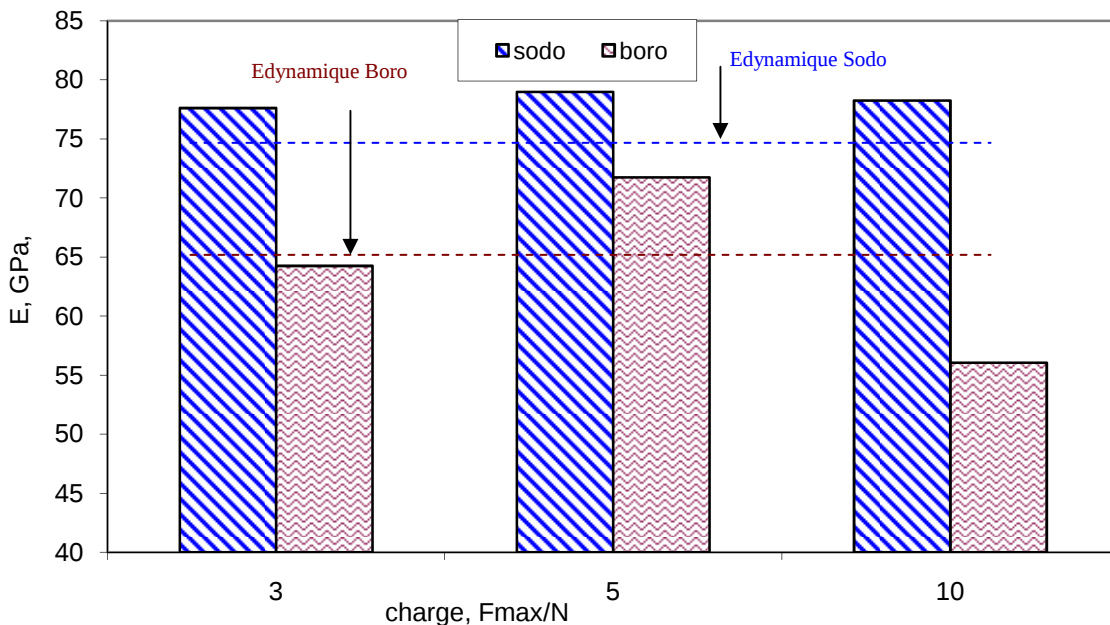


Figure III.34 : Histogramme comparative entre les valeurs du module élastique des deux nuances mesurées par procédés conventionnels et indentation instrumentées

Nous remarquons sur la figure III.35 que la dureté mesurée par indentation instrumentée est supérieure à celle mesurée par les méthodes conventionnelles.

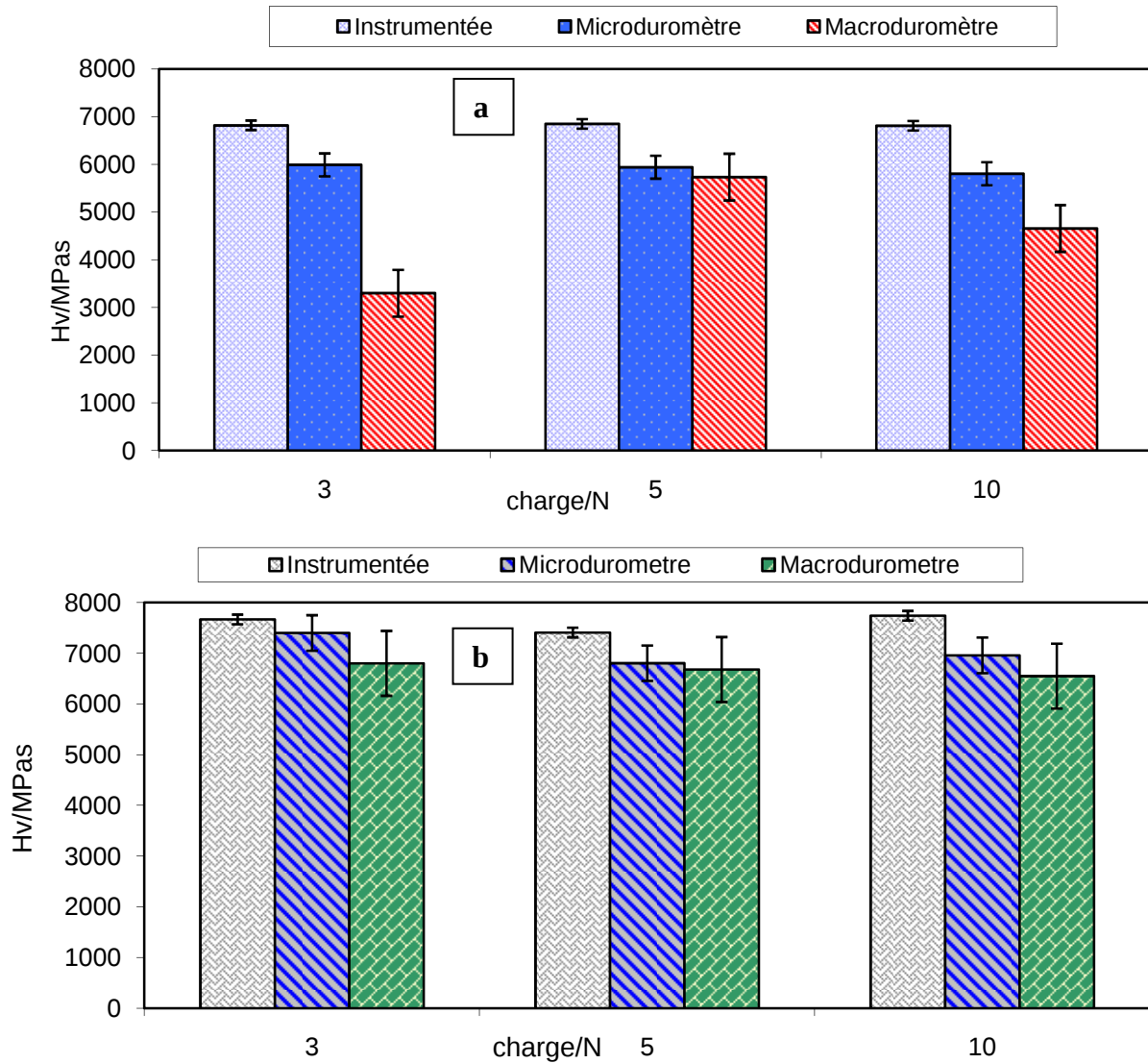


Figure.III.35 : Histogramme comparative de la dureté vickers mesurée par méthodes conventionnelles et par indentation instrumentées a-Sodocalcique, b-Borosilicate

La différence existante entre la dureté trouvée par la micro indentation instrumentée et celle trouvée par les procédés conventionnels est causée par le rétablissement élastique qui se produit lors du déchargement. Dans le cas de la méthode conventionnelle, la micro dureté est déterminée à partir des empreintes finales, c'est-à-dire après le déchargement total alors que les mesures de l'indentation instrumentée sont faites sur des empreintes qui ne sont pas à l'équilibre [112]. Si on calcule le rapport H/E qui caractérise l'effet de rétrécissement [1, 41], on trouve que le rétablissement élastique est plus important pour le verre borosilicaté que pour le verre sodocalcique respectivement 0.101 et 0.07.

Synthèse des résultats trouvés par la nano et micro indentation

Les essais de nano indentation :

La comparaison faite entre la méthode d'O&P, avec celles basées sur les énergies d'indentation, pour la détermination de la dureté et le module élastique des deux verres (sodocalcique et borosilicaté P2) a révélé les observations suivantes :

- L'évaluation qualitative des propriétés H_{IT} et E_r obtenues par la méthode d'O&P repose sur l'étalonnage effectué pour corriger les différentes sources d'erreur. La complaisance du mécanisme de chargement a une influence importante sur les propriétés évaluées. Sa mise en œuvre dans l'analyse a été vérifiée par une approximation linéaire de la variation de la complaisance mesurée en fonction de la charge maximale d'indentation et aussi par l'étude de la constance du paramètre F_{max}/S^2 pour les grandes profondeurs de pénétration. La surface du contact A_p calibrée obtenue sur la silice vitreuse a menée à une réduction significative de l'effet ISE sur la dureté apparente aux faibles profondeurs de pénétration. Dans notre cas, les effets de la profondeur initiale de pénétration et la dérive thermique sont relativement moins importants.
- L'application des méthodes d'énergies basées sur une relation linéaire entre We/Wt et H_{IT}/E_r montre une dépendance de la constante λ sur les matériaux étudiés. Pour une valeur de $\lambda = 5,3$, les résultats obtenus par cette méthode sont proches de ceux obtenus par la méthode non linéaire proposée par Chen et Bull. la comparaison avec les valeurs de référence obtenues par des moyens conventionnels a montré que ces méthodes d'énergies ont donné des résultats acceptables pour le verre sodocalcique. Les propriétés de référence du verre borosilicaté sont assez proches de celles obtenues par la méthode d'O&P.

Les essais de micro indentation instrumentée :

Il est possible d'améliorer la précision et la fiabilité de la méthode de la micro indentation instrumentée en employant un ensemble de conditions expérimentales bien adaptées, à l'étude de la fragilité des matériaux tel que le verre, dans la gamme des micro-charges où il faut également prendre en compte l'effet de la complaisance du montage.

En comparant la déformation des deux verres, pendant la micro indentation instrumentée, on a constaté que leurs comportements qualitatifs sont identiques alors que quantitativement leurs caractéristiques mesurées sont différentes.

En comparant les résultats trouvés avec ceux trouvés avec les méthodes conventionnelles, nous avons constaté que l'utilisation de la micro indentation instrumentée pour les verres étudiés est

possible et peut donner des résultats satisfaisants pour la dureté et le module élastique des verres (sodocalcique et borosilicaté P1) en fonction de la charge appliquée et du temps de maintien à la charge maximale, en respectant certaines conditions telles que:

- * Les échantillons doivent être rigidement maintenu afin d'empêcher les micros déplacement pendant l'indentation.
- * Afin d'éviter l'écaillage des verres, on doit travailler à des petites charges ainsi qu'avec des vitesses de chargement et de déchargement faibles.
- * La surface doit être bien propre et polie pour empêcher des endommagements extérieurs.

CHAPITRE IV

ESSAIS D'INDENTATION CYCLIQUE

IV-1- INTRODUCTION.....	89
IV.2- INDENTATION CYCLIQUE CONSTANTE.....	89
IV.2.1- Paramètres de mesure	89
IV.2.2- Résultats et discussions	90
IV.3- INDENTATION CYCLIQUE PROGRESSIVE	99
IV.3.1- Paramètres de mesure	99
IV.3.2- Résultats et discussions :	99
Synthèse des résultats sur l'indentation cyclique.....	104

IV.1- INTRODUCTION

La raison pour laquelle la fatigue cyclique, dans le cas des matériaux fragiles n'a pas été trop étudiée auparavant, c'est qu'on a largement cru qu'elle ne peut pas être un problème significatif pour cette classe de matériaux. Les causes sont dues non seulement à l'absence presque totale de plasticité dans ces matériaux mais aussi à la difficulté de la mise au point de l'essai expérimental.

Le développement de l'indentation instrumentée n'a pas seulement permis l'utilisation de petites charges de l'ordre du nano Newton et des pénétrations de l'ordre du dixième du nanomètre, elle a permis aussi de réaliser des indentations répétées dans les mêmes conditions. L'indentation cyclique est employée pour décrire la propagation lente des fissures sous des charges répétées qui sont plus petites que les charges à la rupture. Cette rupture est due à un cumul de contraintes résiduelles qui font propager les fissures par corrosion sous contraintes.

Dans ce chapitre, on a effectué deux types d'essais d'indentation multi-cycles sur les verres sodocalcique et borosilicaté P1. Ces essais consistent à effectuer des empreintes Vickers avec des charges et temps de maintien fixes durant les différents cycles d'indentation (mode constant). Le deuxième type d'essais consiste à effectuer l'indentation avec des charges et temps de maintien à la charge maximale qui augmentent d'un cycle à l'autre (mode progressif).

IV.2- INDENTATION CYCLIQUE CONSTANTE

IV.2.1- Paramètres de mesure:

Pour éviter toute interaction entre les empreintes d'indentation voisines, celles-ci ont été espacées de 2 mm.

- En premier lieu, pour les deux nuances de verres utilisées, nous avons choisi des charges d'indentation de (1 N, 2 N, 3 N, 4 N et 5N). pour chaque charge, le nombre de cycles (charge-décharge) a été varié entre un et cinq cycles. La vitesse de chargement et de déchargement est fixée à 1000 mN/min. Le temps de maintien à la charge maximale est de 5 s. La charge de contact minimale après chaque déchargement est de 200 mN. Dans un souci de reproductibilité des mesures, chaque essai a été reconduit à trois reprises.
- En deuxième lieu, des essais ont été effectués seulement sur le verre sodocalcique. Nous avons effectué des indentations répétées 15 fois et 30 fois sous une charge de 1000 mN.

IV.2.2- Résultats et discussions:

La figure IV.1 représente les courbes d'indentation charge-pénétration obtenues pour les deux nuances de verre lors de l'indentation à multi cycles avec une charge égale à 5 N.

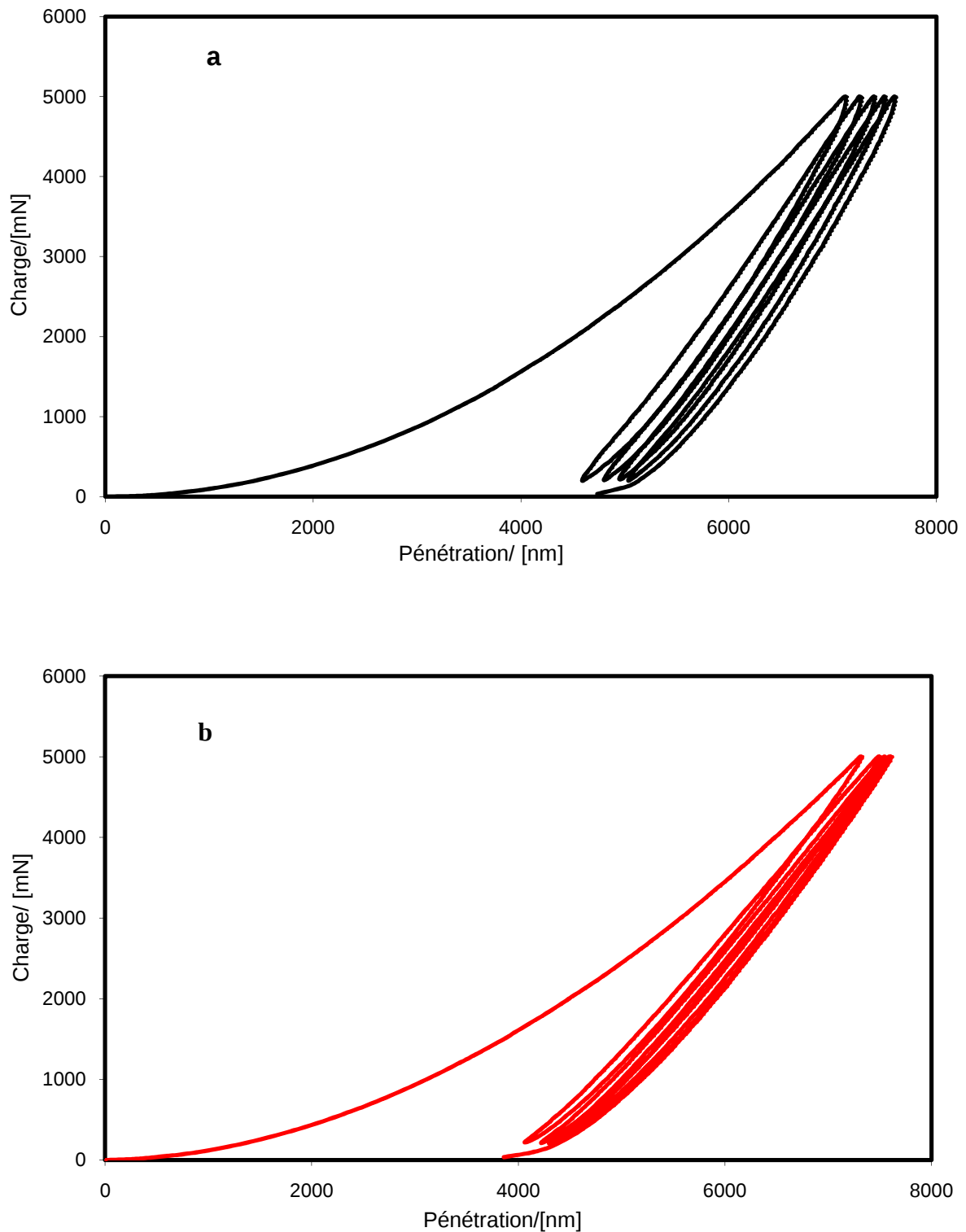


Figure IV.1 : Courbe d'indentation cyclique, a-Sodocalcique, b-Borosilicate

On constate que la déformation est plus réversible dans le cas du verre borosilicate, c'est-à-dire que l'effet d'hystérésis est moins important que dans le cas du verre sodocalcique. Les courbes charge-décharge sont plus proches les unes des autres pour le borosilicate que pour le sodocalcique. Les surfaces des boucles d'hystérésis résultantes, pendant le déchargement et le rechargement, sont des mesures de dissipation d'énergie. La forme et la taille de l'hystérésis montrent que cette dissipation est plus importante dans les verres sodocalciques. L'énergie dissipée due aux effets non élastiques durant le processus d'hystérésis peut être mesurée à partir de la surface de la boucle d'hystérésis. On remarque que cette énergie qui est plus importante pour le verre sodocalcique diminue à mesure que le nombre de cycle augmente. La pénétration permanente (déformation plastique) trouvée après le cinquième cycle d'indentation est de $3.9 \mu\text{m}$ pour le borosilicate, alors qu'elle est de $5 \mu\text{m}$ pour le verre sodocalcique. Cela conduit à un rétablissement élastique (E_r) moins important pour les verres sodocalcique que pour les verres borosilicate. (E_r est le rapport entre l'aire récupérée et l'aire totale de la courbe d'indentation charge-pénétration) [113].

Dans la figure IV.2, nous présentons la pénétration de l'indenteur dans les deux verres en fonction du temps.

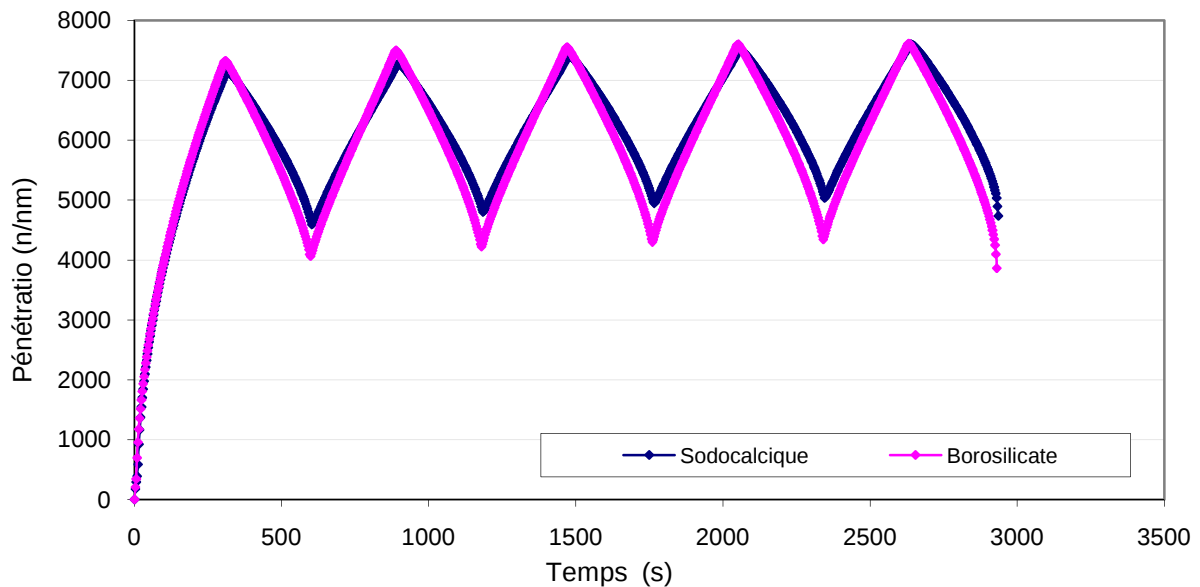


Figure IV.2: Variation de la pénétration de l'indenteur dans les deux verres en fonction du temps, charge = 5 N, nombre de cycles = 5

On remarque clairement que le rétablissement élastique du borosilicate est plus important que celui du sodocalcique. En effet, la déformation totale avant le déchargement pour chaque cycle

est plus importante pour le verre borosilicate. Par contre, la déformation finale après déchargement est moins importante pour ce verre. Nous notons aussi que malgré les conditions de mesures sont les mêmes, pour les différents cycles, il y a une augmentation de la pénétration de l'indenteur entre le 1^{er} cycle et le 5^{ème} (de l'ordre de 5%).

La dureté trouvée pour le verre sodocalcique est de 6.2 GPa, elle est moins importante que celle du borosilicate qui est de 7.27 GPa. Ces valeurs correspondent aux mesures prises après le premier cycle d'indentation. Ces duretés diminuent lorsque le nombre de cycles d'indentation augmente (figure IV.3). Ceci est du probablement à la déformation permanente qui se développe dans les deux nuances à mesure que le nombre de cycles croît, ce qui génère un cumul des contraintes résiduelles. Cette tendance n'a pas été observée dans d'autres études quand on dépasse les trois premiers cycles [28].

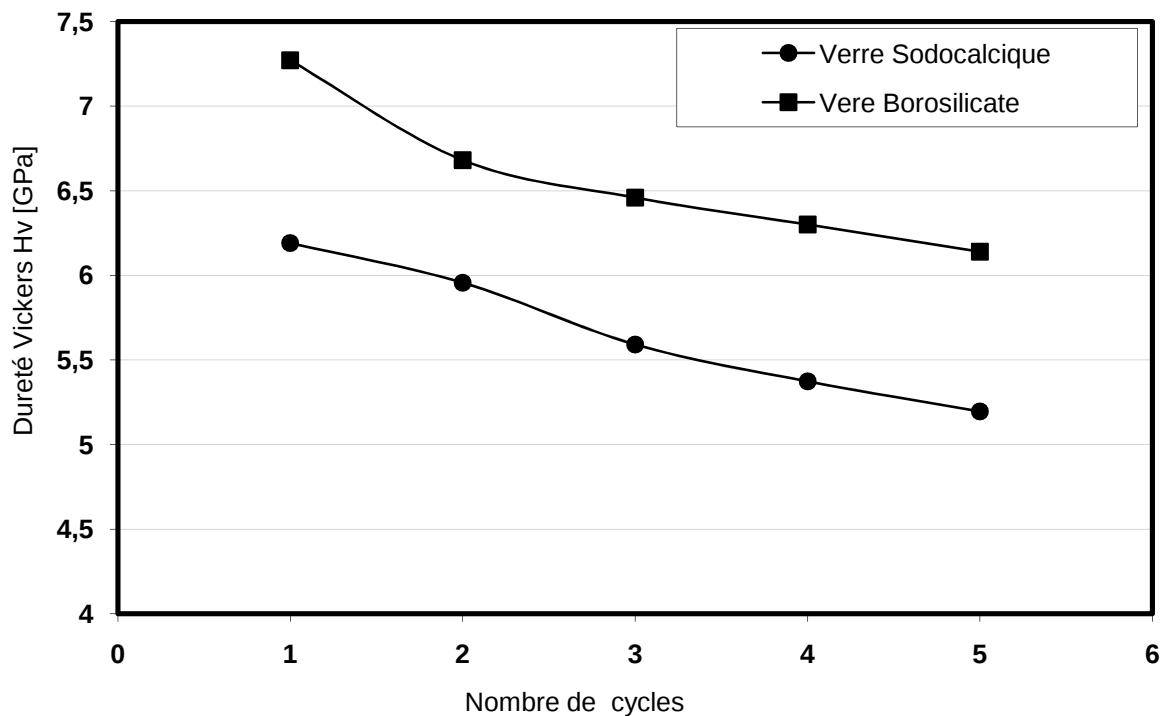


Figure IV.3 : Variation de la dureté Vickers en fonction du nombre de cycles pour une charge d'indentation = 5 N

Nous remarquons sur la figure IV.4 que, pour les paramètres de mesures choisis, il ya une diminution du module élastique en fonction du nombre de cycles. Cette diminution est plus prononcée pour le verre sodocalcique que pour le verre borosilicate. Pour ce dernier verre, le module élastique se stabilise à partir du deuxième cycle d'indentation. Ce comportement est une conséquence directe de l'effet d'hystérésis qui fait que dans la zone d'indentation le verre sodocalcique perd de sa rigidité.

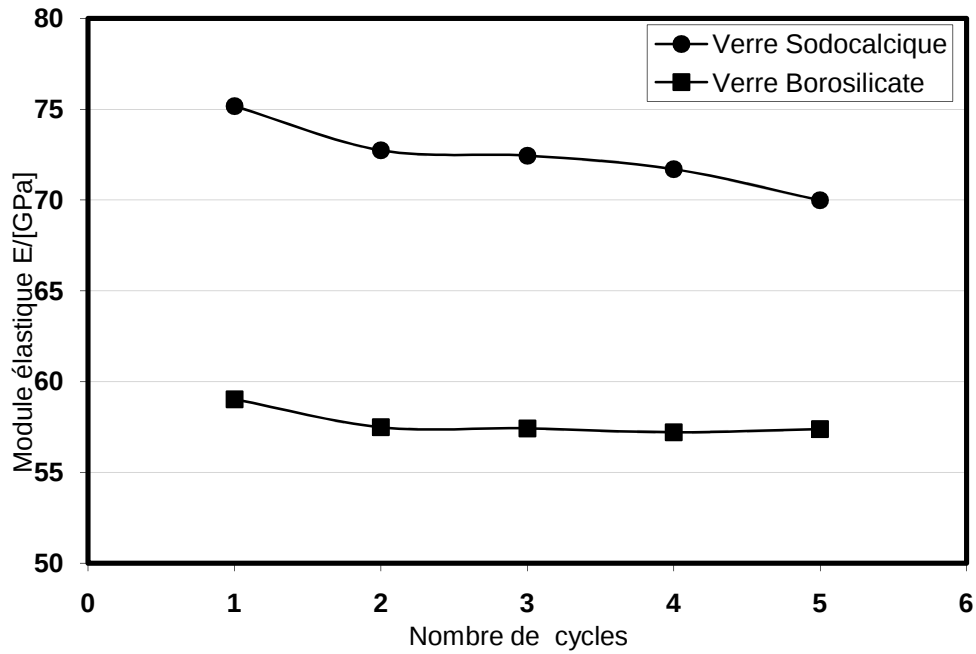


Figure IV.4: Variation du module élastique en fonction du nombre de cycles, Charge d'indentation = 5N

D'après la figure IV.5, représentant l'évolution des fissures radiales en fonction de la charge et du nombre de cycles d'indentation.

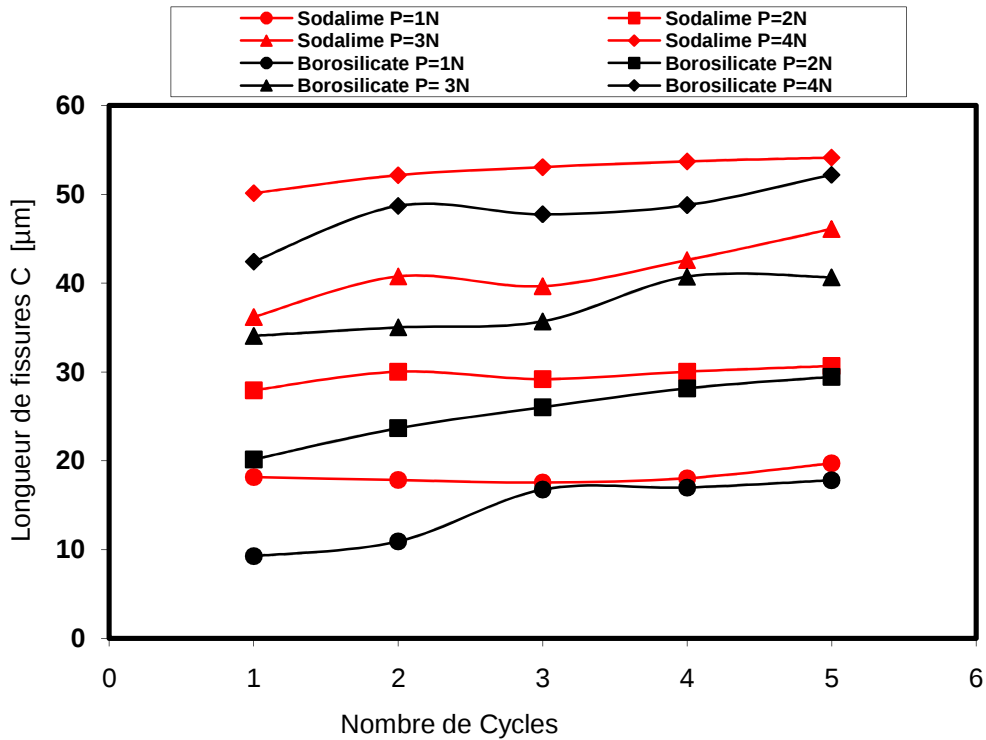


Figure IV.5 : Evolution de la longueur des fissures C en fonction du Nombre de cycles et de la charge

La différence de fissuration entre les deux verres s'explique par la différence de ténacité et par l'état des contraintes résiduelles qui sont plus intenses dans le verre sodocalcique. Il apparaît nettement, pour les deux verres, que la fissuration radiale est plus importante lorsque le nombre de cycles augmente. Le même phénomène est observé lorsque la charge d'indentation croît [114].

Pour les deux verres, la ténacité a été calculée pour les charges (1 N, 2 N, 3 N) en utilisant la formule de Anstis et al. [19]. Les résultats sont rassemblés sur la figure IV.6.

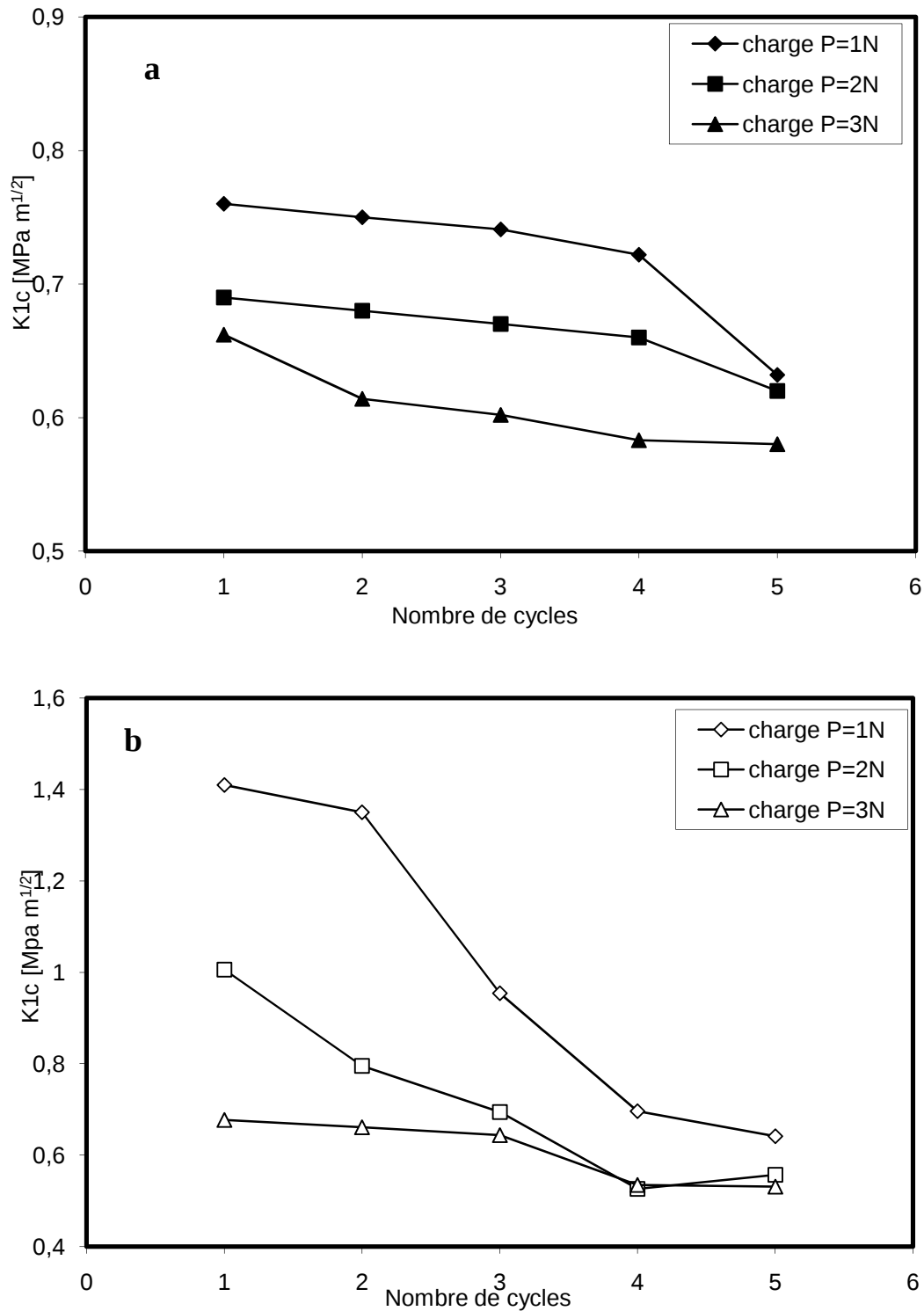


Figure IV.6: Variation de la ténacité en fonction du Nombre de cycles
a-Verre Sodocalcique, b-Verre Borosilicate

Les valeurs trouvées sont légèrement inférieures à celles mesurées communément par les méthodes conventionnelles (SEVNB). Les courbes de la figure IV.6 montrent que la ténacité diminue au fur et à mesure que la charge d'indentation et le nombre des cycles augmentent. Ce résultat est une conséquence directe de la taille des fissures qui croissent lorsque les contraintes résiduelles d'indentation sont plus importantes [114].

L'évaluation de la fragilité est très importante pour déterminer le mode de façonnage et le domaine d'utilisation des verres. Le facteur de fragilité B , défini comme étant le rapport entre la dureté et la ténacité, est donné par la relation ci-dessous, proposée par Lawn et Marshall [115].

$$B = \frac{H}{Kc} \quad (IV.1)$$

Le verre sodocalcique présente un facteur $B = 9,980 \mu\text{m}^{-1/2}$ pour la première indentation de 5 N et augmente jusqu'à $10.642 \mu\text{m}^{-1/2}$ pour une indentation à cinq cycles pour la même charge. Par contre, le facteur de fragilité est plus important pour le verre borosilicate. Pour une indentation de 5 N, il varie de $B = 10.492 \mu\text{m}^{-1/2}$ pour un cycle unique jusqu'à $11.24 \mu\text{m}^{-1/2}$ pour une indentation à cinq cycles. La diminution de la fragilité des deux verres est liée beaucoup plus à la variation de la ténacité qu'à celle de la dureté qui présente une diminution moins marquée. Cette fragilité accentuée du borosilicate a conduit à la faible valeur de la ténacité et à plus d'écaillage lorsque le nombre de cycles est important ou lorsque la charge d'indentation est élevée. Ceci n'est pas en contradiction avec le fait que dans le verre la fragilité diminue quand le pourcentage des cations modificateurs décroît à la faveur de la silice [107].

Dans le but de clarifier l'influence de l'indentation cyclique sur la fatigue mécanique des verres, nous avons poussé les essais vers une gamme de cycles plus importante, pour une charge fixe égale à 1 N. Nous avons effectuée plusieurs expériences sur le verre sodocalcique avec des indentations répétées 15 fois et 30 fois sur la même empreinte. En examinant les figures IV.7 et IV.8 faites sur le verre sodocalcique avec un nombre de cycles respectivement de 15 cycles et 30 cycles, nous remarquons que l'effet d'hystérésis pour la charge choisie est moins important que celui remarqué sur nos précédents essais et que la pénétration après déchargement finale, augmente à mesure que le nombre de cycles augmente. Elle est de l'ordre de $2.1 \mu\text{m}$ pour l'essai à 15 cycle et de l'ordre de $2.6 \mu\text{m}$ pour celui à 30 cycles.

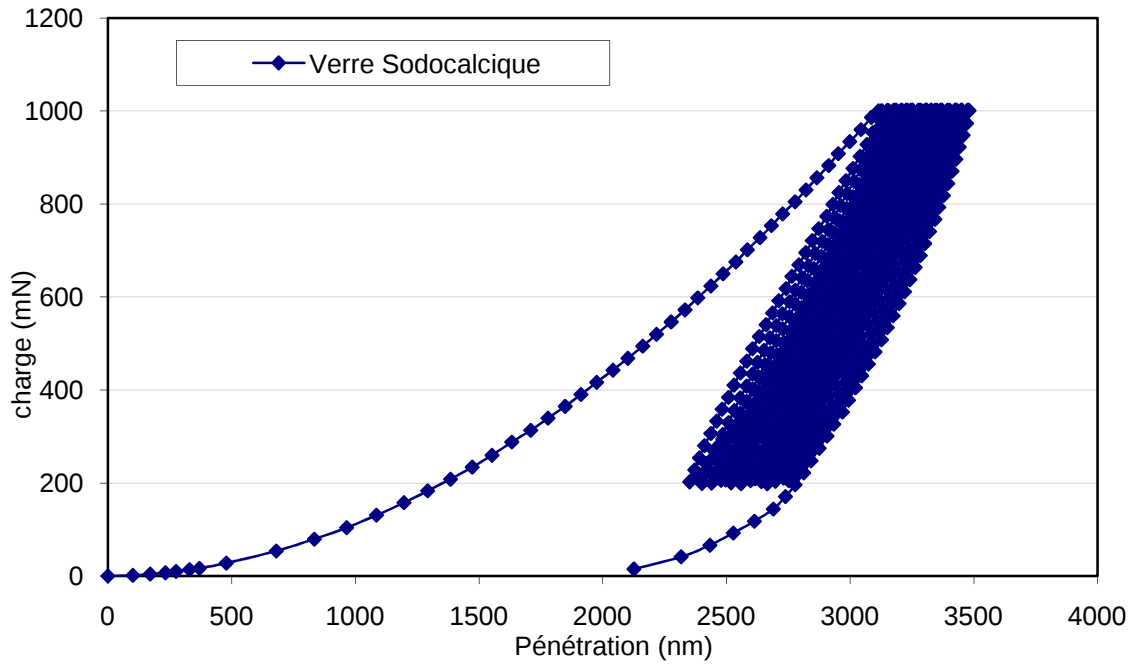


Figure IV.7: Courbe d'indentation cyclique du verre sodocalcique, nombre de cycles = 15, charge = 1N

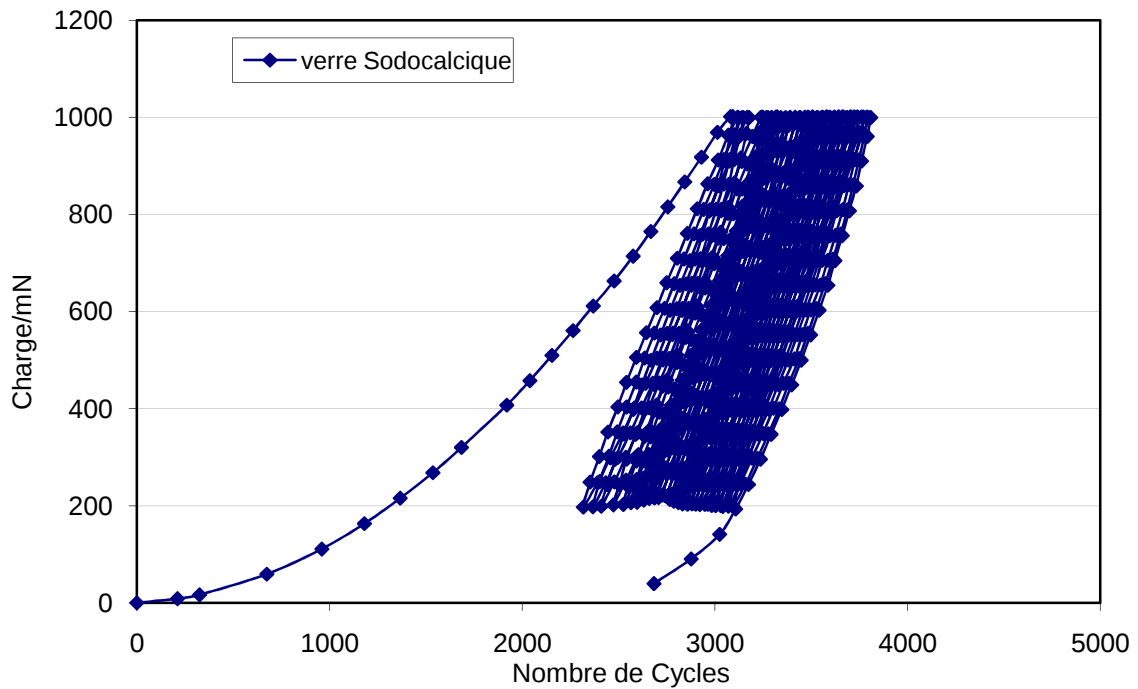


Figure IV.8 : Courbe d'indentation cyclique du verre sodocalcique, nombre de cycles=30, charge=1N

Les figures IV.9 et IV.10 représentent l'évolution de la pénétration de l'indenteur dans le verre sodocalcique en fonction du temps d'indentation. La déformation totale du matériau

augmente avec le nombre de cycles. Pour l'essai à 15 cycles, nous remarquons que la déformation entre le 1^{er} cycle est le dernier cycle atteint 11 % alors que pour le 2^{eme} essai de 30 cycles, cette augmentation peut atteindre 20 %. Pour la déformation finale après déchargement à 20 % de la charge maximale, nous notons que la déformation augmente de 15 % pour l'essai à 15 cycles et de 25 % pour l'essai à 30 cycles.

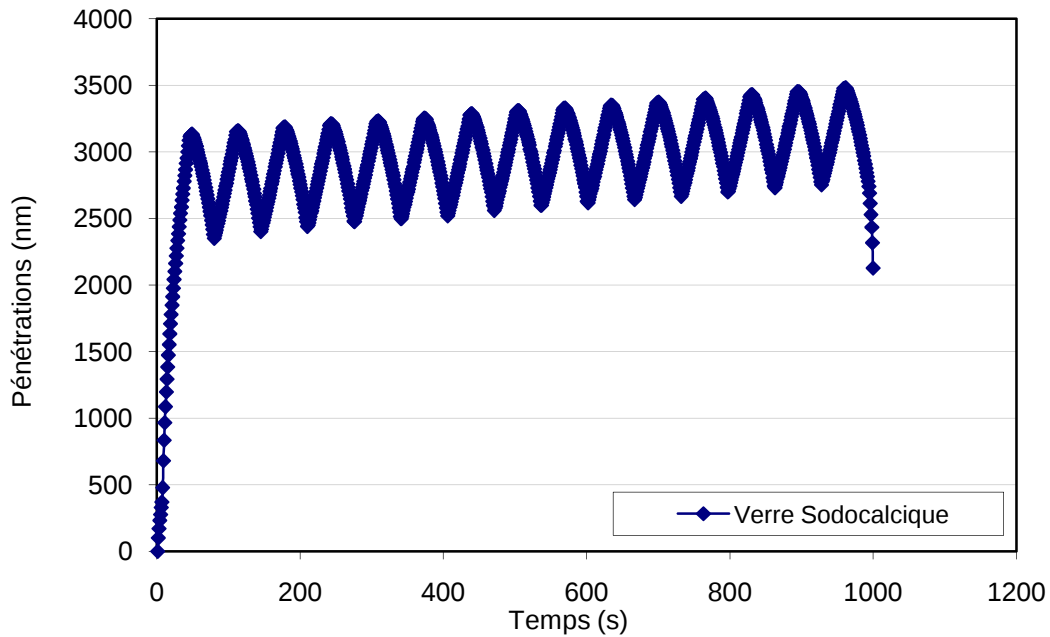


Figure IV.9 : Evolution de la pénétration en fonction du temps d'indentation, Nombre de cycles=15, Charge=1N

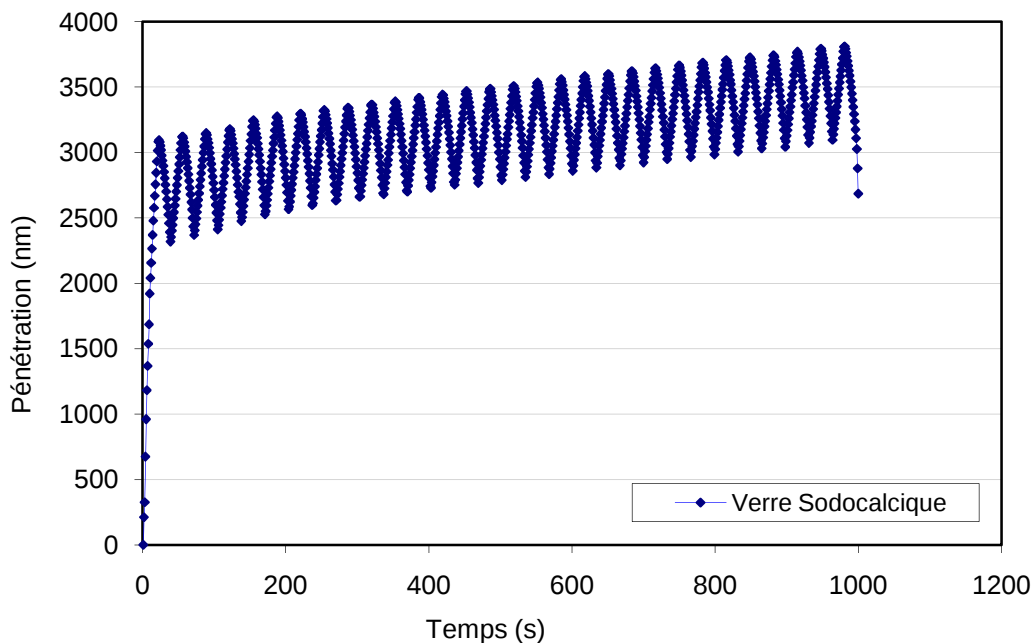


Figure IV.10 : Evolution de la pénétration en fonction du temps d'indentation, Nombre de cycles = 30, Charge = 1N

La figure IV.11 représente la variation de la dureté Vickers en fonction du nombre de cycles. Nous remarquons que la dureté diminue avec l'augmentation du nombre de cycles avant de se stabiliser à partir du 20^{ème} cycle. Pour le verre sodocalcique, cette diminution est de l'ordre de 35 % selon les paramètres de mesures choisis. Sur la figure IV.12, présentant la variation de la dureté universelle en fonction du nombre de cycles, nous remarquons que la dureté universelle diminue de 35 % à mesure que le nombre de cycles augmente.

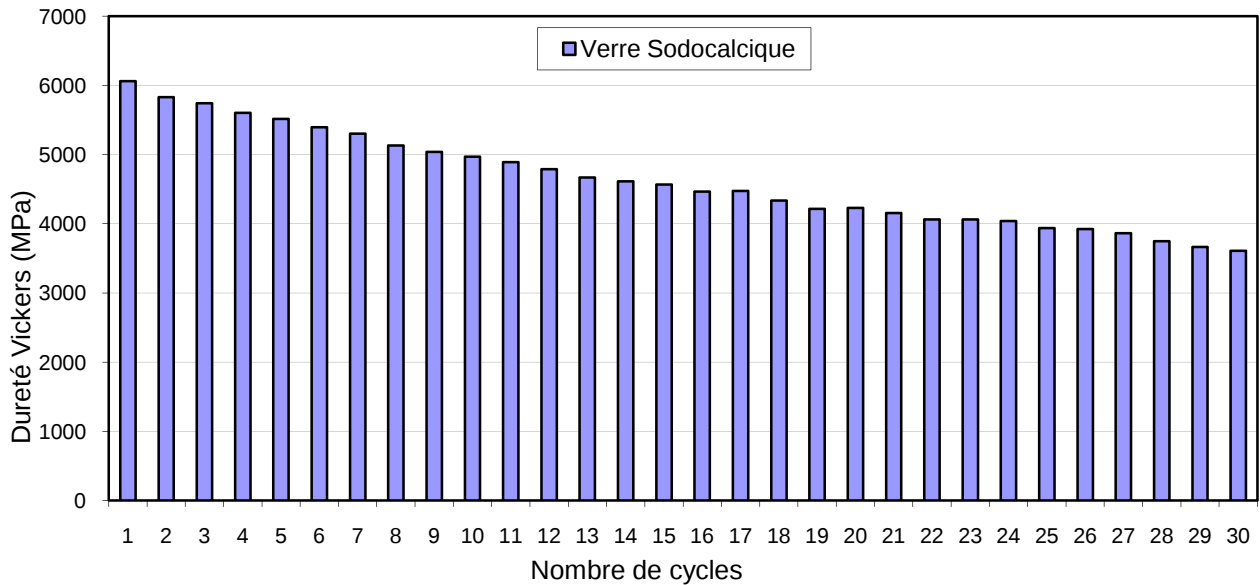


Figure IV.11 : Evolution de la dureté Vickers en fonction du nombre de cycles, Charge=1N

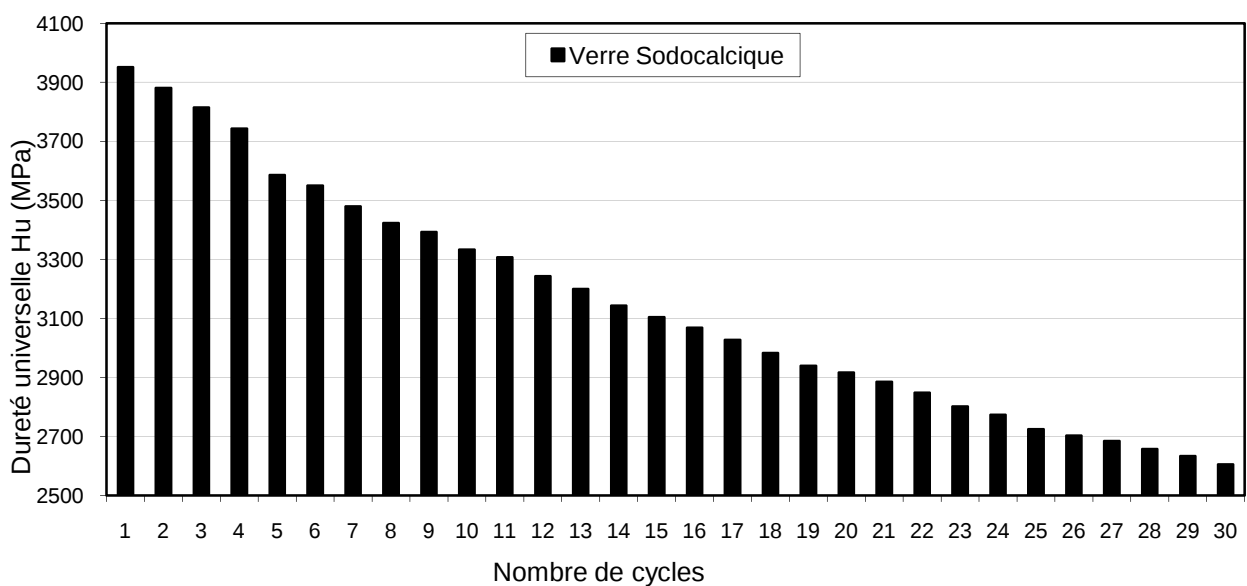


Figure IV.12: Evolution de la dureté universelle Hu en fonction du nombre de cycles, Charge = 1N

IV.3- INDENTATION CYCLIQUE PROGRESSIVE

IV.3.1- Paramètres de mesure :

Pour ce type d'expériences, les indentations sont effectuées sous des charges et des temps de maintien qui progressent graduellement (d'un cycle à un autre) jusqu'à une valeur maximale prédéfinie. Le déchargement de l'indenteur se fait jusqu'à une charge minimale réglée à 100 mN. Lors des indentations, la vitesse de chargement et de déchargement est fixée à 2000 mN/min, alors que la charge initiale de contact est de 20 mN. Nous avons réalisé des tests jusqu'à 6 cycles sur le verre sodocalcique. Dans un souci de reproductibilité des mesures, chaque essai a été reconduit à trois reprises. Les différentes expériences ont été menées comme suit:

- **Première série de mesures (Profil 1):** Pour ce type d'essais, appelé multi cycles progressifs, le chargement est linéaire, la charge est augmentée progressivement de 2 N pour le premier cycle d'indentation à 10N pour le sixième cycle. Le temps de maintien à la charge maximale est fixé à 30 s.

- **Deuxième série de mesures :** Pour ce cas, le profil d'indentation multi-cycles est défini comme suit :

- * **Profil 2:** Nous avons fait varier le temps de maintien à la charge maximale de 4 s pour le premier cycle jusqu'à 30 s pour le dernier cycle alors que la charge maximale d'indentation a été augmentée de 2 N à 10 N (avec un pas de 2 N).

- * **Profil 3 :** Nous avons fixé la charge maximale d'indentation à 10 N et nous avons fait varier le temps de maintien à la charge maximale de 4 s pour le premier cycle jusqu'à 30 s pour le dernier cycle.

IV.3.2- Résultats et discussions:

Les résultats des différents tests, effectués selon les trois différents profils sont représentés sur les figures IV.13, IV.14 et IV.15. Pour les trois courbes expérimentales, on remarque que le comportement du verre sodocalcique n'est pas réversible entre les demis cycles de chargement et de déchargement, c'est à dire le verre présente un comportement élasto-plastique. La dissipation d'énergie observée, entre le déchargement et le rechargement, pour les différents cycles d'indentation est causée par l'écoulement visqueux, cette dissipation d'énergie augmente nettement avec la charge d'indentation, chose qu'on peut distinguer sur les boucles d'hystérésis présentées sur les deux première figures (forme en dents de scie). Cette constatation est moindre sur la figure IV.15, ce qui laisse supposer que la déformation, lors du profil multi cycles à charge constante, est plus réversible que lorsque la charge progresse d'un cycle à l'autre, et que

l'influence du temps de maintien à la charge maximale est pratiquement négligeable. La déformation permanente est pratiquement la même pour les trois profils d'indentation puisque la charge maximale d'indentation pour le dernier cycle est la même et égale à 10 N.

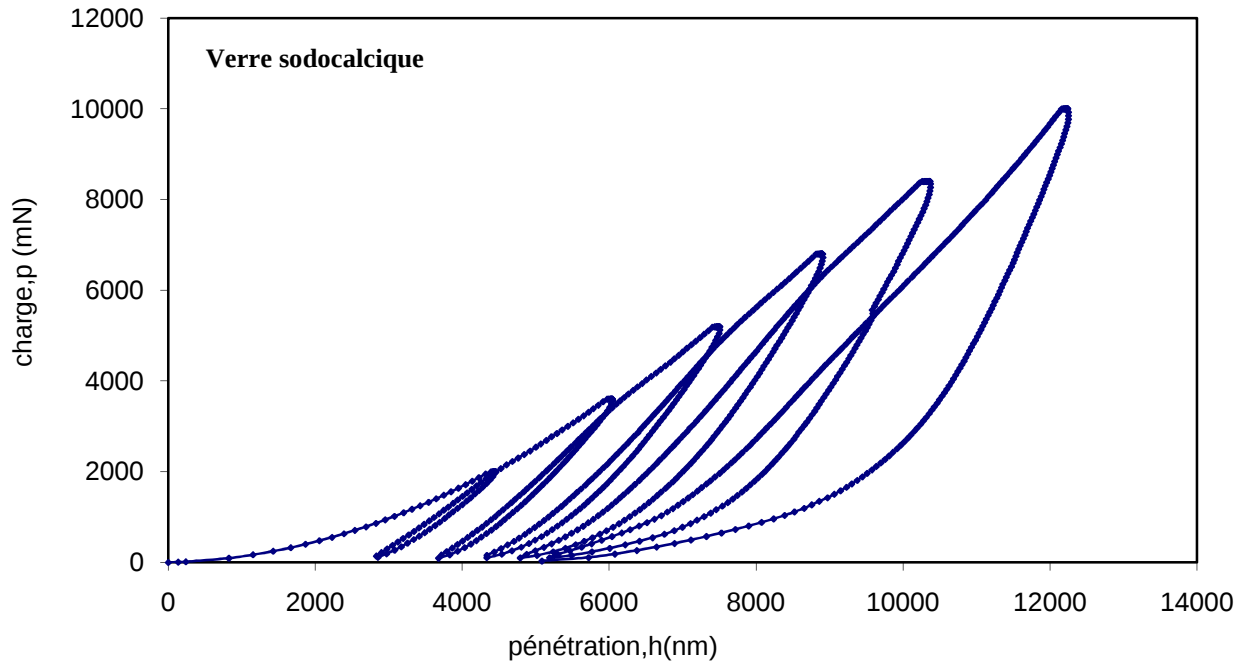


Figure IV.13 : Courbe d'indentation multi cycle à charge progressive, temps de maintien =30s (Profil 1)

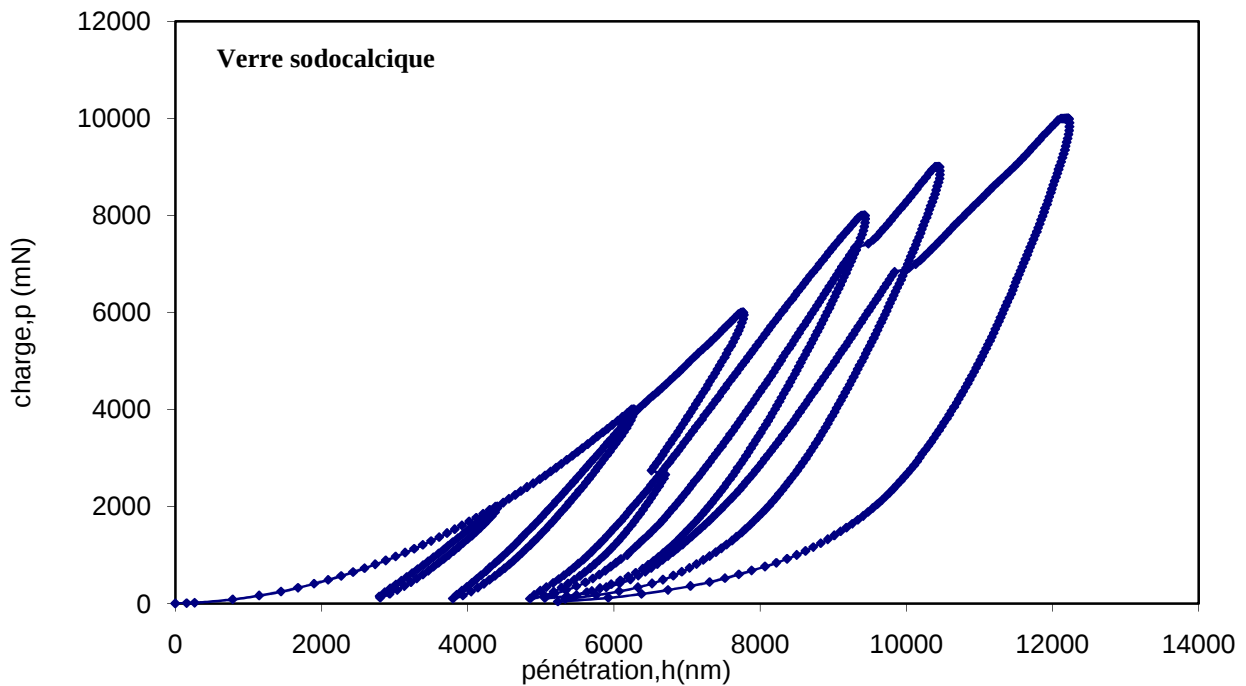


Figure IV.14: Courbe d'indentation multi cycles à charge et temps de maintien progressifs (Profil 2)

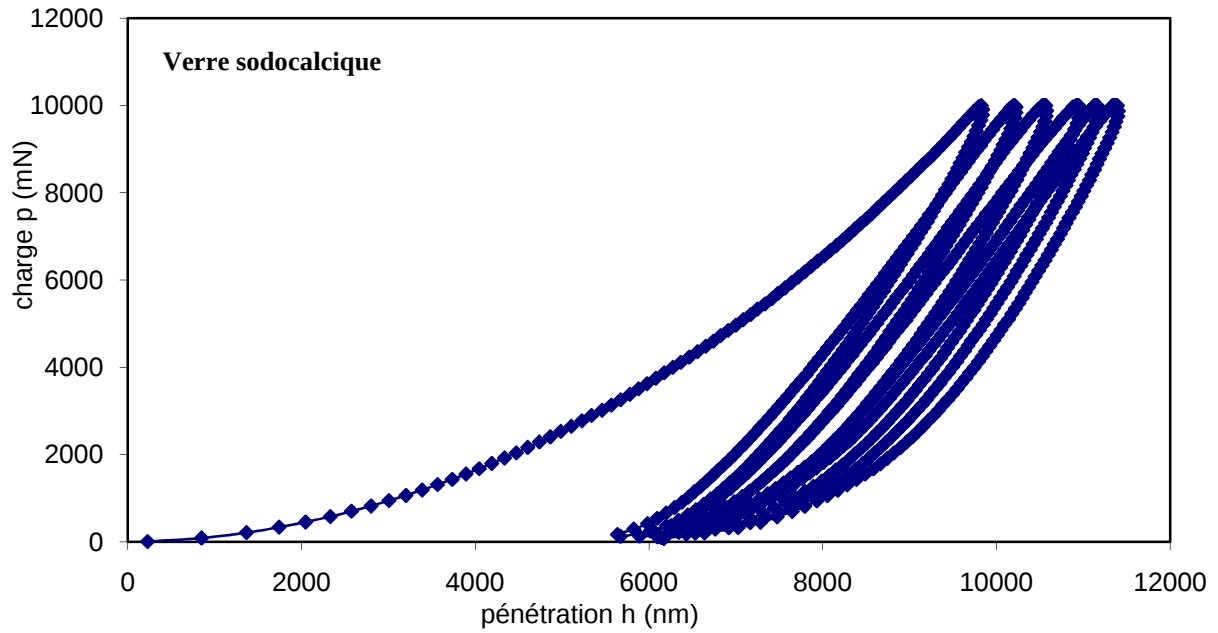


Figure IV.15: Courbe d'indentation multi cycle à charge constante et à temps de maintien progressif (Profil 3)

L'évolution de la pénétration de l'indenteur dans le verre en fonction du temps d'indentation est présentée dans la figure IV.16. Nous constatons qu'il y a un décalage limité entre la pénétration des deux profils. Ce qui montre une fois de plus que l'influence du fluage est négligeable.

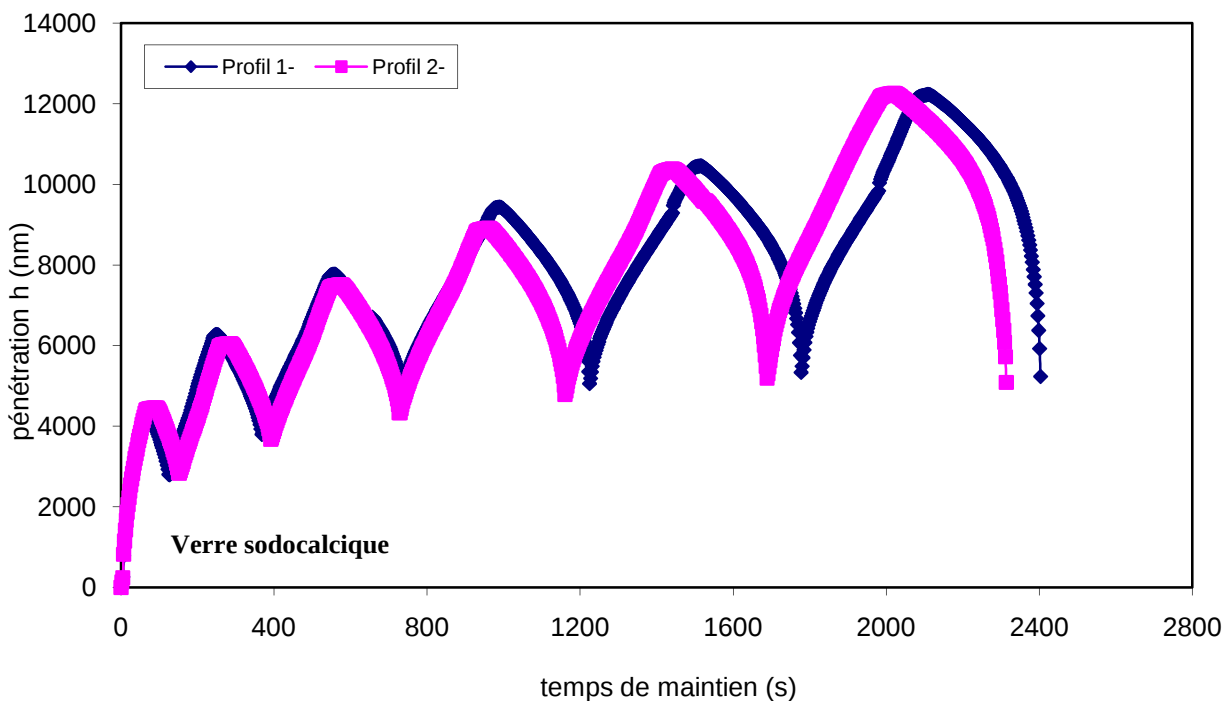


Figure IV.16 : Evolution de la pénétration en fonction du temps de l'indentation

Sur la figure IV.17, représentant la dureté Vickers en fonction du nombre de cycle, nous remarquons qu'elle diminue considérablement lors de l'indentation cyclique progressive à mesure

que le nombre de cycle augmente. Cette diminution est moins importante lors des essais à multi cycles constant, est plus considérable pour le profil 2.

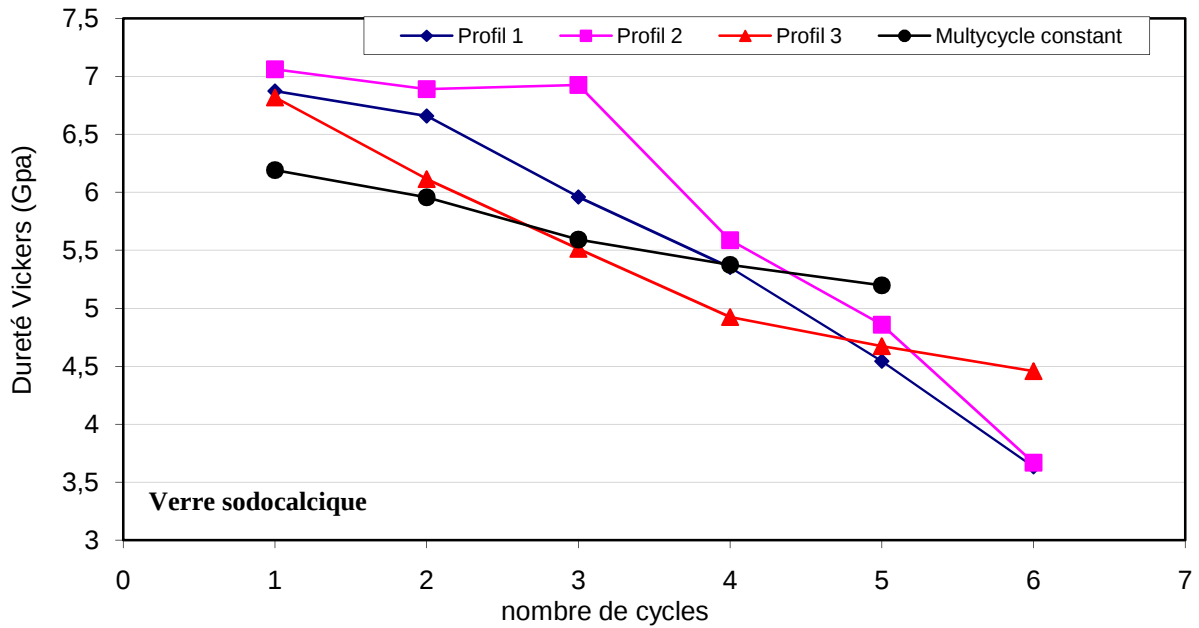


Figure IV.17 : Variation de la dureté Vickers en fonction du nombre de cycles et du profil d'indentation

Sur les courbes d'indentation cycliques, on remarque que la pente de déchargement change légèrement avec le nombre de cycles. Cela prouve que le matériau perd de sa rigidité. Ce qui est traduit, sur la figure IV.18, par la diminution du module élastique en fonction du nombre de cycles d'indentation. On remarque que cette diminution est plus importante dans le cas du 1^{er} profil (8 %) Par rapport au cas du multi cycles constant (6%).

Sur la figure IV.19, nous notons que la dureté universelle H_u décroît en fonction du nombre de cycles pour les trois profils étudiés ainsi que pour le cas de l'indentation à multi cycles constant. Cette dégradation est plus importante dans le cas des profils de mesure 1 et 2 car le temps d'indentation est plus important. Cela montre que la déformation totale croît en fonction du nombre de cycles même pour le cas où la charge et le temps de maintien restent constants. Les valeurs de la dureté H_u sont inférieures à celles de la dureté H_v présentées sur la figure IV. 17 car la dureté universelle est mesurée pour la déformation totale (élastique + plastique) avant le déchargement.

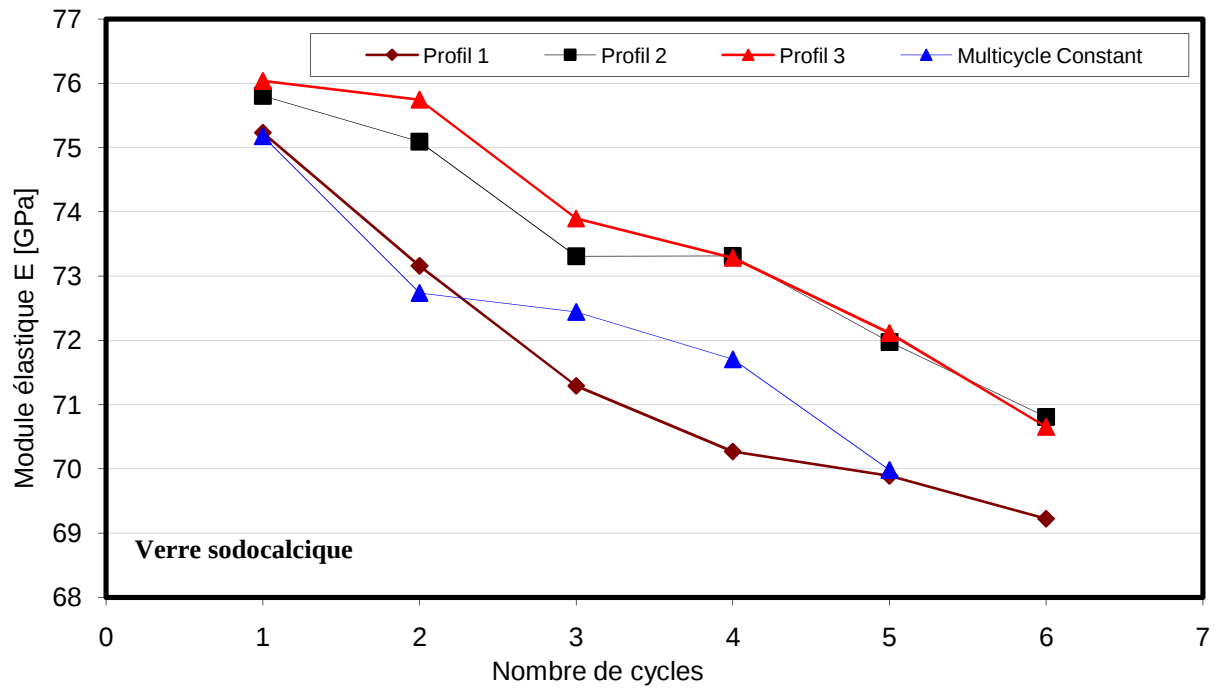


Figure IV.18 : Variation du module élastique en fonction du nombre de cycles et du profil d'indentation

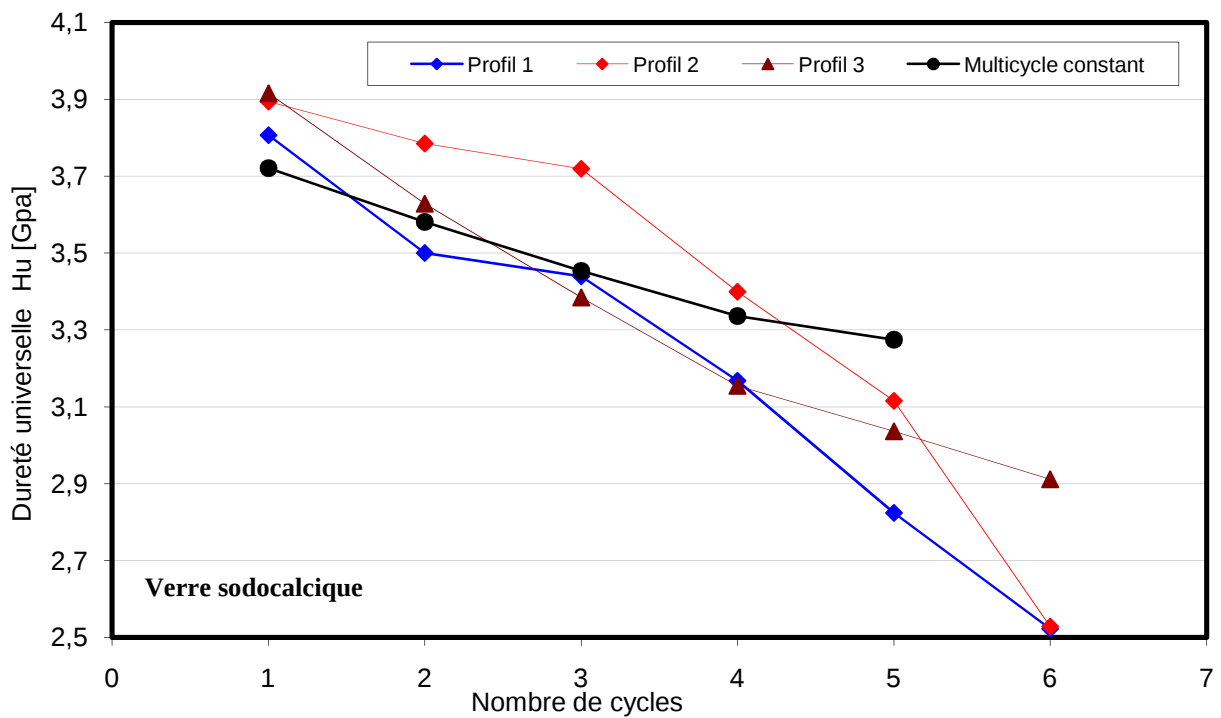


Figure IV.19 : Variation de la dureté universelle en fonction du nombre de cycles et du profil d'indentation

Synthèse des résultats de l'indentation cyclique :

Les indentations cycliques effectuées sur les deux verres (sodocalcique et borosilicate) ont conduit à la synthèse suivante:

- Les premiers sont des essais d'indentation cyclique constante où la charge d'indentation et le temps de maintien reste constant à mesure que le nombre de cycles d'indentation augmente. Pour les paramètres de mesure choisis, nous constatons que les résultats des propriétés mécaniques obtenues pendant les indentations répétées, montre un comportement qualitatif semblable pour les verres sodocalcique et borosilicate. L'évaluation de la dureté est clairement influencée par l'effet d'hystérésis existant sur les courbes d'indentation. Il est donc important d'essayer de réduire l'effet d'hystérésis, en employant un temps de maintien plus long à la charge maximale et éviter les cycles pointus.

On constate aussi que la ténacité des deux verres est influencée par l'indentation répétée. Elle diminue à mesure que le nombre de cycles augmente. Ceci est causé probablement par l'effet des contraintes résiduelles autour de l'empreinte d'indentation sur la propagation des fissures radiales. Nous avons vu aussi l'efficacité de la méthode pour la détermination de la fragilité des verres et comment on suit l'évolution de celle-ci en fonction du nombre de cycles d'indentation.

- les deuxièmes essais sont des essais d'indentation cyclique à charge progressifs dans lesquels on a constaté que la déformation du verre sodocalcique est plus sensible à la progression de la charge après chaque cycle qu'à celle du temps de maintien à la charge maximale. Cela se remarque à travers la réversibilité lors du cycle charge – décharge, ainsi qu'à travers la diminution de la dureté et du module élastique qui est plus influencée par la variation de la charge que le temps de maintien. Ce qui nous permet de dire que l'effet du fluage reste négligeable. La pénétration de l'indenteur et les dimensions de l'empreinte augmentent d'un cycle à un autre même si la charge d'indentation et le temps de maintien sont fixes, cela conduit à la diminution des duretés H_v et H_u .

CHAPITRE V

ESSAIS DE RAYAGE DES VERRES

V.1- INTRODUCTION	106
V.2- ESSAIS DE RAYAGE.....	106
V.2.1- Paramètres de mesure	106
V.2.2- Effet de la charge.....	107
V.2.3- Effett de la composition chimique des deux verres	110
V.2.4- Effet du milieu d'essai	111
Synthese des resultats de rayage	114

V.1- INTRODUCTION

La tenue en service des produits verriers dépend habituellement de leurs endommagements de surface. Ces défauts de surface sont essentiellement les rayures et les abrasions. Ainsi, l'étude du procédé de rayage par une pointe dure unique apparaît appropriée pour : **i)** comprendre, **ii)** prédire et ainsi, **iii)** prévenir l'endommagement de surface des verres.

Ce chapitre est consacré à l'étude du comportement à la rayure des verres, soit la caractérisation de la résistance au rayage et la compréhension de l'endommagement par rayage à la lumière de considérations structurales et d'une analyse mécanique.

Le but de notre étude sur le rayage des verres sont:

*Identification des endommagements.

*Compréhension et discussion des différents types d'endommagement en fonction de considérations structurales (études des verres de différentes compositions chimiques).

Les essais de rayage et d'indentation sont simples à mettre en œuvre. Cependant, ils sont fortement influencés par les conditions de frottement au contact entre l'indenteur et la surface du matériau. Le frottement apparent, lors de l'essai de rayure est défini comme étant le rapport de la force tangentielle F_t sur la force normale F_n . La première force (tangentielle) est décomposée généralement en une force adhésive, induite par le frottement local et une force de labourage, induite par la déformation du matériau.

Pour étudier l'influence de l'environnement des essais de rayage sur ce rapport de force, nous avons effectué nos mesures dans deux environnements différents (sec et humide).

V.2- ESSAIS DE RAYAGE

V.2.1- Paramètres de mesure:

Une série d'essais de rayage linéaire progressif a été effectué sur les deux nuances de verres (sodocalcique, borosilicate P1) en utilisant un indenteur Rockwell de rayon 200 μm . Pour ce type d'essais, on impose une force normale croissante (rayage progressif) qui varie de 0.3 N comme charge initiale à 20 N comme charge finale avec une vitesse de chargement et de déchargement égale à 19,7 N/min pendant que l'échantillon se déplace suivant une longueur de rayage de 5 mm selon une direction parallèle à la surface, à une vitesse constante 5 mm/min. Dans le but d'étudier l'influence du milieu d'essai sur le comportement des deux verres étudiés, des essais de rayage ont été effectués en deux milieux différents (sec, humide), l'environnement humide a été créé en mettant une goutte d'eau distillé dans la zone de contact indenteur/verre.

Cependant, l'environnement sec est réalisé par un nettoyage soigneux de la surface afin d'éliminer les traces d'eau. Au cours de l'essai, les grandeurs mesurées sont principalement la force tangentielle, le coefficient de friction apparent, la profondeur de pénétration résiduelle ainsi que la charge critique de rupture et le déplacement. Des observations du sillon résiduel et de la nature des endommagements causés par l'indenteur peuvent être faites grâce aux objectifs optiques qui sont placés sur l'appareil utilisé pour effectuer les essais de rayage (CSM).

Reste à préciser que dans un souci de reproductibilité les essais ont été reconduit 5 fois pour chaque condition de mesure. Si un essai donne des résultats éloignés de la moyenne, il sera écarté puis refait.

V.2.2- Effet de la charge:

Pendant les essais d'indentations Vickers, l'importance des fissures dépend fortement de la charge appliquée. Celles-ci peuvent apparaître durant le chargement ou le déchargement [38]. Pendant les essais de rayage effectués en charge progressive sur les deux types de verre, trois régimes différents d'endommagement ont été typiquement observés:

i) Régime micro-ductile I : Caractérisant le début du rayage dans lequel il y a création de sillons permanent sans endommagements visible. L'observation optique a révélé seulement la présence de rayures résiduelles plastiques (labourage plastique) (figure V.1a).

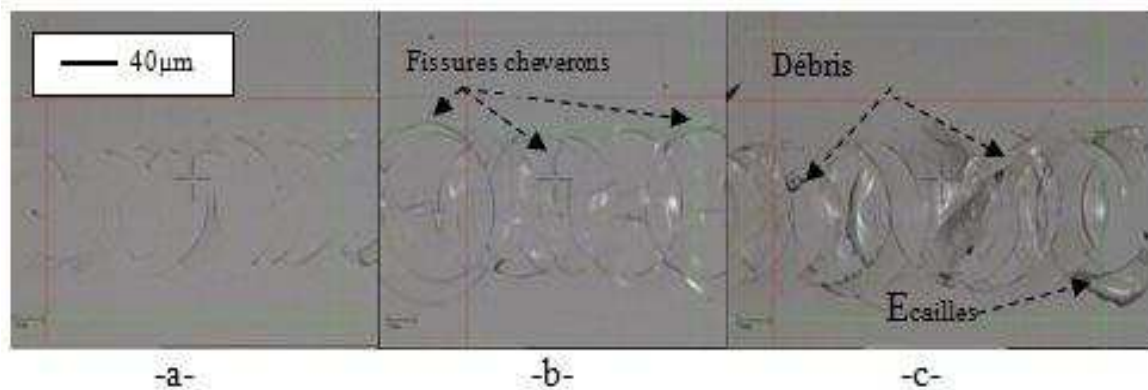


Figure V.1 : Observation optique du rayage de verre Sodocalcique
a- Régime micro-ductile I, b-Régime de fissuration II, c-Régime micro-abrasif III

ii) Régime fragile II : Quand la charge normale atteint la charge critique d'initiation des fissures F_{CII} , la première fissure circulaire (anneaux fermés) est formée à l'arrière de la zone de contact sur l'axe de la rayure. L'observation optique a montré des endommagements importants sous forme de fissures latérales atteignant la surface et de fissures radiales (fissures cheverons) [100,107], (figure V.1b).

iii) Régime micro abrasif III : Quant la charge normale atteint une certaine charge appelée charge critique de rupture $F_{CIV/III}$, la déformation de la rayure passe d'un régime d'endommagement fragile au régime micro-abrasif qui est caractérisé par la présence de nombreux débris et de petites fissures latérales débouchantes (écaillage), (figure V. 1c).

La rupture ou l'écaillage de la surface du verre génère une émission acoustique avec une amplitude élevée produite par le dégagement brutal de l'énergie élastique stockée. Le système de mesure enregistre l'émission acoustique (EA) associée à la fissuration, ce qui permet la détermination avec une manière fiable les points correspondants à la rupture du matériau.

Sur la figure V.2, tracée pour le verre sodocalcique, nous remarquons qu'il y a une augmentation brusque de l'émission acoustique pour une charge $F_{CI/II}$ égale à 5,34 N indiquant ainsi le début de la rupture du verre et le passage au régime fragile II. Nous pouvons également déterminer la valeur de la charge critique par la visualisation microscopique de la rayure, en déterminant la position des premières fissures radiales et la charge qui leurs correspond. En effet, les endommagements tendent à être plus importants avec la progression de la charge normale appliquée, à la charge $F_{CIV/III} = 9,51$ N nous constatons que l'émission acoustique est au maximale (99,5%) ce qui indique la rupture complète de la surface du verre sodocalcique utilisé.

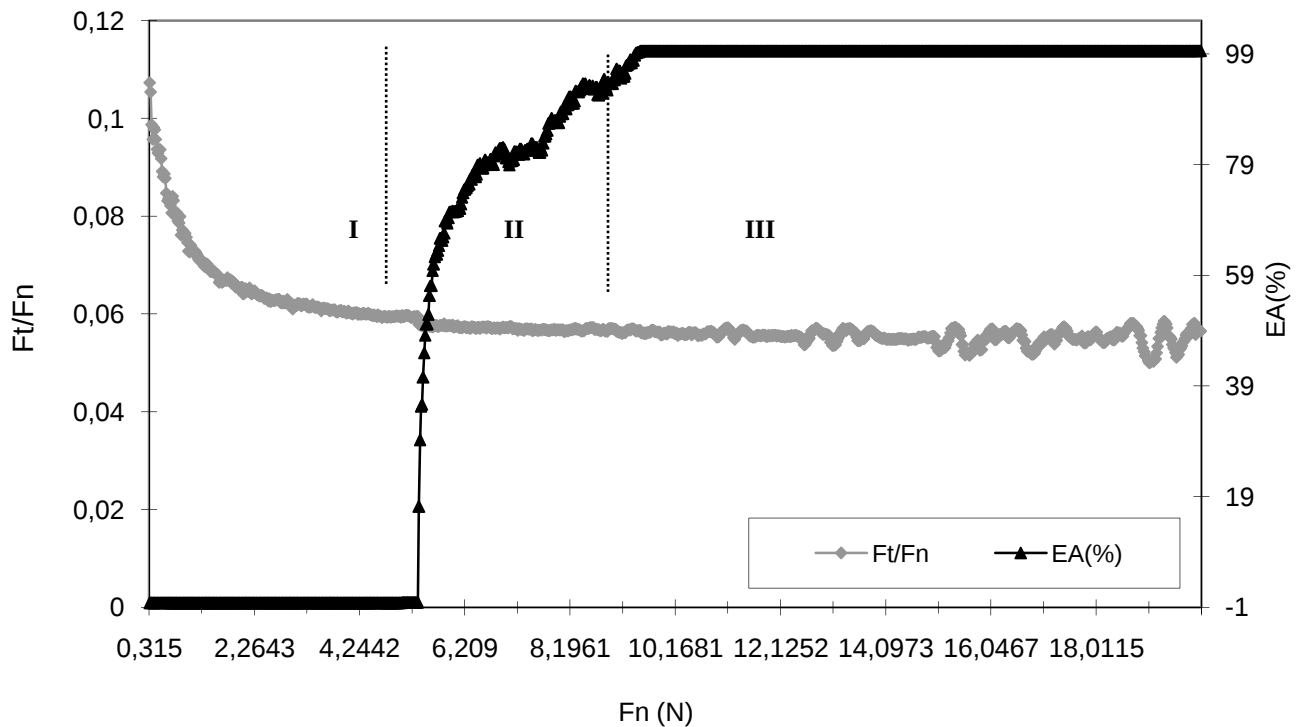


Figure V.2 : Variation de l'émission acoustique et du rapport de force en fonction de la charge normale appliquée

D' autre part, la figure V.2 présente également la variation du coefficient de frottement apparent (F_t/F_n) durant l'essai de rayage en fonction de la progression de la charge normale appliquée. Nous notons que le rapport de force décroît de la valeur initiale 0,11 jusqu'à 0,05 à la fin du rayage, montrant ainsi que la force de résistance au rayage (force tangentielle) du verre évolue avec la progression de la charge normale appliquée (figure V. 3). En effet, l'évolution de la force tangentielle est moins importante que celle de la charge normale appliquée, ce qui fait que leur rapport (coefficient de frottement) décroît à mesure que la charge normale progresse.

Sur la figure V.3, nous remarquons que pour les faibles charges appliquées, une faible profondeur de pénétration résiduelle est obtenue. La déformation du verre sodocalcique est purement élastique et un recouvrement presque complet résulte juste après le retrait de l'indenteur. A mesure que la charge normale progresse, la profondeur de pénétration évolue pour atteindre la valeur de $8,80 \mu\text{m}$ à la fin de l'essai. Cependant, quand l'écaillage se produit, la profondeur résiduelle de la rayure ainsi que la force tangentielle sont affectées par un comportement oscillatoire typique. Ces oscillations peuvent être expliquées par l'accumulation progressive des endommagements à l'intérieur de la rayure à mesure que la charge normale augmente. En prenant le point d'inflexion, sur la courbe de la profondeur de pénétration, comme signe de la transition du processus de déformation au processus de rupture, nous pouvons déterminer la charge critique de rupture par un procédé graphique [116].

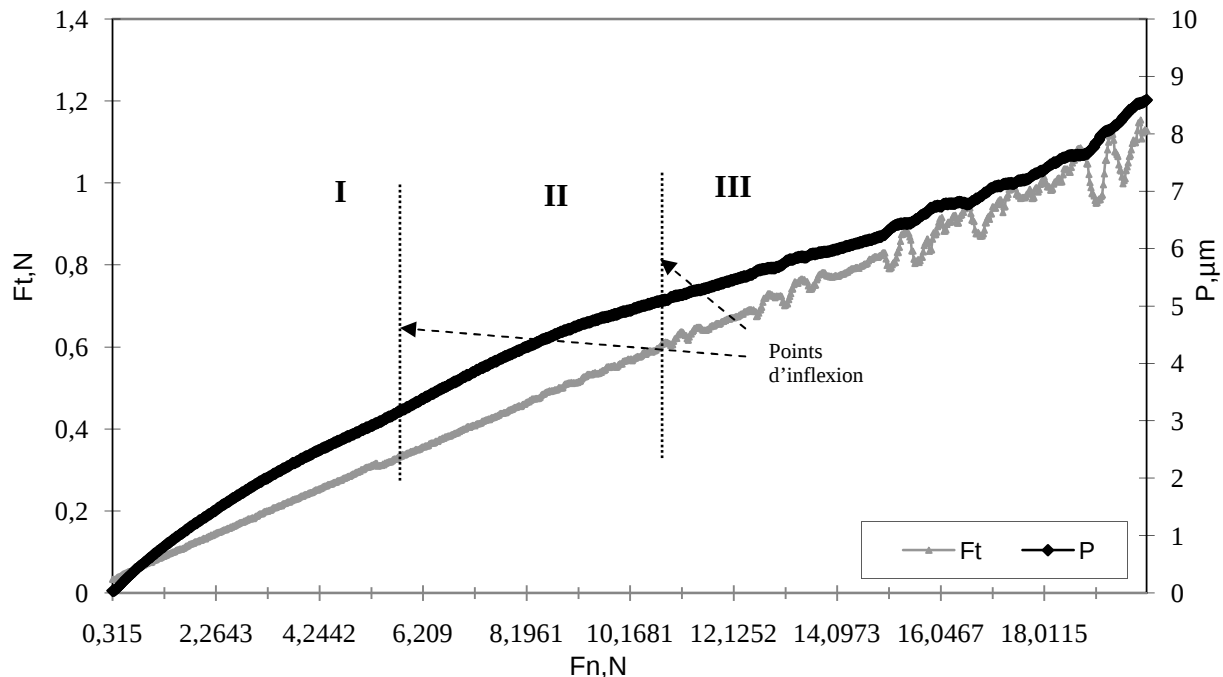


Figure V.3 : Variation de la force tangentielle et de la profondeur de pénétration en fonction de la charge normale appliquée, verre sodocalcique

V.2.3- Effet de la composition chimique des deux verres :

La figure V.4 présente une étude comparative du comportement des deux verres utilisés lors de l'essai de rayage. L'évaluation quantitative des endommagements révèle que la profondeur de pénétration résiduelle du verre sodocalcique est légèrement plus grande que celle du verre borosilicaté, qui sont respectivement 8,8 μm , 8,2 μm . Cependant, en inspectant la réponse acoustique des deux verres, nous constatons que les endommagements du verre borosilicaté apparaissent pour des charges appliquées plus faibles, cela va dans le sens des résultats de la ténacité mesurée par la méthode SEVNB pour les deux verres (Tableau II.4).

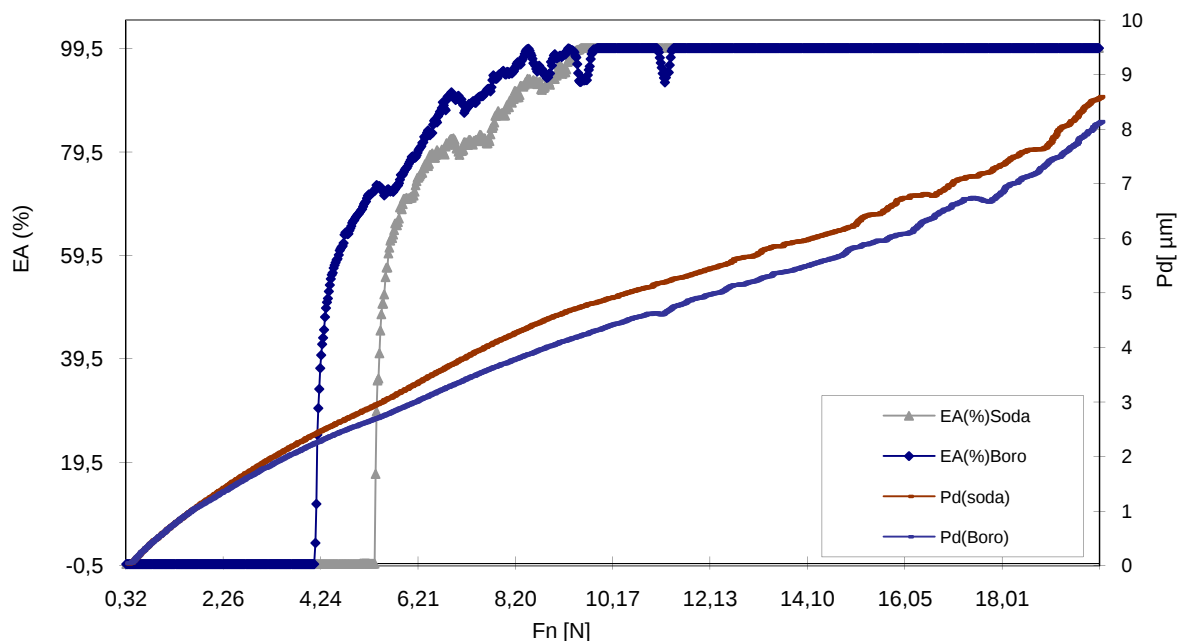


Figure V.4 : Courbe de la détermination de l'effort critique de rupture et de la variation de pénétration de l'indenteur en fonction de la charge normale appliquée aux deux verres étudiés

En réalisant des rayures voisines de 50 μm sur les deux verres (figure V.5), nous avons constaté qu'à la fin de l'essai effectué sur le verre borosilicaté, il s'est produit une interaction entre les fissures radiales des rayures voisines. Aucune interaction n'est remarquée sur les rayures effectuées sur le verre sodocalcique, qui a une ténacité supérieure à celle du verre borosilicaté. Nous notons aussi que l'effet mutuel des rayures voisines n'est pas seulement surfacique. Sur le tableau V.1, nous avons présenté les valeurs statistiques des charges critiques des quatre rayures voisines obtenus pour les deux verres à partir de cinq essais. Nous notons que les rayures voisines ont été effectuées dans l'ordre (A, D, C, B). Nous remarquons que les charges de transition des

régimes sont plus faibles dans le cas du verre borosilicate et que les charges critiques des rayures B et C sont moins importantes que celles des rayures A et D, à cause des contraintes engendrées.

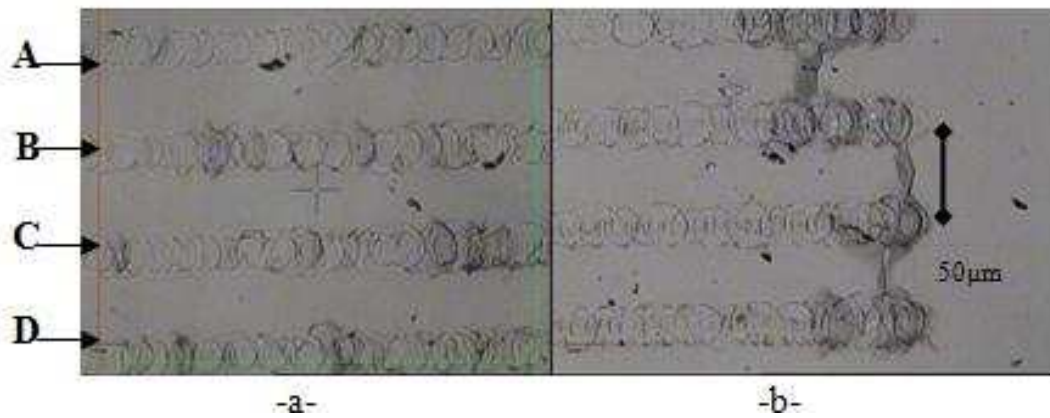


Figure V.5 : Observation optique de l'interaction entre rayures effectuées à une charge progressive (0,3-20N), a-Verre sodocalcique, b-Verre Borosilicate
Ordre de rayage : Rayure A, Rayure D, Rayure B, Rayure C

Tableau V.1 Charges de transition de régimes d'endommagement des rayures voisines de 50µm

	FcI/II Sodocalcique	FcII/III Sodocalcique	FcI/II Borosilicate	FcII/III Borosilicate
Scratch A	5,31±0,18	9,52±0,66	4,12±0,20	8,41±0,79
Scratch B	4,78±0,43	8,12±0,41	3,74±0,73	7,58±0,41
Scratch C	4,44±0,65	8,31±0,18	3,86±0,69	8,52±0,59
Scratch D	5,5±0,26	9,73±0,74	4,19±0,26	8,63±0,84

V.2.4- Effet du milieu de l'essai:

Sur la figure V.6 nous constatons que le rapport des forces est plus petit dans le cas où le rayage est effectué dans un environnement humide. Ceci peut être expliqué par le fait que l'eau réagit chimiquement avec le verre. Cette réaction provoque la formation d'une couche hydratée sur le verre dont la dureté est faible, ainsi la pénétration de l'indenteur est plus facile, ce qui fait que la force tangentielle (la force de résistance au rayage) est plus faible. Les charges de transitions de régimes évoluent évidemment avec le taux d'hygrométrie. En effet, les régimes d'endommagements d'écaillage et micro-abrasif apparaissent à des charges normales plus élevées à mesure que le taux d'hygrométrie diminue [100,107].

A partir de la figure V.6 nous pouvons déduire les valeurs des charges critiques du verre sodocalcique, qui sont respectivement dans le cas du milieu sec et du milieu humide ($F_{C\text{I/II}} = 5,34\text{N}$, $F_{C\text{II/III}} = 9,52\text{ N}$), ($F_{C\text{I/II}} = 4,25\text{ N}$, $F_{C\text{II/III}} = 7,82\text{N}$).

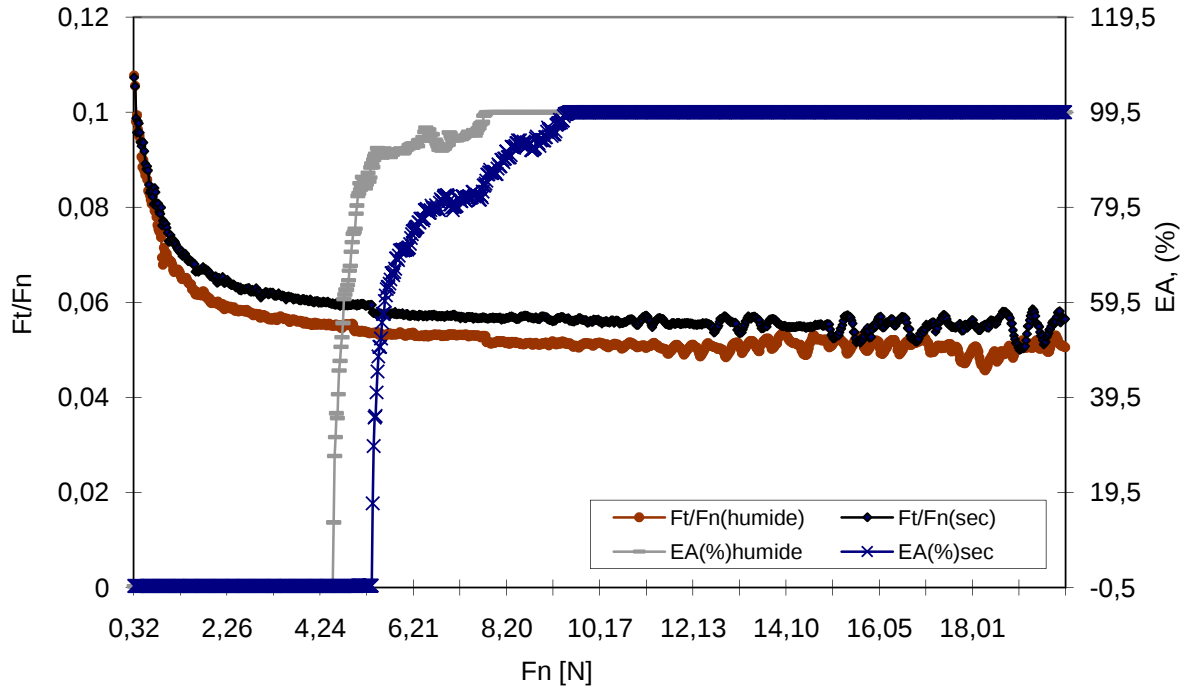


Figure V.6 : Courbe de la détermination de l'effort critique de rupture et de la variation du rapport de force en fonction de la charge normale appliquée au verre sodocalcique, scratch en milieu sec et milieu humide.

La morphologie de l'endommagement du verre sodocalcique est présentée sur la figure V.7, obtenue à l'aide d'un profilomètre mécanique de type (Talysurf). Il est clair que les endommagements que le rayage crée dans le milieu humide sont plus importants en dimensions que ceux réalisés dans le cas du milieu sec. Cela traduit bien la profondeur de pénétration trouvée pour ce dernier $8,8\text{ }\mu\text{m}$ qui est moins importante que celle obtenue dans le milieu humide ($19,25\text{ }\mu\text{m}$).

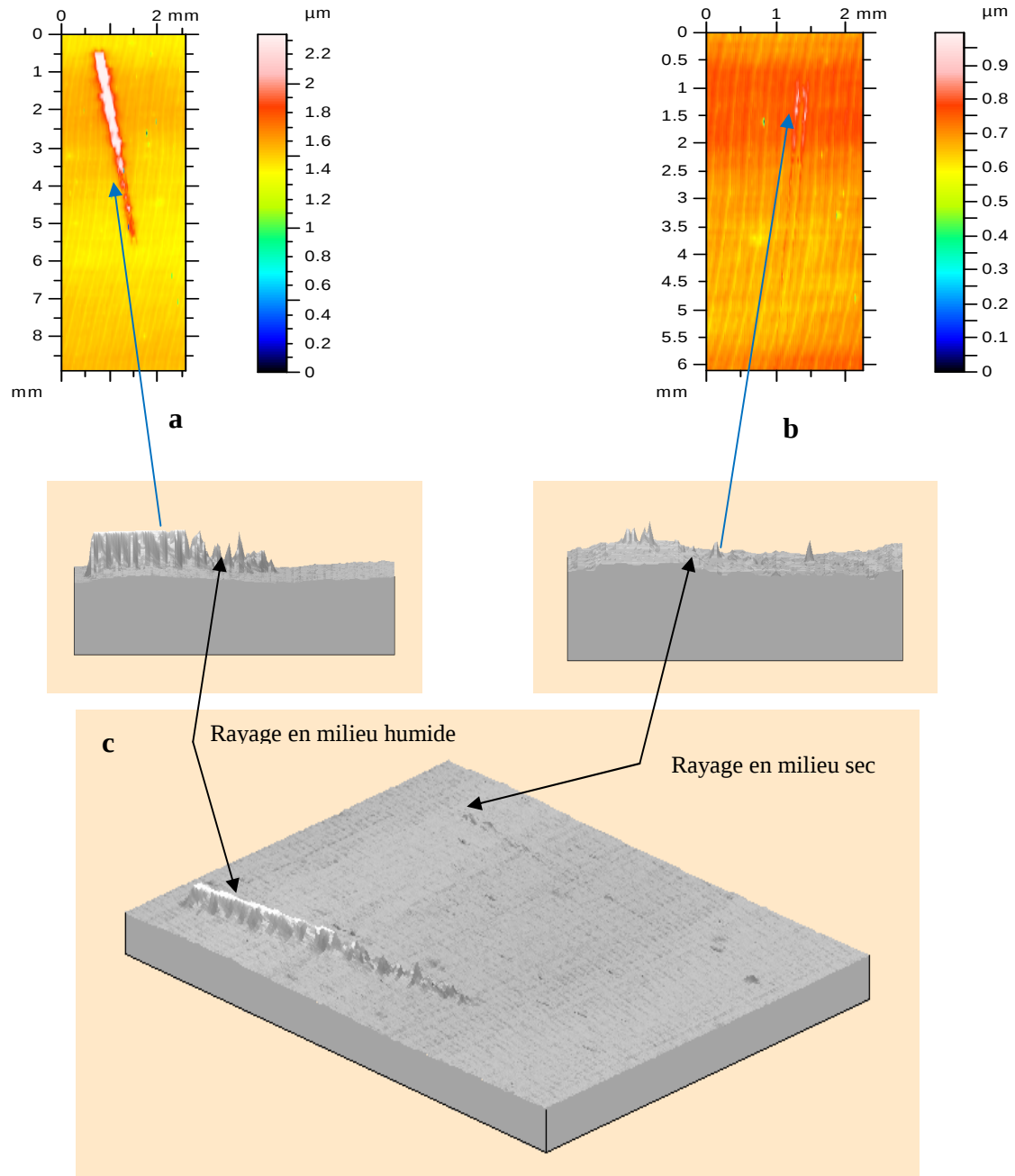


Figure V.7 : Morphologie du rayage dans deux différents milieux,
a- Milieu humide, b- Milieu sec, c- Image tridimensionnel

Synthèse des résultats de rayage

A travers les essais de rayage, effectués sur les deux types de verre étudiés, l'influence de divers paramètres a été succinctement étudiée. Nous concluons ce qui suit:

- * L'effort normal de rayage modifie la nature des déformations par un passage d'un régime micro-ductile à un régime fragile puis à un régime micro-abrasif. Ces deux derniers régimes sont plus dommageable du point de vue optique et propriétés mécaniques des verres.
- * Le comportement des deux verres au rayage est semblable qualitativement. Par contre, quantitativement, nous avons constaté que les charges critiques évoluent comme dans le cas de la ténacité des deux verres. Les résultats trouvés montrent que la capacité et le temps de travail nécessaires pour le rodage et le polissage d'un verre borosilicaté est plus réduit que ceux pour les autres verres.
- * En réalisant des rayures voisines de 50 μm , nous avons remarqué qu'à la fin du rayage effectué sur le verre borosilicate, une interaction entre les fissures radiales se développe et la transition entre régimes d'endommagements de la deuxième rayure se fait à des charges plus faibles à cause des contraintes engendrées par les rayures voisines.
- * L'environnement de l'essai de rayage a un effet notable sur le niveau de déformation qui est plus important dans le cas du milieu humide. Nous avons constaté que ce dernier favorise la transition entre les différents régimes d'endommagements à des charges plus faibles.

CONCLUSION GENERALE

L'avantage essentiel de la technique de l'indentation instrumentée est qu'elle n'exige aucune mesure subjective de l'empreinte laissée par l'indenteur. N'importe quelle information appropriée est directement extraite à partir des courbes charge-pénétration. C'est pour cela qu'elle est devenue une méthode très utilisée pour mesurer les propriétés mécaniques des surfaces et revêtements.

Dans notre travail, nous avons appliqué la technique de la nano indentation pour les verres. La comparaison faite entre la méthode d'Oliver & Pharr, avec celles basées sur les énergies d'indentation, pour la détermination de la dureté et le module élastique des deux verres étudiés a révélé que ces méthodes d'énergie ont donné des résultats acceptables pour le verre sodocalcique. Les propriétés de référence du verre borosilicaté sont assez proches de celles obtenues par la méthode d'Oliver & Pharr.

En comparant les résultats trouvés par la technique de la micro indentation instrumentée et ceux trouvés par les procédés conventionnelles, nous avons remarqué que cette technique, dans son état actuel de développement et pour les paramètres de mesures choisis, donne pour les verres étudiés des résultats plus que satisfaisants pour la dureté et le module élastique.

Pour clarifier l'influence de certains paramètres de mesures, nous avons effectué des indentations cycliques. Nous avons constaté que le temps de maintien à la charge maximale a un effet limité, prouvant ainsi que l'effet du fluage est pratiquement négligeable. La déformation du verre est plus sensible à la progression de la charge après chaque cycle qu'à l'accroissement du temps de maintien à la charge maximale. Cette technique nous a permis aussi de suivre l'évolution de la fragilité des deux verres utilisés en fonction du nombre de cycles d'indentation montrant ainsi l'effet de la fatigue mécanique par indentation.

Nous avons trouvé que les comportements qualitatifs des deux verres sont identiques alors que, quantitativement, leurs caractéristiques mesurées sont différentes. Ceci a été constaté pour les valeurs de la dureté, module élastique, ténacité et la fragilité. A travers les essais de rayage, nous avons déterminé l'effet de la charge, de la composition chimique et du milieu d'essai sur la déformation des verres. Nous avons trouvé que l'environnement de l'essai de rayage a un effet notable sur le niveau de déformation qui est plus important dans le cas du milieu humide. Nous avons constaté également que ce dernier favorise la transition entre les différents régimes d'endommagements à des charges plus faibles que celles trouvées dans le milieu sec.

Durant l'essai de rayage il est important de noter que les charges critiques, par analogie à la ténacité, évoluent de la même façon pour les deux verres. Les résultats trouvés montrent que la capacité et le temps de travail nécessaire pour l'usinage, le rodage et le polissage d'un verre borosilicaté sont plus réduits que ceux nécessaires pour un verre sodocalcique.

Références

- [1] B. Wolf., Inference of mechanical properties from instrumented depth sensing indentation at tiny loads and indentation depths., *Cryst.Res.Technol.*35 (4) : p.377, 2000.
- [2] F. Mohs., Grundriss der mineralogie., *Dresden*, 1822.
- [3] D.Tabor., Indentation hardness : fifty years on a personal view., *Philos Mag. A* 74 : p.1207, 1996.
- [4] S. Palmqvist., A method to determine the toughness of brittle materials, especially hard materials., *Jernkontorets. Ann.* 141 : p.303, 1957.
- [5] A.G. Evans, and T.R. Wilshaw., Quasi-static solid particle damage in brittle solids., *Acta Metall.* 24 : p.939, 1976.
- [6] B.R. Lawn, M.V. Swain., Microfracture beneath point indentations in brittle solids., *J.Mater.Sci*, 10 : p.113, 1975.
- [7] X.D. Li., B. Bhushan., A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications., *J. Mater. Charac.*, 48: p.11, 2002.
- [8] N.X. Randall, R. Consiglio., Nanoscratch tester for thin film mechanical properties characterization., *Rev. Sci. Instrum.*, 71 (7): p.2796, 2000.
- [9] D. Tabor., The hardness of solids., *Review of Physics in Technology.*, 1 : p.145, 1970.
- [10] M.L. Zani., Les appareils de mesure de dureté., *Mesures.*, 766: p.70, 2004.
- [11] A. Cornet and J.P. Deville., Physique et ingénierie des surfaces., *EDP Sciences*, 1998.
- [12] D. Tabor., The hardness of metals., *Clarendon Press, Oxford*, 1951.
- [13] R. Hill., The mathematical theory of plasticity., *Oxford Press*, 1950.
- [14] F.J. Lockett., Indentation of a rigid/plastic material by a conical indenter., *J. Mech. Phys. Solids.*, 11: p.161, 1963.

- [15] K.M. Liang, G. Orange, G. Fantozzi., Evaluation by indentation of fracture toughness of ceramic materials., *J.Mater.Sci.*, 25 : p.207, 1990.
- [16] Y. Torres, D. Casellas, M. Anglada, L. Lianes., Fracture toughness evaluation of hardmetals : influence of testing procedure., *International Journal of Refractory Metals&Hard Materials.*, 19 : P.27, 2001.
- [17] N. Bouaouadja, D. Bouteghmes, M. Hamiidouche, K. Loucif, H. Osmani., Etude comparative des formules de tenacité par indentation vickers dans le cas des cermets WC-C₀., *3ème congrés de mécanique, 22-25 Avril, Tétouan, Maroc.*
- [18] M. T. Laugier., Palmqvist indentation toughness in WC-Co composites., *J. Mater.Sci.Lett.*, 6 : p.897, 1987.
- [19] G. R. Anstis, P. Chantikul, B. R. Lawn and D. B. Marshall., A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness:I, Direct crack measurements., *J.Amer.Ceram.Soc.*, 64 (9) :p.533, 1981.
- [20] M.R. Vankandingham., Review of instrumented indentation., *J. Res. Natl. Inst. Stand.Technol.*, 108 : p.249, 2003.
- [21] J.L. Loubet, J.M. Georges, and G. Meille., Vickers indentation curves of elastoplastic materials., 'Microindentation techniques in Material Science and Engineering'. ASTM STP889, P.J. Blan and B.R. Lawn, Eds, Amer.Soc.Test&Mater, Philadelphia : p.72, 1986.
- [22] K.L. Johnson., Contact Mechanics., *Cambridge University Press.*, p.452, 1987.
- [23] P.Kaszinski., Indentation cyclique et déformation progressive, étude expérimentale et simulation des contacts internes a des implants chirurgicaux. *PhD Thesis, ENS Cachan, 1999.*
- [24] K. Zeng, E. Soderlund, A.E. Giannakopoulos, and D.J. Rowcliffe., Controlled indentation: A general approach to determine mechanical properties of brittle materials., *Acta mater.*, 44 (3): p.1127, 1996.
- [25] W.D. Nix, H. Gao., Indentation size effects in crystalline materials., *J. Mech. Phys. Solids.*, 46 (3): p.411, 1998.

- [26] S.G. Corcoran, R.J. Colton, E.T. Lilleodden, W.W. Gerberich., Anomalous plastic deformation at surfaces: Nanoindentation of gold single crystals., *Phys. Rev. B* 55 (24): p.16057, 1997.
- [27] D.R. Clarke, R. Tandon., Factors affecting the fracture resistance of silicon-nitride ceramics., *Mater. Sci. Eng., A* 195: p.207, 1995.
- [28] G.M. Pharr., Measurement of mechanical properties by ultra load indentation., *Mater. Sci. Eng., A* 253 (1-2): p.151, 1998.
- [29] T.Y. Tsui, G.M. Pharr., Substrate effects on nanoindentation mechanical property measurement of soft films on hard substrates., *J. Mater. Res.* 14 (1): p.292, 1999.
- [30] N. Huber, W.D. Nix, and H. Gao., Identification of elastic-plastic material parameters from pyramidal indentation of thin films., *Proc. Roy. Soc. London., A* 458 (2023): p.1593, 2002.
- [31] R. Saha and W. D. Nix., Effects of the substrate o the determination of thin film mechanical properties by naoindentation., *Acta Mater.*, 50 (1) : p.23, 2002.
- [32] Z. Fan, J. G. Swadener, J. Y. Rho, M. E. Roy, and G. M. Pharr., Anisotropic properties of humain tibial cortical bone as measured by nanoindentation., *J. Orthopaed. Res.*, 20 (4) : p.806, 2002.
- [33] J.G. Swadener, B. Taljat, G.M. Pharr., Measurement of residuel stress by load and depth sensing indentation with spherical indenters., *J. Mater. Res.*, 16 (7): p.2091, 2001.
- [34] S.A.S Asif and J.B. Pethica., Nano-scale indentation creep testing at non-ambient temperature., *J. Adhesion.*, 67 (1-4): p.153, 1998.
- [35] S.A.S Asif and J.B. Pethica., Nanoindentation creep of single crystal tungsten and gallium arsenide., *Phil. Mag. A* 76 (6): p.1105, 1997.
- [36] B.N. Lucas and W.C. Oliver., Indentation power-Law creep of high-purity indium., *Metall. Mater. Trans., A* 30 (3): p.601, 1999.

- [37] B. J. Briscoe, L. Fiori, and E. Pelillo., Nano-indentation of polymeric surfaces., *J. Phys. D-Appl. Phys.*, 31 (19): p.2395, 1998.
- [38] W.C. Oliver, G.M. Pharr., An improved technique for determining hardness and elastic-modulus using load and displacement sensing indentation experiments., *J. Mater. Res.*, 7 (4): p.1564, 1992.
- [39] M.F. Doerner, and W.D. Nix., A method for interpreting the data from depth sensing indentation instruments., *J.Mat.Res.*, 1: p.601, 1986.
- [40] R.B. King., Elastic analysis of some punch problems for a layered medium. *Int. J. Solids. Structures.*, 23 (12), p.1657, 1987.
- [41] T. Chudoba., Modifizierung mechanischer oberflächeneigenschaften durch ionenimplantation., *phD thesis, Forschungszentrum rossendorf (Germany)*, 1996.
- [42] ISO/FDIS 14577-1:2002; Metallic materials-Instrumented indentation test for hardness and materials parameters., *ISO Central Secretariat, Switzerland*.
- [43] A. Martens. Handbuch der materialienkunde fur den maschinenbau., *Springer, Berlin*, 1998.
- [44] Overview of mechanical testing standards., Advanced mechanical surface testing., *CSM instruments, Septembre 2002*.
- [45] E DIN 50359; Testing of metallic materials-*Universal hardness test*, 1997.
- [46] W.C. Oliver, G.M. Pharr., Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology., *J. Mater. Res.*, 19 (1): p.3, 2004.
- [47] Fischer-Cripps AC., Nanoindentation., 2nd ed, *Springer, New York*, 2004.
- [48] J.L. Hay, MTS Systems Corporation, Pharr GM., Instrumented indentation testing., *The university of Tennesse and Oak Ridge national laboratory*.
- [49] J.M. Meza, E.E. Franco, F. Buiochi, C.M. Farias, R.M. Souza et al., Using the ultrasound and instrumented indentation techniques to measure the elastic modulus of engineering materials., *Rev. Metal. Madrid.*, 44(1), p.52, 2007.

- [50] T.Y. Zhang and W.H. Xu., Surface effects on nanoindentation., *J. Mater.Res.*,177 :p.1715, 2002.
- [51] P. Zhijian, J. Gong, H. Miao., On the description of indentation size effect in hardness testing for ceramics: Analysis of the nanoindentation data., *J. Europ. Cer. Soc.*, 24: p2193, 2004.
- [52] B. W. Mott., Microindentation Hardness Testing. Butterworths., *London*, 1956.
- [53] P.M. Sargent, and T.F. Page., The influence on the microhardness of ceramic materials., *Proc. Brit. Ceram. Soc.*, 26: p.209, 1978.
- [54] J.H. Gong, H.Z. Miao, Z. Zhao, and Z.D. Guan., Load dependence of the measured hardness of Ti(C,N)-based cermets., *Mater.Sci.Eng.*, A303: p.179, 2001.
- [55] H. Li, R.C. Bradt., The microhardnesss indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals., *J. Mater. Sci.*, 28: p.917, 1993.
- [56] J.H. Gong, J.J. wu, and Z.D. Guan., Examination of the indentation size effect in low-load Vickers hardness testing of ceramics., *J. Eur. Ceram. Soc.*, 19: p. 2625, 1999.
- [57] A. Bolshakov and G.M. Pharr., Influences of pile-up on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques., *J. Mater. Res.*, 13: p.1049, 1998.
- [58] J.C. Hay, A. Bolshakov , G.M. Pharr., A critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data., *J.Mater.Res.*, 14 (6): p.2296,1999.
- [59] N.X. Randall, C. Julia-Schmutz, J.M. Soro., Combining scanning force microscopy with nanoindentation for more complete characterisation of bulk and coated materials., *Surf. Coat.Tech.*, 108 (1-3): p.489, 1998.
- [60] K.W. Mcelhaney, J.J. Vlasaak , W.D. Nix ., Determination of indenter tip geometry and indentation contact area for depth-sensing indentation experiments., *J.Mater.Res.*, 13(5): p.1300, 1998.

- [61] J.L. Hay , G.M. Pharr., Instrumented indentation testing., *ASM Handbook, Vol 8, Mechanical testing and evaluation, 10 ed, p.232, Materials Park, OH 2000.*
- [62] Y.T. Cheng, C.M. Cheng., Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements., *Mat. Sci.Eng., R44: p.91, 2004.*
- [63] J. Chen, S.J. Bull., Relation between the ratio of elastic work tot he total work of indentation and the ratio of hardness to Young's modulus for a perfect conical tip., *J. Mater.Res., 24 (3): p.590, 2009.*
- [64] J. Malzbender., Comment on hardness definitions., *J. Eur .Ceram. Soc., 23: p.1355, 2003.*
- [65] F.-H. Leroy, B. Passilly, J.-P. Culié., Estimation d'un comportement local par micro-indentation vickers., *Journée Scientifique Barrières thermiques, ONERA, 23 Janvier 2001.*
- [66] Y.T. Cheng, Z. Li, C.M. Cheng., Scaling relationships for indentation measurements., *Phil. Mag. A 82, 2002.*
- [67] Y.T. Cheng, C.M. Cheng., Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation., *Appl.Phys.Lett. 73 (5): p.614, 1998.*
- [68] A.E. Giannakopoulos, S. Suresh., Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation., *Scr.Mater. 40 (10): p.1191, 1999.*
- [69] D. Ma, W. Chung, J. Liu, J. He., Determination of Young's modulus by nanoindentation., *Sci.China.Ser., E47: p.398, 2004.*
- [70] J. Malzbender., Comment on the determination of mechanical properties from the energy dissipated during indentation., *J. Mater. Res., 20: p.1090, 2005.*
- [71] T.A. Venkatesh, K.J. Van Vleit , A.E. Ginnakopoulos, S. Suresh., Determination of elasto-plastic properties by instrumented sharp indentation: Guidelines for property extraction., *Scri. Mater., 42: p.833, 2000.*
- [72] J. Malzbender, G. de With., Indentation load-displacement curve, plastic deformation and energy., *J. Mater. Res., 17: p.502, 2002.*

- [73] B. Bhushan, A.V. Kulkarni, W. Bonin, and J. T. Wyrobek., Nanoindentation and picoindentation measurements using a capacitive transducer system in atomic force microscopy., *Phil. Mag., A* 74 (5): p.1117, 1996.
- [74] D. Newey, M. A. Wilkins, and H. M. Pollock., An ultra-low-load penetration hardness tester., *J. Phys. E-Sci. Instrum.*, 15 (1): p.119, 1982.
- [75] T. J. Bell, A. Bendeli, J. S. Field, M. V. Swain, and E. G. Thwaite., The determination of surface plastic and elastic properties by ultra-micro indentation., *Metrologia* 28 (6): p.463, 1991.
- [76] G. Kermouche., Contribution à la modélisation théorique et numérique des essais d'indentation et de rayure., *Thèse de doctorat, L'école centrale de lyon*, 2005.
- [77] M. L. Oyen and R. F. Cook., Load-displacement behavior during sharp indentation of viscous-elastic-plastic materials., *J. Mater. Res.*, 18 (1): p.139, 2003.
- [78] X.D. Li, B. Bhushan., Continuous stiffness measurements of layered materials used in magnetic storage devices., *J. Information Storage Process Syst.*, 3: p. 131, 2001.
- [79] X.D. Li, B. Bhushan., Measurement of fracture toughness of ultra-thin amorphous carbon films., *Thin solid Films.*, 315: p.214, 1998.
- [80] X.D Li, D. Diao, B. Bhushan., Fracture mechanisms of thin amorphous carbon films in nanoindentation., *Acta Mater.*, 45: p.4453, 1997.
- [81] Applications Bulletin, CSM instruments: The ultra Nanoindentation tester: new generation of thermal drift free indentation, N° 31 Février 2010.
- [82] J. B. Pethica, W. C. Oliver., Mechanical properties of nano-meter volumes of material: use of the elastic response of small area indentations. In: Bravman JC, Nix WD, Barnett DM, Smith DA, editors, Thin films: stresses and mechanical properties. *Materials Research Society Symposium Proceedings*, vol 130. Pittsburgh: Materials Research Society: p.13, 1989.
- [83] X.D Li, B. Bhushan., Nanofatigue studied of ultra-thin hard carbon overcoats used in magnetic storage devices., *J. Appl Phys.*, 91: p.8334, 2002.

- [84] Overview of Hardness testers, Hardness, Young modulus, Stiffness, CSM instrument, advanced mechanical surface testing, www.csm-instruments.com/frames
- [85] EN 1071-3; Advanced technical ceramics-Methods of test for ceramic coatings- Part 3: Determination of adhesion and other mechanical failure modes by a scratch test.
- [86] B. J. Briscoe, P.D. Evans, E. Pelillo, and S.K. Sinha., The hardness of poly(methylmethacrylate)., *Tribology International*, 29 (2) : p.93, 1996.
- [87] A. Schallamach., How does rubber slide ? *Wear*, 17 : p.301, 1971.
- [88] B. Y. Ni, and A. Le Faou., Scratching behaviour of polymer films usig blunt spherical styli., *J. Mat. Sci.*, 31 : p.3955, 1996.
- [89] C. A. Brookes, P. Green, P. H. Harrison, and B. Moxley., Somme observations on scratch and indentatio hardness measurements., *J. Phys. D : Appl. Phys.*, 5 : p.1284, 1972.
- [90] K. Hokkirigawa, K. Kato, et Z. Z. Li., The effect of hardness on the transition of the abrasive wear mechanism of steels., *Wear.*, 123 : p.241, 1988.
- [91] R. H. Doremus., Glass science., 2nd Edition, Wiley interscience publication, New york : p.339, 1994.
- [92] D. Jean Pierre., Le verre en électronique, *Technique de l'ingénieur E1* : p.290
- [93] J. Zarzycki., Verres et l'état vitreux., *Eddition Masson, Paris* : p.391, 1982.
- [94] H. Scholze., Le verre : nature, structure et propriétés., 2nd édition, *Institut du verre, Paris* : p.364, 1982.
- [95] P.W. Bridgman and I. Simon., Effects of very high pressures on glass, *Journal of Applied Physics*, 24 (4) : p.405, 1953.
- [96] S. Sakka and J.D. Mackenzie., High pressure effects on glass., *J. Non-Cryst. Solids.*, 1 : p.107, 1969.
- [97] J.D. Mackenzie and R.P. Laforge., High-pressure densification of glass and the effects of shear., *Nature.*, 197 : p.480, 1963.

- [98] K.W. Peter., Densification and flow phenomena of glass in indentation experiments., *J. Non-Cryst. Solids*, 5 : p.103, 1970.
- [99] J.T. Hagan., Shear deformation under pyramidal indentations in soda-lime glass., *J.Mater. Sci.*, 15 : p.1417, 1980.
- [100] V. Le Houérou., Rayabilité des verres silico-sodo-calciques., *Thèse de doctorat en sciences, université Renne 1*, 2005.
- [101] M. Bertoldi, V.M. Sglavo., Soda–borosilicate glass: normal or anomalous behavior under Vickers indentation?, *J. Non-Cryst. Sol.*, 344 : p.51, 2004.
- [102] Z. Burghard, A. Zimmermann, J. Rodel, F. Aldinger, B.R., Crack opening profiles of indentation cracks in normal and anomalous glasses., *Acta. Mater*, 52 : p.293, 2004.
- [103] Y. Kato, H. Yamazaki, S. Yoshida, and J. Matsuoka., Indentation cracking of glass Part I: Load-dependence of deformation during Vickers indentation test., *XXIst International congress on glass, Strasbourg, july 1-6, 2007*.
- [104] R.F. Cook and G.M. Pharr., Direct observation and analysis of indentation cracking in glasses and ceramics., *J.Am.Ceram.Soc.*, 73 (4) : p.787, 1990.
- [105] R.W. Rice, and J.J. Mecholsky., *Spécial publication 562, in National Bureau of Standards : p.351, 1965*.
- [106] V.H. Bulsara., Scratch formation in brittle solids and its application to lapping., *Purdue University, (USA), 1997*.
- [107] V. Le Houérou, J.-C. Sangleboeuf, S. Dériano, T. Rouxel, and G. Duisit., surface damage of soda-lime-silica glasses : Indentation scratch behavior., *J. Non-Cryst.Solids*, 316 : p.54, 2003.
- [108] Brochure Gestion des équipements, RE/036, Macroduromètre GNEHM Brickers 220, *I.NIS.M.A, Belgique, N°: 09/2002*.
- [109] Brochure Gestion des équipements, RE/040, Microduromètre Vickers et Knoop MXT, *I.NIS.M.A, Belgique, N°: 09/2002*.

- [110] A. Chorfa, M.A. Madjoubi, M. Hamidouche, N. Bouras, J. Rubio, F. Rubio., Glass hardness and elastic modulus determination by nanoindentation using displacement and energy methods., *J. Ceramics-Silikaty.*, 54 (3), 2010.
- [111] A. Chorfa, M. Hamidouche, , M.A. Madjoubi, F. Petit., Determination of glass mechanical characteristics by instrumented indentation., *International Review of Mechanical Engineering.*, 1(1) : p.105, 2007.
- [112] F. Petit, V. Vandeneede, F. Cambier., Relevance of instrumented micro-indentation for the assessment of hardness and Young's modulus of brittle materials., *Mater.Sci.Eng., A* 456 : p.252, 2007.
- [113] K. Suzuki, Y. Benino, T. Fujiwara, T. Komatsu., Densification energy during nanoindentation of silica glass., *J.Amer. Ceram.Soc.*, 85 : p.3102, 2002.
- [114] A. Chorfa, M. Hamidouche, M.A. Madjoubi, F. Petit., Mechanical behaviour of glass during cyclic instrumented indentation., *Mater.Sci-poland.*, 28 (1) : p.255, 2010.
- [115] B.R. Lawn, D.B. Marshall., Hardness, toughness, and brittleness : An indentation analysis., *J.Am.Ceram.Soc.*, 62 (7-8) : p.347, 1979.
- [116] F. Petit, C. Ott, F.Cambier., Multiple scratch tests and surface-related fatigue properties of monolithic ceramics and soda lime glass., *J. Eur. Ceram. Soc.*, 29 : p.1299, 2009.

LISTE DES FIGURES

Figure I.1 : Essai de dureté par indenteur à pointe pyramidale	3
Figure I.2 : Principaux indenteurs.....	4
Figure I.3 : Courbe d'indentation typique.....	8
Figure I.4 : Influence du comportement plastique sur la hauteur moyenne de contact h_c	19
Figure I.5 : Les énergies de déformation élastique et plastique.....	19
Figure I.6 : Illustration schématique du système d'indentation instrumentée.....	22
Figure I.7 : Principe de l'essai de rayage.....	26
Figure I.8 : Endommagements observés lors de l'essai de rayure.....	28
Figure I.9 : Comportement des verres normaux/anormaux à l'indentation.....	32
Figure I.10 : Fissuration des verres normaux et anormaux.....	32
Figure I.11 : Micrographies d'empreintes d'indentation faites dans l'eau avec indenteur à (64°)	33
Figure I.12 : Micrographies d'empreintes Vickers faites avec charge=49N.....	33
Figure I.13 : Influence de la composition chimique des verres sur la charge admissible.....	34
Figure I.14 : Comportement des verres Normaux/Anormaux à l'indentation.....	34
Figure I.15 : Rayure typique obtenue sur la surface d'un verre silico-sodo-calcique.....	35
Figure I.16 : Ecaillage par propagation d'une fissure latérale-Absence de fissure radiale.....	36
Figure I.17 : Formation d'une écaille avec les différents endommagements mis en jeu.....	36
Figure II.1: Macro duromètre GNEHM BRICKERS 220.....	39
Figure II.2: Micro duromètre MXT 70.....	40
Figure II.3: Machine de traction ZWICK 1474.....	41
Figure II.4 : Principe de mesure du module élastique dynamique par l'appareil Grindo-Sonic.....	41
Figure II.5 : Profilomètre TALYSURF.....	42
Figure II.6 : Appareil d'indentation CSM.....	43
Figure II.7 : Schéma descriptif du CSM.....	43
Figure II.8 : Montage expérimental des essais effectués sur CSM.....	44
Figure II.9: Appareil Nano test MML Ltd.....	45
Figure II.10: Emplacement de l'ensemble: Indenteur/Echantillon.....	45
Figure II.11: Configuration de l'éprouvette (SEVNB) pour la mesure de la ténacité.....	50
Figure II.12 : Variation de la dureté Vickers du verre Sodocalcique en fonction de la charge.....	51
Figure II.13 : Variation de la dureté Vickers du verre Borosilicate (P1) en fonction de la charge.....	52
Figure III.1 : Courbe de la détermination des paramètres m et k	55
Figure III.2 : L'effet du fluage sur les résultats enregistrés.....	57
Figure III.3 : L'effet de la dérive thermique sur les résultats enregistrés, $F_{max}=500mN$	57
Figure III.4 : L'effet de la pénétration initiale et de la dérive thermique sur la courbe d'indentation.....	58
Figure III.5: Détermination de la complaisance instrumentale.....	59
Figure III.6 : Variation du paramètre F_{max}/S^2 avec la profondeur de contact h_c pour $C_f=0.01$	60
Figure III.7 : L'effet de la surface de contact sur la dureté d'indentation H_{IT}	62
Figure III.8 : Courbe présentant la Variation de $\ln P_{max}$ en fonction de $\ln h_c$ suivant la loi de Meyer	63

Figure III.9 : Variation de P_{max}/h_c en fonction de h_c selon le modèle PSR.....	63
Figure III.10 : Courbes d'indentation des verres étudiés.....	64
Figure III.11 : Evolution de l'énergie de déformation avec la charge maximale d'indentation.....	66
Figure III.12 : Influence de la constante λ sur E_r et H_{IT} obtenues par la méthode de C&C sur le VSC.....	68
Figure III.13 : Influence de la constante λ sur E_r et H_{IT} obtenues par la méthode de C&C sur le VBS.....	69
Figure III.14 : Comparaison de la variation de H_{IT} du verre borosilicate P2 et du verre sodocalcique obtenue par les méthodes d'énergie et la méthode d'O&P.....	70
Figure III.15: Comparaison de la variation de E_r du verre borosilicaté P2 et du verre sodocalcique obtenue par les méthodes d'énergie et la méthode d'O&P.....	71
Figure III.16 : Variation de la pénétration de l'indenteur dans un VSC en fonction de la charge.....	73
Figure III.17 : Variation de la pénétration de l'indenteur dans un VBS en fonction de la charge.....	73
Figure III.18 : Courbe d'indentation comparative des deux nuances pour une charge d'indentation maximale de 10 N.....	74
Figure III.19 : Variation de la pénétration de l'indenteur dans un verre sodocalcique en fonction du temps et du temps de maintien à la charge maximale.....	75
Figure III.20 : Variation de la pénétration de l'indenteur dans le verre borosilicate en fonction du temps et du temps de maintiens à la charge maximale.....	75
Figure III.21 : Variation de la pénétration de l'indenteur dans les deux verres en fonction du temps.....	76
Figure III.22 : Variation du module élastique du verre Sodocalcique en fonction de la charge et du temps de maintien à la charge maximale.....	76
Figure III.23 : Variation du module élastique du verre Borosilicate en fonction de la charge et du temps de maintien à la charge maximale.....	77
Figure III.24 : Variation de la dureté Vickers du verre Sodocalcique en fonction de la charge et du temps de maintien à la charge maximale.....	78
Figure III.25 : Variation de la dureté Vickers du verre Borosilicate en fonction de la charge et du temps de maintien à la charge maximale.....	78
Figure III.26 : Dureté Comparative des deux verres en fonction de la charge d'indentation, temps de maintien à la charge maximale = 30s.....	79
Figure III.27: Variation de la Dureté universelle du verre Sodocalcique en fonction de la charge et du temps de maintien à la charge maximale.....	80
Figure III.28: Variation de la dureté universelle du verre borosilicate en fonction de la charge et du temps de maintien à la charge maximale.....	80
Figure III.29: Dureté Martens des deux verres en fonction de la pénétration de l'indenteur.....	81
Figure III.30 : Variation de la ténacité du verre sodocalcique en fonction de la charge et du temps de maintien à la charge maximale.....	81
Figure III.31 : Variation de la ténacité du verre Borosilicate en fonction de la charge et du temps de maintien à la charge maximale.....	82
Figure III.32 : Micrographies des Empreintes d'indentation pour les deux nuances étudiées.....	83
Figure III.33: Ténacité des deux verres en fonction de la charge, temps de maintien =30s.....	83

Figure III.34 : Histogramme comparative entre les valeurs du module élastique des deux nuances mesurées par procédé conventionnels et indentation instrumentées.....	84
Figure III.35 : Histogramme comparative de la dureté vickers mesurée par méthodes conventionnelles par indentation instrumentées.....	85
Figure IV.1 : Courbe d'indentation cyclique.....	90
Figure IV.2: Variation de la pénétration de l'indenteur dans les deux verres en fonction du temps.....	91
Figure IV.3 : Variation de la dureté Vickers en fonction du nombre de cycles pour $F_{max} = 5 \text{ N}$	92
Figure IV.4: Variation du module élastique en fonction du nombre de cycles, $F_{max} = 5 \text{ N}$	93
Figure IV.5 : Evolution de la longueur des fissures C avec nombre de cycles et la charge.....	93
Figure IV.6: Variation de la ténacité en fonction du Nombre de cycles.....	94
Figure IV.7: Courbe d'indentation cyclique du VSC, nombre de cycles = 15, $F_{max} = 1 \text{ N}$	96
Figure IV.8 : Courbe d'indentation cyclique du VSC, nombre de cycles=30, $F_{max}=1 \text{ N}$	96
Figure IV.9 : Evolution de la pénétration en fonction du temps, nombre de cycles=15, $F_{max}=1 \text{ N}$	97
Figure IV.10 : Evolution de la pénétration en fonction du temps, nombre de cycles = 30, $F_{max} = 1 \text{ N}$	97
Figure IV.11 : Evolution de la Dureté Vickers en fonction du nombre de cycles, Charge=1N.....	98
Figure IV.12: Evolution de la dureté universelle H_u en fonction du nombre de cycles, Charge = 1N.....	98
Figure IV.13 : Courbe d'indentation multi cycle à charge progressive, temps de maintien =30s (Profil 1).....	100
Figure IV.14: Courbe d'indentation multi cycles à charge et temps de maintien progressifs (Profil 2).....	100
Figure IV.15: Courbe d'indentation multi cycle à charge constante et à temps de maintien progressif	101
Figure IV.16 : Evolution de la pénétration en fonction du temps de l'indentation.....	101
Figure IV.17 : Variation de H_v en fonction du nombre de cycles et du profil d'indentation.....	102
Figure IV.18 : Variation du module élastique en fonction du nombre de cycles et du profil d'indentation.....	103
Figure IV.19 : Variation de H_u en fonction du nombre de cycles et du profil d'indentation.....	103
Figure V.1 : Observation optique du rayage de verre Sodocalcique.....	107
Figure V.2 : Variation de l'émission acoustique et du rapport de force en fonction de la charge normale.....	108
Figure V.3 : Variation de la force tangentielle et de la profondeur de pénétration en fonction de la charge normale appliquée au verre sodocalcique.....	109
Figure V.4 : Courbe de la détermination de l'effort critique de rupture et de la variation de pénétration de l'indenteur en fonction de la charge normale appliquée aux deux verres étudiés.....	110
Figure V.5 : Observation optique de l'interaction entre rayures effectué à une charge progressive (0,3-20N)...	111
Figure V.6 : Courbe de la détermination de l'effort critique de rupture et de la variation du rapport de force en fonction de la charge normale appliquée au VSC, (milieu sec, milieu humide).....	112
Figure V.7 : Morphologie du rayage dans deux milieux différents.....	113

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1 : Caractéristiques des appareils d'indentation CSM&Ltd.....	23
Tableau II.1 : Compositions chimiques des verres étudiés (% en masse).....	47
Tableau II.2 : Propriétés usuelles des verres étudiés.....	47
Tableau II.3: Modules élastiques des deux nuances, mesurés par la méthode de résonance.....	49
Tableau II.4 : Ténacités K_{Ic} des verres étudiés déterminées par la technique SEVNB.....	50
Tableau V.1 : Charges de transition de régimes d'endommagement des rayures voisines.....	111

ملخص

في هذا العمل ، استعملنا طريقة الناقب الآلي لدراسة تأثير العوامل التجريبية على السلوك الميكانيكي لنوعين من الزجاج (صودوكالسيكي ، و البوروسيليكاتي). تتمحور الأطروحة على محورين أساسيين (نظري و تجريبي)، الجزء النظري عبارة عن حوصلة للبحوث العلمية في هذا المجال يحتوي الجانب التطبيقي على أهم النتائج التي توصلنا إليها. إن مناقشة و تحليل النتائج تظهر أن تشقق الزجاج يختلف من نوع إلى آخر و أن العوامل التجريبية عنصر مهم لفهم سلوك الزجاج اتجه الناقب الآلي.

كلمات مفتاحية: زجاج، ناقب آلي، تشقق، صلادة،...

Thesis : **Study of the cracking of glass by instrumented indentation**

Name: **CHORFA** First name: **ABDELLAH**

Directed by: **HAMIDOUCHE Mohamed & MADJOUBI Mohamed A/Rahim**

SUMMARY

A systematic parametric study on the use of instrumented indentation (nano and micro indentation) was undertaken in order to evaluate the influence of the laboratory tests conditions on the mechanical behavior of two types of glasses (soda lime and borosilicate glass). This dissertation begins with a theoretical part covering essentially the instrumented indentation and scratch tests (principles, analysis and applications) in which a presentation of some works related to the mechanical behavior of glass toward indentation and scratch tests was made. The experimented part is subdivided into four chapters. The first one covers the glass materials nuances and the different experimental equipments used for conventional and instrumented indentation and scratch tests. A presentation of the results obtained by conventional means is given in this chapter.

The second chapter concerns not only the parametric study on the two glasses but also the scratch tests. The mechanical characterization is made in terms of hardness, young modulus and fracture toughness. The types of behavior observed optically were also evaluated from the comparison of the load-displacement curves obtained by instrumented indentation. Besides, a comparative study between the results obtained by micro indentation with those obtained by conventional means is made. In the third chapter, we first studied the behavior of the glasses toward cyclic indentation (constant and progressive mode) in order to follow the indentation fatigue effect in function of the parameters (cycles number, load, and dwelling duration). On the other hand, throughout the scratch tests made on the two glasses, we studied in the forth chapter the effect of the loading, chemical composition and the environment tests conditions on the glasses damage behavior.

Key word, Glass, Instrumented indentation , Cracking, Hardness

Thèse: **Etude De La Fissuration Du Verre Par L'indentation Instrumentée**

Nom : **CHORFA** Prénom : **ABDELLAH**

Encadreurs : **HAMIDOUCHE Mohamed & MADJOUBI Mohamed A/Rahim**

RESUME

Une étude paramétrique systématique sur l'utilisation de l'indentation instrumentée (nano et micro indentation) a été entreprise pour déterminer l'influence des conditions d'essai sur le comportement mécanique des deux types de verre (sodo-calcique, borosilicate). Le mémoire s'articule d'abord sur une partie théorique couvrant essentiellement l'indentation instrumentée et l'essai de rayage (principe, domaine d'application, aspect théorique..) dans laquelle on présente quelques travaux liés au comportement des verres à l'indentation et aux essais de rayage. La partie expérimentale est présentée en quatre chapitres. Le premier est consacré à la présentation des nuances étudiées et les dispositifs expérimentaux utilisés pour effectuer les essais d'indentation conventionnelle et instrumentée ainsi que les essais de rayage. Une présentation des résultats des essais conventionnels effectués sur les deux types de verre est donnée dans ce chapitre. Le deuxième se rapporte à l'étude paramétrique des deux verres ainsi qu'aux essais de calibrage effectués. La caractérisation a été faite en termes de mesure de la dureté, du module élastique et de ténacité. Les types de comportement dégagés par l'imagerie des verres indentés ont été quantifiés par comparaison des courbes force-déplacement, obtenues lors de l'indentation instrumentée. Par ailleurs, une étude comparative a été faite entre les résultats trouvées par la micro indentation instrumentée et ceux trouvés par les procédés conventionnelles.

Dans le troisième chapitre, on a étudié le comportement des verres étudiés à l'indentation cyclique (mode constant et progressif) pour suivre l'effet de la fatigue mécanique par indentation en fonction de plusieurs paramètres (nombre de cycles d'indentation, charge, temps de maintiens). D'un autre côté, à travers les essais de rayage effectués sur les deux types de verres on a pu montrer dans le quatrième chapitre l'effet de la charge, de la composition chimique et de l'environnement de l'essai sur la déformation des verres.

Mots clé : Verre, Indentation instrumentée, Fissuration, Dureté.