



**HAL**  
open science

## Détermination de la ténacité de matériaux fragiles ou ductiles à partir de l'essai d'indentation

Alain Iost

► **To cite this version:**

Alain Iost. Détermination de la ténacité de matériaux fragiles ou ductiles à partir de l'essai d'indentation. Revue de Métallurgie, 2013, 110, pp.215-233. 10.1051/metal/2013065 . hal-01070058

**HAL Id: hal-01070058**

**<https://hal.science/hal-01070058>**

Submitted on 6 Oct 2017

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



## Science Arts & Métiers (SAM)

is an open access repository that collects the work of Arts et Métiers ParisTech researchers and makes it freely available over the web where possible.

This is an author-deposited version published in: <http://sam.ensam.eu>  
Handle ID: <http://hdl.handle.net/10985/8660>

### To cite this version :

Alain IOST - Détermination de la ténacité de matériaux fragiles ou ductiles à partir de l'essai d'indentation - Revue de Métallurgie n°110, p.215-233 - 2013

Any correspondence concerning this service should be sent to the repository

Administrator : [archiveouverte@ensam.eu](mailto:archiveouverte@ensam.eu)

# Détermination de la ténacité de matériaux fragiles ou ductiles à partir de l'essai d'indentation

A. Iost

Arts et Métiers ParisTech; Laboratoire Mécanique, Surfaces, Matériaux & Procédés (MSMP),  
8 boulevard Louis XIV, 59046 Lille Cedex, France  
e-mail : alain.iost@ensam.eu

## Mots-clés :

Indentation ; ténacité ; rupture fragile ; rupture ductile ; mécanique continue du dommage ; propriétés mécaniques

## Key words:

Indentation; fracture toughness; brittle fracture; ductile fracture; continuum damage mechanics; mechanical properties

**Résumé** – les différentes méthodes qui utilisent l'essai d'indentation pour estimer la ténacité sont revues et commentées. Pour les matériaux fragiles, les formules sont principalement basées sur la mesure des fissures formées par l'indenteur ou, si l'essai est instrumenté, sur les décrochements (pop-in) observés sur la courbe charge-déplacement. D'autres méthodes moins connues peuvent utiliser la mesure de l'ouverture en fond de fissure, une équivalence entre la longueur de fissure formée et l'accroissement de pénétration de l'indenteur ou le clivage provoqué par une indentation proche du bord du matériau étudié. Pour les matériaux ductiles aucune fissure n'est visible à la surface, même pour les fortes charges appliquées. Dans ce cas la ténacité est reliée par la mécanique continue du dommage à un dommage critique mis en évidence par la diminution du module d'élasticité avec l'augmentation de la profondeur d'indentation. Toutes ces méthodes permettent de calculer la ténacité avec une incertitude pouvant aller au maximum à 50 %.

## Abstract – Fracture toughness evaluation of brittle or ductile materials by indentation testing.

Micro and nanoindentation tests are widely used to evaluate the fracture toughness of brittle materials. The methods are principally based on the radial cracks length as a function of indentation load. More recently methods were developed in relation with the pop-in observed on the loading portion of the load-displacement curve in instrumented indentation, measurement of the crack opening displacement or chipping induced by indentation near the edge of the material. For ductile materials a new indentation technique was recently introduced for estimating the fracture toughness, although no crack is observed. The critical indentation energy is related to the decreases of Young's modulus measured by indentation and a model based on continuum damage mechanic. In this paper, we propose a retrospective of these different methods using principally sharp indenters. All these methods are attractive because of their simplicity and ease of implementation. However, the uncertainties obtained for the measurement of toughness can be significant and even reach 50%.

Reçu le 7 Novembre 2012  
Accepté le 29 Mars 2013

## 1 Introduction

Les céramiques, le verre, et les matériaux amorphes (verres métalliques) sont des matériaux fragiles dont la rupture brutale se produit sans déformation plastique préalable lors d'essais de traction ou de compression. Cependant, on peut constater pour ces mêmes matériaux la formation d'une empreinte permanente laissée lors d'un essai de dureté. Pour le saphir parfaitement recuit, Page et al. [1] montrent que le matériau se déforme d'abord de façon purement élastique sous indentation (contraintes de Hertz) puis

que la contrainte augmente dans une zone confinée sous l'indenteur jusqu'à approcher la résistance théorique au cisaillement qui provoque une déformation plastique par émission de dislocations. Ce dernier stade est mis en évidence par une discontinuité (pop-in), sur la courbe force-déplacement en indentation instrumentée, consécutive au déplacement brutal de l'indenteur. L'observation en microscopie électronique en transmission montre une forte densité de dislocations près du point de contact résultant de la pression de confinement très importante induite par la zone de déformation

élastique environnante [2]. La concentration de contrainte associée aux dislocations peut être relaxée ensuite par la microfissuration. Un changement de structure peut également intervenir, par exemple pour le silicium et le germanium. Pour le verre, la zone de confinement provoque une densification (donc une variation de volume qui peut être recouverte par recuit) et une plasticité (c'est-à-dire une déformation irréversible à volume constant sous l'action des contraintes de cisaillement). Cette dernière peut être mise en évidence par l'observation de lignes de glissement ou la formation d'un bourrelet sur les bords de l'empreinte. Pour Rouxel et al. [3–5], la contribution relative de ces deux phénomènes dépend du coefficient de Poisson du verre : la densification peut contribuer jusqu'à 85 % de la variation de volume pour la silice pour laquelle  $\nu = 0,15$ . En ce qui concerne les verres métalliques, les tentatives pour expliquer la déformation plastique en faisant intervenir des modèles de dislocations généralisées par analogie aux structures cristallines ont échouées [6]. La déformation en indentation est hétérogène et localisée dans des bandes de cisaillement sous l'action des contraintes du même type. En-dessous de la température de transition vitreuse, Argon [7] émet l'hypothèse que la transformation s'effectue par cisaillements thermiquement activés, qui débutent autour de régions de volume libre sous l'action de la contrainte appliquée. Ces régions, d'une cinquantaine d'atomes, produisent une augmentation de volume libre en se transformant par cisaillement, et par conséquent un champ de déformation élastique qui propage la transformation dans les éléments de matière adjacents. Les bandes de cisaillement sont visibles à la surface de l'échantillon et se traduisent sur les courbes d'indentation instrumentée par de nombreux pop-in. Les mécanismes de plasticité dépendent de la vitesse de déformation [8], avec une transition entre des phénomènes localisés et une plasticité homogène relative à l'augmentation de la vitesse de déformation. La déformation plastique peut également entraîner la formation d'un bourrelet sur les bords de l'empreinte. Dans ce cas la dureté mesurée varie avec la profondeur de pénétration, mais la dureté réelle qui

prend en compte le bourrelet dans le calcul de la surface de contact, reste constante [9]. De nombreux articles de revue décrivent les essais de dureté [10–12], et dans la suite nous nous intéresserons exclusivement à son utilisation pour la détermination de la ténacité.

La ténacité, représentée par le facteur d'intensité de contrainte critique  $K_c$ , exprime la résistance d'un matériau à la propagation brutale des fissures. Si  $\sigma_c$  est la contrainte critique pour laquelle un défaut de longueur  $c$  se propage brusquement, alors selon Griffith [13] :

$$K_c = \alpha \sigma_c \sqrt{\pi c}. \quad (1)$$

Le facteur géométrique  $\alpha$  vaut 1 dans le cas d'une fissure elliptique située au centre d'une plaque de dimensions infinies.

$K_c$  est relié à  $G$ , le taux d'énergie disponible ou énergie libérée par unité de surface lors de la propagation de fissure, aussi appelée force d'extension de la fissure (Irwin a montré que cette formule est valable pour toutes les configurations de fissures).

$$K_c = \sqrt{2E'G} \quad (2)$$

avec  $E' = E$  module d'Young en contraintes planes, et  $E' = \frac{E}{1-\nu^2}$  en déformations planes.

$G$ , est égal à 2 fois l'énergie de surface,  $\gamma_s$  pour une rupture fragile, et  $2\gamma_s + \gamma_p$  pour une rupture ductile. Dans ce dernier cas, l'énergie de déformation plastique,  $\gamma_p$ , est nettement supérieur à l'énergie de surface qui peut souvent être négligée.

La détermination de la ténacité à partir de l'équation (1) se fait classiquement à l'aide d'essais normalisés [14]. Ces essais destructifs nécessitent une quantité de matière importante ; aussi de très nombreux travaux sont effectués pour les remplacer par des essais miniaturisés et plus simples, en particulier l'essai d'indentation.

Dans les paragraphes suivants nous allons revoir les différentes méthodes utilisées pour estimer la ténacité par l'essai d'indentation. Historiquement, ce dernier utilise la longueur des fissures formées dans des matériaux fragiles, tandis que des travaux récents proposent de caractériser la ténacité indépendamment de cette mesure de ces fissures pour des matériaux ductiles.

**Tableau 1. Paramètres géométriques relatifs aux principaux indenteurs pyramidaux utilisés.**  $d$  représente la diagonale de l’empreinte pour un diamant Vickers, et le côté de l’empreinte pour les indenteurs à base triangulaire. Le diamant Berkovich initial correspond à la même surface indentée que le diamant Vickers pour une profondeur de pénétration, identique. En nanoindentation on utilise la surface projetée (la dureté est égale à la pression moyenne de contact), et les angles ont été modifiés pour que celle-ci soit équivalente à celle de la pyramide à base carrée.

Table 1. Geometrical specifications for pyramidal indenters.

indenteur	$\Theta^\circ$	Aire projetée ( $h_c^2$ )	Aire de contact ( $h_c^2$ )	$d/h$	Volume ( $h_c^3$ )
Vickers	68	24,504	26,428	7,001	8,168
Berkovich initial	65,0333	23,969	26,440	7,440	7,990
Berkovich modifié	65,27	24,495	26,968	7,521	8,165
Coin de cube	35,2644	2,598	4,500	2,449	0,866

## 2 Détermination de la ténacité de matériaux fragiles

### 2.1 Méthodes basées sur la mesure de la longueur des fissures

Nous nous limiterons ici aux indenteurs pyramidaux pointus : Vickers, Berkovich ou coin de cube, caractérisés par l’angle  $\Theta$  que fait une face par rapport à une normale à la base. Pour l’essai Vickers, la dureté HV est le rapport de la charge appliquée,  $P$ , sur la surface de contact calculée à partir de la diagonale de l’empreinte résiduelle. En nanoindentation (indenteurs Berkovich et coin de cube) on considère la surface projetée calculée à partir de la profondeur de pénétration maximale  $h_c$ . Les paramètres géométriques pour ces trois types d’indenteurs sont indiqués dans le Tableau 1.

On savait depuis longtemps qu’un essai de dureté effectué sur un matériau fragile provoquait la formation de fissures près de l’empreinte résiduelle, et de nombreuses tentatives avaient été effectuées pour relier la ténacité à la formation de ces fissures. Cependant les véritables débuts de la mécanique de la rupture ne datent que du début de la deuxième guerre mondiale [15], et ses concepts n’étaient pas suffisamment établis pour que les résultats soient fiables, d’autant plus que la dispersion des résultats expérimentaux était trop grande.

Palmqvist, le premier à tenter une approche scientifique [16, 17], effectua sur des cermets à base de carbure de tungstène et de cobalt des essais de dureté Vickers, sous des charges croissantes, jusqu’à l’apparition de fissures pour une charge critique  $P_K$  et une profondeur de pénétration de l’inden-

teur  $h_k$ . Il définit un paramètre de ténacité  $S_K$  qui correspond au travail fourni par l’indenteur pour provoquer la fissuration :

$$S_K = \int_0^{h_k} P dh = \int_0^{d_k} HV \frac{d^2}{2 \cos 22^\circ} \frac{1}{7} \quad (3)$$

$$\text{ou } S_K = \frac{\alpha}{HV} P_K^{3/2} \text{ en Kg m.} \quad (4)$$

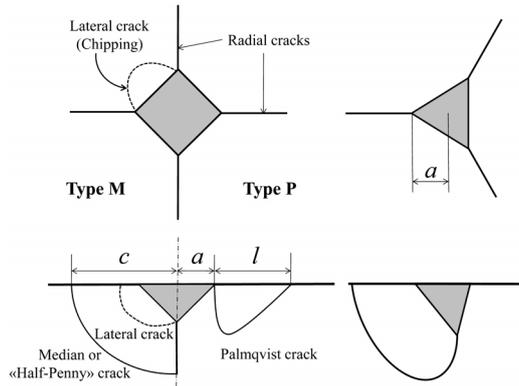
Cette « ténacité » est corrélée à la résistance à la rupture en flexion pour des carbures posédants différents pourcentages en cobalt. Nous verrons dans les paragraphes suivants que le travail fourni pour former la fissure sera utilisé pour calculer le facteur d’intensité de contrainte critique de matériaux, que ces derniers soient fragiles ou ductiles. Mais entretemps, les principes de la mécanique de la rupture ont été établis (les premières valeurs de la ténacité de ces carbures ont été obtenues 15 ans plus tard [18–20]), et l’instrumentation de l’essai d’indentation a permis de calculer cette énergie de façon plus précise.

Au-delà du seuil d’initiation de fissure, Palmqvist établit une relation linéaire entre la charge appliquée et la longueur,  $l$ , de la fissure (Fig. 1) :

$$P = wl + P_0 \quad (5)$$

relation qui dépend fortement des conditions de préparation de la surface.

Le comportement linéaire sera confirmé par Exner [21] qui montre également que  $P_0$  dépend des contraintes résiduelles de compression engendrées par le polissage. Après des polissages successifs avec des papiers abrasifs de plus en plus fins pour éliminer la couche écrouie,  $P_0 = 0$ .



**Fig. 1. Les différentes géométries de fissures en indentation Vickers (gauche) ou Berkovich (droite).**

*Fig. 1. Different geometries of cracks produced by Vickers (left) or Berkovich (right) indenters.*

Viswanadham et al. [22] ainsi que Peters [23], constatant que l'unité de  $w$  dans l'équation (5) est la même que celle de la force d'extension de la fissure, proposent la relation de proportionnalité suivante :

$$w = \alpha G = \alpha \frac{K_c^2}{E'} \quad (6)$$

avec  $\alpha$  une constante déterminée de façon empirique.

Warren et Matzke [24] ainsi que Niihara [25] développent de façon indépendante des modèles empiriques pour relier  $w$  (appelée souvent ténacité de Palmqvist) à la ténacité :

$$K_c = \beta (Hw)^{1/2}. \quad (7)$$

Pour Niihara les 4 fissures semi-elliptiques sont indépendantes, et la constante  $\beta$  fonction du rapport  $E/H$  :  $\beta = 0,0246(E/H)^{1/2}$ , alors que pour Shetty et al. [26] les fissures restent ouvertes après retrait de l'indenteur grâce aux contraintes résiduelles créées par la zone plastique, et  $\beta$  est fonction du coefficient de Poisson et de l'angle de l'indenteur soit  $\beta = 0,0889$  pour WC-Co, valeur analogue à celle trouvée empiriquement par Warren et Matzke. Après comparaison de ces différentes formules, Spiegler et al. [27] recommandent celle de Shetty et al., qui permet d'obtenir la ténacité de WC-Co avec un écart maximal de 20 % par rapport aux résultats obtenus par les méthodes classiques.

Une deuxième approche dans le calcul de la ténacité à partir des fissures formées par indentation (Fig. 1) est due à Lawn, Evans, Charles et co-auteurs qui étudient des matériaux vitreux ou céramiques bien plus fragiles que le carbure de tungstène, et pour lesquels la forme des fissures est différente. De nombreuses publications de ces auteurs sont en particulier disponibles sur le site du "National Institute of Standards and Technology's" (NIST) : [http://www.msel.nist.gov/lawn/Publications/Publication\\_List.htm](http://www.msel.nist.gov/lawn/Publications/Publication_List.htm)

En se basant sur les conditions de Griffith (l'augmentation de l'énergie de surface correspond à la diminution de l'énergie mécanique totale nécessaire à la propagation des fissures) Lawn et Fuller [28,29] montrent que :

$$GE = \alpha P^2 / c^3. \quad (8)$$

Le facteur d'intensité de contrainte critique est ensuite introduit par Lawn et Marshall [30,31] :

$$K_c = \chi_r P c^{-3/2}. \quad (9)$$

La détermination de la constante  $\chi_r$  a fait l'objet de très nombreux travaux basés sur des considérations théoriques, ou plus souvent sur des corrélations avec des valeurs de ténacité obtenues par les techniques classiques de mécanique de la rupture. Les formules utilisées peuvent considérer également la forme des fissures formées pendant l'indentation ainsi que la dureté et le module d'Young. Les fissures radiales qui se forment aux coins de l'indenteur à cause des concentrations de contrainte peuvent être de type Médian (M) ou Half-Penny si elles se développent en arc de cercle au-dessous de l'empreinte. Quatre fissures partent des coins de l'empreinte de dureté pour un diamant Vickers (trois pour un diamant Berkovich) et sont visibles en surface. Si elles se développent uniquement aux coins de l'empreinte et ne se propagent pas sous cette dernière, elles sont dites de type Palmqvist (P) (c'est le cas en particulier des matériaux assez tenaces, tels que le carbure de tungstène). La forme des fissures dépend également de la charge appliquée. Généralement les fissures de type Palmqvist se transforment en type Médian quand la charge augmente. D'après Niihara et al. [32] les fissures sont de type M si  $c/a \geq 2$ , et de type P si  $l/a \leq 2,5$

ou  $c/a \leq 3,5$ ,  $a$  étant la distance entre le centre et l'extrémité d'une arête de l'empreinte. La nature des fissures peut être différenciée empiriquement en traçant la variation de leur longueur en fonction de la charge appliquée :  $c$  varie comme  $P^{2/3}$  pour le type M, et comme  $BP + DP^{1/2}$  pour le type P.

Ponton et Rawlings [33–35] comparent ces formules pour des matériaux dont les facteurs d'intensité de contrainte critique sont connus et concluent que la plupart des 19 équations étudiées à l'époque (aujourd'hui il en existe une cinquantaine) donne des résultats en accord avec les bonnes valeurs à 30 % près.

La formule la plus utilisée est celle qu'Antis et al. [36] ont obtenue par corrélation avec des essais de mécanique de la rupture classiques (DCB) pour 16 matériaux (verres, céramiques, silicium, alumine, carbure de tungstène) de facteurs d'intensité de contrainte critique compris entre 0,74 et 12 MPa  $\sqrt{m}$  :

$$K_c = (0,016 \pm 0,004) (E/H_0)^{1/2} P c^{-3/2}. \quad (10)$$

Cette formule est établie selon l'hypothèse que les fissures du type Half-Penny se forment pendant la décharge, au-dessous de l'indenteur, sous l'action du champ résiduel de contraintes en tension qui maintient les fissures en équilibre à la valeur de la force d'extension de la fissure critique. Elle est considérée valable pour les fissures bien développées, que celles-ci soient de type M ou P, avec une incertitude proche de  $\pm 25$  %. En fait, en tenant compte de l'intervalle de confiance à 95 % utilisé, cette l'incertitude devient  $\pm 50$  %, ce qui signifie que deux matériaux, ayant le même facteur d'intensité de contrainte critique, peuvent avoir un  $K_c$  mesuré par indentation variant d'un facteur 3, c'est-à-dire un rapport entre la longueur des fissures de 2.

Pour un diamant Berkovich les valeurs rapportées pour la constante varient de 0,026 [37] à 0,0319 [38] au lieu de 0,016 pour l'essai Vickers. Il est également possible d'utiliser un indenteur en forme de coin de cube (CC), d'angle au sommet plus aigu, qui provoque donc plus aisément une fissuration grâce à la concentration de contraintes plus élevée. Selon Pharr [39] qui constate une incertitude d'environ  $\pm 40$  %

pour l'équation (10) en prenant 0,036 comme valeur de la constante, la charge pour provoquer la fissure est d'un à deux ordres de grandeur plus petit, et parfois même plus : de 0,5 à 1,5 mN pour le quartz fondu et un diamant CC contre 1000 à 1500 mN pour un diamant Vickers. La dispersion plus grande s'explique par le fait que plus l'indenteur est pointu : plus la répartition des hétérogénéités joue un rôle important car le volume indenté est plus petit. Kruzic et al. [40] font remarquer que la dispersion doit être bien plus grande encore, puisque la corrélation effectuée pour déterminer la constante est effectuée avec un nombre plus réduit de matériaux que celui utilisé par Antis et al. pour établir l'équation (10). Toujours pour un diamant CC, Scholz et al. [41] vérifient que la formule utilisée permet d'obtenir une estimation correcte avec des rapports  $c/a$  aussi petits que 1,2, mais à condition de considérer des valeurs de la constante beaucoup plus faibles : 0,022 pour le quartz et 0,026 pour le saphir. Dans ce cas il est cependant douteux que les conditions de la mécanique élastique linéaire de la rupture soient respectées, puisque la taille des fissures peut être plus petite que la zone de déformation plastique.

Selon Gong [42], l'incertitude dans la détermination de la ténacité à partir de la mesure de longueur des fissures est liée au fait que la dureté dépend de la charge appliquée. Il faut donc remplacer  $H_0$  dans la formule (10) par la dureté mesurée pour la charge qui a provoqué la formation de la fissure, ce qui revient à introduire la taille de l'empreinte correspondante :

$$K_c = 0,046 (EH)^{1/2} a^2 c^{-3/2}. \quad (11)$$

Gong montre qu'effectivement le rapport  $a^2/c^{3/2}$  ne dépend pas de la charge appliquée, ce qui n'est pas le cas pour la relation  $P/c^{3/2}$ , et donc que l'utilisation de (11) diminue la dispersion des résultats.

Une autre façon de diminuer cette dispersion consiste à exprimer le rapport  $E/H$  en fonction des énergies de déformation totales et élastiques mesurées à partir de la courbe force déplacement en indentation instrumentée [43] :

$$\frac{H}{E} = k \frac{w_u}{w_t} \quad (12)$$

avec  $w_t = \int_0^{h_m} P dh$  et  $w_u = \int_{h_p}^{h_m} P dh$ ,  $h_m$  étant le déplacement de l'indenteur pour la charge maximum et  $h_p$  le déplacement résiduel après retour élastique. Le gain de précision s'avère particulièrement important avec les matériaux pour lesquels un bourrelet se forme sur les côtés de l'empreinte pendant l'essai (pile-up). Cheng et Cheng [43] font cependant remarquer que la formule (12) doit être corrigée d'un facteur faisant intervenir le coefficient d'écrouissage du matériau, notamment lorsque le rapport  $H/E$  est faible. En combinant les équations (9) et (12), Zhang et al. [44] obtiennent :

$$K_c = \lambda \left( \frac{w_t}{w_u} \right)^{\frac{1}{2}} P c^{-\frac{3}{2}}. \quad (13)$$

La constante  $\lambda$ , calibrée à partir de matériaux connus (silice fondue, verre de sodium, pyrex, Si (111)), est voisine de 0,0695 pour un diamant en coin de cube. Nul besoin dans ce cas de tenir compte de la variation de dureté avec la charge, ce qui rejoint les préconisations de Gong.

L'équation (10) est adaptée pour les fissures de type P par Laugier [45] :

$$K_c = 0,0143 \left( \frac{l}{a} \right)^{-1/2} \left( \frac{E}{H_0} \right)^{2/3} P c^{-3/2}. \quad (14)$$

Le coefficient est de 0,022 pour un diamant Berkovich, et 0,057 pour un coin de cube d'après [37].

Il est également possible d'estimer les contraintes résiduelles,  $\sigma_r$ , qui vont également contribuer au développement des fissures en traçant la variation de  $K_c$  en fonction de  $\sqrt{c}$  [46,47] :

$$K_c = (0,016) \left( \frac{E}{H_0} \right)^{\frac{1}{2}} P c^{-\frac{3}{2}} \pm \varphi \sigma_r c^{\frac{1}{2}}. \quad (15)$$

Les signe + et - correspondent respectivement à des contraintes de compression et de traction ; la constante  $\varphi$ , voisine de 1 est souvent prise égale à  $2/\sqrt{\pi}$ . En fait une valeur plus précise est donnée par :

$$\varphi = 1,12 \sqrt{\pi} \frac{e/c}{(3\pi/8) + (\pi/8)(e/c)^2} \quad (16)$$

où  $e$  est la profondeur de la fissure radiale. Malzbender [48] a montré que cette constante varie entre 0 et 1,46 en fonction

de la forme des fissures. Si celles-ci sont parfaitement semi-circulaires, alors  $e = c$ , et  $\varphi = 1,26$ . Il faut cependant remarquer qu'une variation de la ténacité mesurée en fonction de la charge appliquée peut ne pas être due aux contraintes résiduelles, mais à un artefact de mesure. La formation d'un bourrelet sur les bords de l'empreinte ou la variation de dureté avec la charge, peuvent faire en sorte que l'on trouve une ténacité supérieure pour les fortes charges et les grandes longueurs de fissures. Notons également que, pour certains matériaux céramiques, la ténacité apparente dépend de la longueur de la fissure (courbe R en mécanique de la rupture classique), et dans ce cas la mesure de la ténacité par indentation selon les méthodes précédentes n'est pas adaptée.

Par contre, cette mesure devient possible à condition de considérer l'écartement des fissures. Fett et al. [49,50] calculent l'ouverture de fissure,  $\delta$ , causée par l'application de la charge pendant un essai Vickers. Une solution approchée est donnée par :

$$\delta_{\text{tip}} = K_{\text{tip}} \frac{\delta'}{K'} \frac{4\sqrt{c}}{\pi E'}$$

avec :

$$\frac{\delta'}{K'} = A \left( 1 - \frac{r}{c} \right)^{\frac{1}{2}} + B \left( 1 - \frac{r}{c} \right)^{\frac{3}{2}} + C \left( 1 - \frac{r}{c} \right)^{\frac{5}{2}} \quad (17)$$

$$A = \frac{\pi}{2} \left( \frac{c}{a} \right)^{\frac{1}{2}} ; B = 0,011 + 1,8197 \ln \left( \frac{c}{a} \right) ;$$

$$C = -0,6513 + 2,121 \ln \left( \frac{c}{a} \right)$$

pour  $2,5 < \frac{c}{a} < 10$ .

La signification de  $\delta$ ,  $a$ ,  $c$  et  $r$  est donnée sur la Figure 2.

Cette méthode permet de calculer la ténacité en mesurant l'écartement des fissures en AFM. Si on utilise uniquement le premier terme du développement limité, l'ouverture en fond de fissure devient :

$$\delta_{\text{tip}} = \sqrt{\frac{8}{\pi}} \frac{K_{\text{tip}}}{E'} \sqrt{c-r},$$

ce qui correspond à la relation d'Irwin [15].

Pour les fissures courtes, Schneider et Fett [51] montrent que la constante de l'équation (10) diminue quand le rapport  $c/a$  tend vers 1, ce qui confirme les résultats précédents trouvés par Scholz et al. [41].

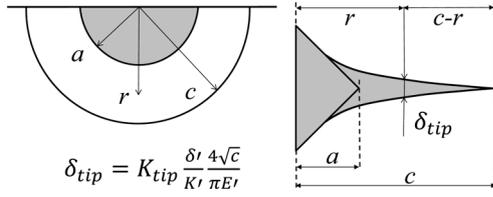


Fig. 2. Définition des paramètres d'ouverture de fissure pour l'essai Vickers.

Fig. 2. Vickers parameters for C.O.D. measurements.

## 2.2 Méthodes ne nécessitant pas la mesure de la longueur des fissures (matériaux fragiles)

Dès 1967, Frank et al. [52] établissent une relation entre le facteur d'intensité de contrainte critique, la force appliquée, et l'amorçage de la fissure. Cette relation est établie en dureté Hertzienne puis en dureté Vickers [28, 30, 53]. La fissure, qui peut être mise en évidence par émission acoustique [54], apparaît dès que le défaut atteint une taille critique fonction de  $K_c$  et  $H$ . Au-delà, le défaut se propage jusqu'à la rupture.

En contact sphère – plan, le contact élastique est décrit par les contraintes de Hertz qui augmentent avec la charge appliquée jusqu'à la valeur critique ; la fissure se propage alors sous forme d'un cône.

Avec un indenteur pointu, la déformation qui précède la fissuration est élasto-plastique. Tenant compte de la similarité, le champ de contrainte est indépendant de la charge appliquée ce qui implique la présence d'un défaut critique à l'interface entre les zones de déformation plastique et élastique pour former la fissure. En évoquant les conditions d'équilibre de Griffith ces auteurs obtiennent comme charge d'initiation de fissure :

$$P_c = \beta \frac{K_c^4}{H^3}. \quad (18)$$

La constante  $\beta$  est évaluée à  $1,6 \times 10^4$  à partir de corrélations effectuées sur différents matériaux, alors que sa valeur théorique pour une fissure de type Médian est de  $2,2 \times 10^4$  (avec  $H$  en GPa,  $K_c$  en MPa  $\sqrt{m}$  et  $P$  en N) [36]. Ultérieurement, Lawn et Marshall [55] introduisent dans cette formule le rapport  $E/H$  :

$$K_c^4 = P_0 \beta (A_0^2 / \delta_0) (\cot \theta)^{2/3} H^3 / E \quad (19)$$

avec  $A_0 = 3/4$  et  $\delta_0 = 1200$ .

La dispersion des résultats est, en partie, fonction de l'hétérogénéité du matériau. Les mesures de dureté caractérisent un volume réduit par rapport aux essais classiques de mécanique de la rupture, et sont donc plus sensibles à la répartition des défauts au voisinage de l'empreinte. Plus récemment Mikowski et al. [56] reprennent cette méthode en nanoindentation instrumentée et introduisent un traitement statistique pour s'affranchir de la dispersion des résultats. En indentation instrumentée, il est parfois possible d'observer des discontinuités sur la courbe force-déplacement pendant la mise en charge. Ces accidents sont appelés pop-in (le même terme est utilisé pour les essais conventionnels de mécanique de la rupture et correspond alors à une propagation instable de la fissure).

Pour calculer  $K_c$ , Mikowski et al. suggèrent plusieurs améliorations :

- Le seuil d'initiation de fissure,  $P_c$ , est caractérisé à partir de la première discontinuité observée sur la courbe charge – déplacement.
- Une mesure plus précise de ce seuil est obtenue en traçant la variation du rapport  $dP/dh$  en fonction de  $P^1$ .
- Une étude statistique (Weibull à deux paramètres) sur 25 essais permet de calculer cette charge critique avec une probabilité de 50 %.
- La ténacité est calculée à partir de la formule (18) en prenant la même valeur de la constante pour l'indenteur Berkovich que celle utilisée pour l'indenteur Vickers [37].

Les résultats obtenus par cette méthode sont en bon accord avec ceux utilisant la formule (10).

Pour Field et al. [58], le pop-in est associé à un changement de mode de propagation de la fissure. Dans le cas où il n'est pas possible de mesurer la longueur des fissures formées (celles-ci étant trop petites), ils proposent un modèle associant la propagation à un écartement des lèvres de la fissure  $\delta_{cod}$  en mécanique de la rupture

<sup>1</sup> (Morris et al. [57] proposent plutôt de mettre en évidence le pop-in en représentant la variation du rapport de la complaisance sur la variation instantanée de pente de la courbe force-déplacement en fonction du déplacement).

classique (CTOD : Crack Tip Opening Displacement en anglais) :

$$\delta_{\text{cod}} = 2h_{\text{ex}} \cot\varphi \operatorname{tg}30^\circ \quad (20)$$

où  $\varphi$  est l'angle entre les faces de l'indenteur et  $h_{\text{ex}}$  l'augmentation de pénétration due à la fissuration :  $h_{\text{ex}} = h_{\text{m}} - h_{\text{t}}$  avec  $h_{\text{m}}$  le maximum de pénétration avec pop-in et  $h_{\text{t}}$  le maximum de pénétration sans pop-in.

Field et al. établissent alors une relation entre la longueur de fissure,  $c$ , et l'augmentation brusque de profondeur de pénétration de l'indenteur :

$$c = \sqrt{2h_{\text{m}}} + \left( Q \frac{E'}{H_M} - \sqrt{2} \right) h_{\text{ex}}. \quad (21)$$

Puis ils dérivent l'équation précédente :

$$\frac{dc}{dh_x} = Q \frac{E'}{H_M} - \sqrt{2} = \frac{dc}{dP^{2/3}} \frac{dP^{2/3}}{dh_x}. \quad (22)$$

Le premier terme correspond à une relation linéaire entre la longueur de fissure et la force appliquée élevée à la puissance 2/3 (Eq. (9)), et le deuxième terme est l'inverse de la même relation en remplaçant la longueur de fissure par l'augmentation de profondeur de pénétration produite par la fissuration.

En utilisant un diamant en coin de cube et en mesurant la longueur des fissures au moment du pop-in, Field et al. montrent que ces deux relations sont linéaires et permettent de calculer  $Q$ . Les valeurs obtenues pour la silice fondue et le carbone vitreux sont du même ordre de grandeur (respectivement 4,55 et 4,91) et l'hypothèse est faite que la valeur de  $Q$  serait indépendante du matériau. Il serait donc possible de calculer  $K_c$  sans avoir besoin d'imager les fissures, ce qui pose le plus souvent de grandes difficultés à cause de la taille réduite de ces dernières. Ces résultats sont confirmés par Scholz et al. [41] qui obtiennent  $Q = 3,95$  pour le quartz fondu et 3,08 pour le saphir, matériau pour lequel le pop-in est faiblement marqué et difficile à quantifier. Cette méthode semble permettre de calculer le facteur d'intensité de contrainte critique avec une incertitude de 30 %, incertitude comparable à celle obtenue avec les autres méthodes utilisant l'essai d'indentation.

Une adaptation récente d'une méthode plus ancienne permet également de se dispenser de mesurer la longueur des fissures.

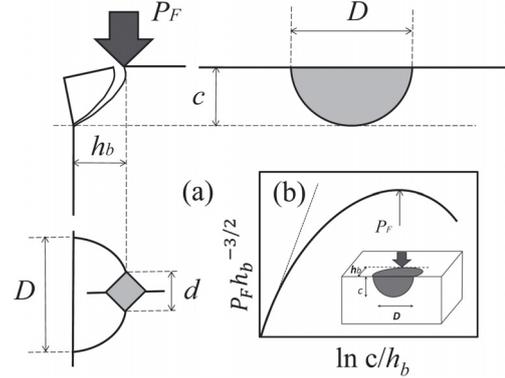


Fig. 3. (a) Représentation schématique de l'écaillage produit par indentation et (b) de la variation de  $P/h_b^{3/2}$  en fonction de  $c/h_b$ . Le maximum de cette courbe obtenue à partir d'essais effectués à des distances variant de 0,2 à 2 mm du bord est utilisé par Chai et Lawn [64] pour calculer la ténacité du matériau.

Fig. 3. (a): Schematic of chip formation by edge indentation. (b): Plot of  $P/h_b^{3/2}$  as function of the relative crack size obtained for data for  $h_b$  in the range 0.2 to 2 mm (from [64]). The maximum,  $P_F$  is used to calculate the toughness (Eq. (22)).

Un choc exercé près du bord d'un matériau fragile peut provoquer un écaillage. Des études empiriques pour le choix de la force à appliquer, la distance de l'impact au bord du matériau, l'inclinaison de la direction du choc par rapport à la surface ... ont permis à l'homme du néolithique de tailler des outils pour la chasse. Le mécanisme de formation de ces écailles conchoïdales a été étudié par Cotterell et al. [59] en mécanique de la rupture, en assimilant la pierre taillée à une éprouvette DCB (Double Cantilever Beam). Si on remplace le percuteur par un indenteur, le même effet peut se produire (Fig. 3a). Les analyses successives de Mac Cormick [60], Morrell [61], Gogotsi [62, 63], et leurs co-auteurs utilisant différentes formes d'indenteurs (Rockwell, Vickers, Cône, Knoop, Berkovich) montrent des relations linéaires entre la charge critique d'écaillage,  $P_F$ , et la distance,  $h_b$ , du point indenté au bord de la surface, ainsi qu'avec les dimensions de l'écaillage. Gogotsi [62] observe également que la pente  $P_F-h_b$  est proportionnelle à la ténacité pour les différents verres et céramiques étudiés.

En 2007, Chai et Lawn [64] approfondissent cette méthode en considérant l'endommagement produit par une indentation

Vickers située à environ 1 mm du bord du matériau étudié. La force, comprise entre 50 et 300 N, est appliquée avec une vitesse de  $1 \text{ N s}^{-1}$  jusqu'à ce que l'écaillage se produise. Ils vérifient que les dimensions de l'écaille,  $D$  et  $c$  (Fig. 3a), varient de façon linéaire avec la distance  $h_b$  du bord à laquelle l'indentation est faite pour tous les matériaux de l'étude. La transparence du verre permet de suivre la variation de la taille de la fissure avec la charge imposée. Le produit  $Ph_b^{-3/2}$  varie d'abord de façon linéaire avec la taille relative de la fissure ( $\ln c/h_b$ ) puis atteint un maximum,  $P_F h_b^{-3/2}$  à partir duquel la fissure devient instable et débouche à la surface (Fig. 3b).

L'équation (23) est obtenue par analogie avec l'équation (10). La constante  $\beta = 9,3 \pm 1,3$  est indépendante du matériau avec un écart maximum par rapport à la valeur réelle de  $\pm 25 \%$ .

$$K_c = \frac{1}{\beta} P_F h_b^{-3/2}. \quad (23)$$

Les résultats du calcul de la ténacité avec les équations (10) et (23) sont en bon accord, mais la seconde présente l'avantage de ne pas avoir à mesurer les fissures formées, puisque seule la valeur de  $P_F$  est utilisée.

Notons également que cet essai peut être utilisé pour mesurer l'adhésion de films ductiles déposés sur un substrat fragile [65].

### 2.3 Méthodes énergétiques

Les méthodes énergétiques sont principalement utilisées pour déterminer la ténacité de films minces et fragiles, pour lesquels trois phénomènes peuvent être observés lors de l'essai d'indentation instrumenté :

1. Une fissure circulaire se forme dans le revêtement autour de l'indenteur puis se propage rapidement jusqu'au substrat si le film est suffisamment mince. De petites discontinuités, généralement peu visibles, viennent perturber la courbe force-déplacement.
2. Le revêtement se soulève. Cette délamination ne provoque pas de pop-in mais seulement une augmentation de la pente de la courbe de variation de la dureté avec la charge appliquée.

3. Le revêtement s'écaille et se sépare du substrat entraînant un déplacement brusque de l'indenteur qui est visible sur la courbe charge-déplacement. Ce déplacement est horizontal si la courbe est enregistrée en charge imposée, et vertical dans le cas d'un déplacement imposé. Le déplacement est utilisé pour déterminer la ténacité du revêtement à partir des variations d'énergie mesurées.

Si on néglige la chaleur dissipée, le fluage et les transformations de phase (par exemple l'amorphisation du germanium [66]) le travail,  $w_T$ , des forces appliquées par l'indenteur est transformé en énergie de déformation élastique  $U_{el}$ , en énergie dissipée par la rupture  $U_{rupt}$  :

$$w_T = \int_0^{h_{max}} P dh = U_p + U_{el} + U_{rupt}. \quad (24)$$

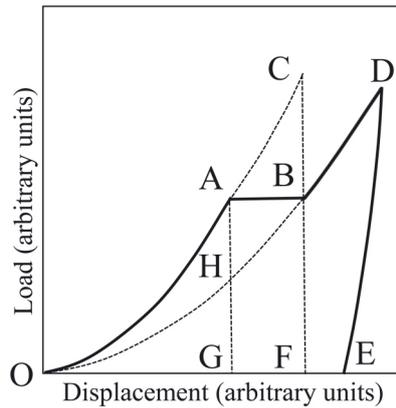
La quantité d'énergie irréversible dissipée dans un cycle,  $U_{ir} = U_p + U_{rupt}$ , est reliée à surface comprise entre les courbes de charge et de décharge.

En 1997, Li et al. [67] décrivent les premiers cette démarche énergétique illustrée schématiquement sur la Figure 4 pour un indenteur en coin de cube. La courbe enregistrée en charge imposée est OABDE; les parties AC et CB sont extrapolées pour une meilleure compréhension. L'écaillage se produit au point A et se traduit par un déplacement rapide AB, puis le déplacement de l'indenteur se poursuit avec l'augmentation de la charge. L'énergie emmagasinée dans le matériau serait l'aire OCF si la fissure ne se produisait pas, mais à cause de celle-ci, cette énergie est OABF. La différence, c'est-à-dire l'aire ABC, correspond à l'énergie de propagation de fissure  $U_{rupt}$ . Pour une fissure circulaire de rayon  $C_r$  Li et al. en déduisent la ténacité du revêtement d'épaisseur  $t$  :

$$K_c = \sqrt{\frac{E' U_{rupt}}{A_{rupt}}} = \sqrt{\frac{E'}{2\pi C_r} \frac{U_{rupt}}{t}}. \quad (25)$$

L'année suivante Li et al. [68] obtiennent des résultats similaires avec un indenteur conique.

Pour den Toonder et al. [69] l'énergie de rupture n'est pas l'aire ABC, bien que celle-ci



**Fig. 4. Courbe d'indentation en charge imposée montrant le déplacement brutal de l'indenteur causé par l'écaillage du film. Les lettres A to H délimitent les domaines utilisés pour calculer l'énergie de fissuration.**

*Fig. 4. Load-displacement curve showing the effect of film chipping in controlled-load experiment. Letters A to H correspond to the limits of the different area used to calculate the dissipated energy.*

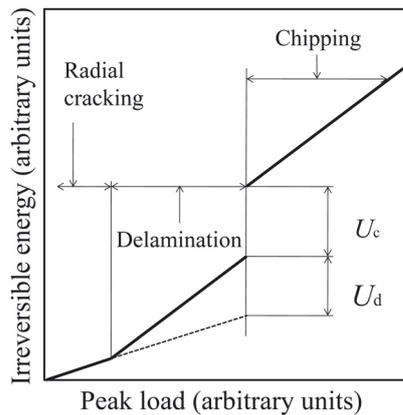
permette d'estimer correctement la ténacité. Ils modélisent les courbes de charge et de décharge par des lois puissance, et montrent que la véritable énergie de rupture est comprise entre deux limites : l'une inférieure correspond à un comportement purement élastique, et l'autre supérieure à un comportement totalement irréversible (respectivement les aires OAB et ABFG sur Fig. 4). Puisque ces essais sont effectués à charge imposée, l'indenteur ne trouve pas de résistance et se déplace brusquement pour pénétrer dans le substrat lors de la rupture du film. Pour Michel et al. [70] il faut soustraire de l'aire ABFG l'énergie de déformation plastique du substrat (aire BHGF) et la variation d'énergie pour l'écaillage est donc l'aire ABH. Sur la Figure 4, la courbe OB correspond au chargement partiel du substrat. Ces trois variantes de calcul sont comparées pour un dépôt CVD de carbone amorphe déposé sur un substrat de silicium monocristallin [70]. Les résultats sont assez proches : 3,3 ; 2,9 ; et 3,7 MPa  $\sqrt{\text{m}}$  respectivement pour les méthodes de Michel, Li et den Toonder, soit une différence inférieure à 30 % entre les valeurs extrêmes.

Une difficulté rencontrée lors de l'interprétation de ces essais tient au fait que l'énergie irréversible est ici la somme de l'énergie de rupture et de l'énergie de

déformation plastique du substrat. Pour cette raison Warren et Wyrobek [71] préconisent de travailler en déplacement imposé, conditions expérimentales pour lesquelles la chute brutale de force appliquée correspond uniquement à la formation de la fissure, sans influence du substrat. Par analogie avec les travaux de den Toonder et al. Chen et Bull développent cette approche en calculant les énergies minimale et maximale de fissuration en déformation imposée [72, 73] et modifient également les bornes proposées par den Toonder pour les essais en charge imposée. Pour éviter le changement de comportement élasto-plastique après rupture du film, Chen et Bull [74] proposent également d'utiliser des charges aussi faibles que possible, bien que les fissures plus petites soient difficilement observables en microscopie électronique en balayage ou en AFM ; la microscopie électronique en transmission devrait donner des résultats plus fiables.

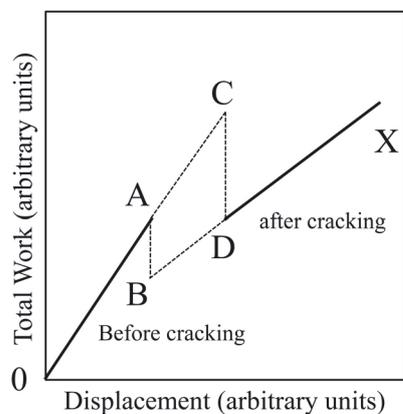
Devant la difficulté pour séparer les énergies irréversibles de déformation plastique et de rupture, Malzbender et With [75] présentent une nouvelle méthode expérimentale qui consiste à effectuer une série d'essais d'indentation avec des charges appliquées croissantes. Pour chaque courbe, la variation d'énergie irréversible  $w_{\text{IR}}$  est calculée à partir de la différence entre les courbes de charge et décharge. La valeur de cette énergie est ensuite tracée en fonction de la charge appliquée (Fig. 5). La déformation plastique, la formation des fissures latérales puis la délamination provoquent une augmentation de l'énergie proportionnelle à la charge appliquée, alors que l'écaillage provoque une variation brutale. C'est cette dernière variation de l'énergie,  $U_c$ , qui est utilisée pour calculer la ténacité (Eq. (25)). Cette méthode peut également s'appliquer à l'essai de rayage [76].

Nakonechna et al. [77] proposent une variante de cette méthode qui ne nécessite qu'un seul essai. Le travail irréversible d'indentation est tracé en fonction de  $P$ , et sa première variation brusque correspond à l'énergie de rupture. Pour Chen et Bull [72, 78] les nombreux accidents visibles sur cette courbe perturbent les résultats et ces auteurs préfèrent tracer le travail



**Fig. 5. Variation en fonction de la charge appliquée de l'énergie irréversible dissipée pendant l'écaillage (d'après [75]).**

*Fig. 5. Schematic of irreversibly dissipated energy  $w_{IR}$ , as a function of the peak load during indentation (from [75]).*



**Fig. 6. Variation du travail en indentation avant (OA) et après (DX) écaillage du film (selon [78]). L'énergie correspondante à la fissuration et utilisée pour calculer la ténacité, est la différence des segments CD et AB.**

*Fig. 6. Schematic of the extrapolated total work versus displacement before and after cracking (from [78]).*

total, obtenu à partir de la surface située sous la courbe charge-déplacement, en fonction du déplacement (Fig. 6). La courbe enregistrée est OADX, et les parties AC et DB sont extrapolées pour une meilleure compréhension. AB représente la différence de comportement élasto-plastique du matériau avant et après rupture, et CD la différence de comportement due à la fissure englobant les variations d'énergie élasto-plastique et de rupture. La différence des segments CD-AB est associée à l'énergie de rupture par écaillage.

Zhang et Zhang [79] reconsidèrent récemment les résultats publiés par six auteurs utilisant la méthode énergétique, et constatent que la longueur des paliers mesurés sur les courbes force-déplacement correspond curieusement à l'épaisseur du revêtement dans le cas où les duretés du film et du substrat sont du même ordre de grandeur. Ce fait est corroboré par l'observation des micrographies associées sur lesquelles le substrat semble visible. Que le contact entre l'indenteur et le substrat soit perdu au point A de la Figure 4 et retrouvé en B ne permet pas de relier ces deux points de façon linéaire ; l'indenteur chute brusquement en A jusqu'à ce qu'il atteigne le substrat et peut même, comme l'ont fait remarquer Chen et Bull, pénétrer dans ce dernier si le revêtement est moins dur que le substrat. Dans ce cas la longueur du palier est plus faible que l'épaisseur du revêtement. Puisque l'indenteur se déplace librement sans rencontrer de résistance entre A et B, il ne fournit pas de travail et ce palier ne peut représenter l'énergie de rupture. L'énergie nécessaire à provoquer l'écaillage est entièrement emmagasinée dans le matériau au point A et entièrement libérée en ce point contrairement aux hypothèses précédentes. Il semble donc difficile de pouvoir calculer la ténacité des revêtements de façon fiable.

### 3 Méthodes ne nécessitant pas la mesure de la longueur des fissures (matériaux ductiles)

Les différentes méthodes de calcul de la ténacité par indentation présentées ci-dessus ont été revues par différents auteurs [73, 80–82]. Elles supposent toutes la formation de fissures sous l'action de la contrainte exercée par l'indenteur, qu'il soit ou non nécessaire de les mesurer. Elles ne sont donc valables que pour les matériaux fragiles. Pour la rupture à faciès ductile qui se produit par amorçage, croissance et coalescence de cavités à l'intérieur du matériau, aucune fissure n'est créée par l'essai d'indentation et, bien sûr, il n'y a pas de pop-in enregistré sur la courbe de charge.

Les essais mécaniques classiques (traction, mécanique de la rupture) sont destructifs et nécessitent pour les seconds

l'usinage d'éprouvettes normalisées de dimensions d'autant plus importantes que la limite d'élasticité est faible puisque la taille de la zone plastique, proportionnelle à  $(K_c/R_p)^2$ , doit être petite devant celles de l'éprouvette et la longueur de la fissure. À l'opposé, on développe de plus en plus des micromécanismes (MEMS) et la tendance expérimentale va vers la miniaturisation des essais. Il est bien établi actuellement que l'essai de dureté bille instrumenté permet de tracer la courbe de traction monoaxiale selon une erreur en moyenne inférieure à 5 % pour les matériaux étudiés [83]. L'analyse de l'évolution des propriétés mécaniques en fonction des cycles de fonctionnement peut permettre par mesures in-situ de prévoir la durée de vie résiduelle de composants industriels [84]. Les précautions à prendre concernent principalement la détermination précise de la surface de contact entre la bille et le matériau à cause du bourrelet ou de l'enfoncement de matière dans la zone environnante [85]. Le fait d'ignorer le bourrelet formé peut entraîner une erreur de 60 % sur la surface de contact (indentation avec un cône de l'aluminium d'après Habbab et al. [86], le bourrelet supportant la charge appliquée [87, 88]).

En 1989 Haggag dépose un brevet pour un ensemble expérimental composé d'un appareil portable de macrodureté instrumenté, d'un logiciel associé et d'une méthodologie (Automated Ball Indentation Technique : ABI) destinée à déterminer les propriétés mécaniques de matériaux ductiles [89, 90]. Les essais sont effectués avec une bille en carbure de tungstène de diamètre,  $D = 2R$ , compris entre 0,254 et 1,59 mm et des charges pouvant atteindre 2 kN. Des indentations sont répétées au même endroit avec des charges croissantes.

Les déformations plastiques et les contraintes vraies sont calculées par le modèle de Tabor [91] :

$$\epsilon_p = 0,2 d_p/D = \sin \gamma \quad (26)$$

$$\sigma_t = 4P/\pi d_p^2 \delta. \quad (27)$$

Le diamètre résiduel de l'empreinte  $d_p$ , le demi-angle de contact entre l'indenteur et le matériau  $\gamma$ , et le paramètre  $\delta$ , fonction de

la taille de la zone plastifiée sont estimés à l'aide de relations empiriques.

*Remarque* : l'expression (26) fait que la déformation équivalente maximale est inférieure à 0,2. Aussi Ahn et Kwon [92]. Proposent de la remplacer par :

$$\epsilon = \frac{\alpha}{\sqrt{1 - \left(\frac{a_c}{R}\right)^2}} \left(\frac{a_c}{R}\right) = \alpha \tan \gamma. \quad (28)$$

La constante  $\alpha = 0,14$  est déterminée par simulations en éléments finis indépendamment du matériau utilisé [93].

Le rayon de contact réel,  $a_c = \sqrt{2Rh_c - h_c^2}$ , est fonction de la profondeur de pénétration  $h_c$ . Il prend en considération la formation éventuelle d'un bourrelet autour de l'empreinte (ce dernier est mesuré par profilométrie après indentation, le retour élastique de l'empreinte dans le plan étant considéré comme négligeable [94]) et permet de corriger des imperfections de sphéricité de l'indenteur [95]. Parmi les causes d'erreur revues en particulier par Menèik et Swain [96], il faut aussi noter celles associées à l'état de surface (rugosité) et à l'expérimentation (complaisance du système, dérive thermique ...).

À chaque cycle d'indentation correspondent une contrainte et une déformation équivalente, donc un point de la courbe de traction qui peut ainsi être tracée dans le but de calculer la limite d'élasticité et le coefficient d'écroutissage. De nombreux articles publiés par Haggag et ses co-auteurs mettent en évidence le fait que les résultats obtenus par cette méthode pour les aciers ferritiques ou austénitiques, les aciers irradiés, les soudures ... sont en très bon accord avec les essais conventionnels de traction monoaxiale ou de fluage. Les écarts sont inférieurs à 10 % pour la limite d'élasticité et à 6 % pour la résistance maximale. Ces articles sont accessibles sur le site d'Advanced Technology Corporation : <http://www.atc-ssm.com/library.html>

Pour un indenteur sphérique, Haggag et al. [97] développent ensuite une application pour caractériser la résistance à la rupture par l'intermédiaire du paramètre « Indentation Energy to Fracture » (IEF), analogue à la « ténacité de Palmqvist »

$S_k$  (Eq. (3)) :

$$w_{\text{IEF}} = \int_0^{h_f} P_m(h) dh \quad (29)$$

avec

$$P_m = 4P/\pi d_p^2; \text{ et } d = 2\sqrt{(Dh - h^2)} \quad (30)$$

$P_m$  est la pression moyenne de contact en dureté bille, et  $h_f$  la profondeur d'indentation à laquelle la contrainte provoque le clivage.

Constatant que la courbe force-déplacement est linéaire,  $P = Sh$ , cette équation devient :

$$w_{\text{IEF}} = \frac{S}{\pi} \ln\left(\frac{D}{D - h_f}\right). \quad (31)$$

La méthodologie développée par Haggag est décrite dans [97] :

- La ténacité est interprétée comme la capacité du matériau à se déformer sous l'action d'un champ de contraintes.
- À proximité, et en avant du point de contact entre l'indenteur et le matériau testé, une bille de petit diamètre génère des concentrations de contraintes (et de déformations) similaires au champ de contraintes en tête de fissure. (*Bien que les contraintes soient de compression, on considère qu'elles sont équivalentes aux contraintes de traction pour un essai statique*).
- Pour les aciers ferritiques, et dans les domaines de rupture fragile ou de transition, la contrainte de clivage est sensiblement indépendante de la température.
- L'énergie de déformation en essai bille est reliée à l'énergie de rupture mesurée par l'essai Charpy. La contrainte limite pour l'essai ABI est proportionnelle à la contrainte critique de rupture en traction ou en mécanique de la rupture.

Byun et al. [98] précisent ensuite :

- Pour un matériau ductile, on doit supposer une fissure imaginaire induite par la contrainte afin de déterminer le point critique de déformation qui correspond à la rupture.

Ces derniers auteurs reconsidèrent l'équation (29) en introduisant les coefficients  $A$  et  $m$  de la relation de Meyer ainsi que la

pression maximum de contact à la charge critique. Celle-ci est fonction de la pression moyenne atteinte pour la contrainte critique  $\sigma_f$  :  $P_{\text{max}} = \mu P_m^f$ . Le coefficient  $\mu$  est voisin de 1,1 selon une simulation aux éléments finis. L'équation (29) devient :

$$w_{\text{IEF}} = \frac{2A^2 D^2}{\pi S} \left(\frac{\pi \sigma_f}{4A}\right)^{\frac{2m-2}{m-2}}. \quad (32)$$

L'énergie totale de rupture est la somme d'un terme athermique  $w_0$ , qui est le minimum d'énergie de rupture à basse température, et d'un terme  $w_T$  fonction de la température :

$$w_f = w_0 + w_T. \quad (33)$$

Le dernier terme fait intervenir uniquement la déformation élasto-plastique et correspond donc à  $w_{\text{IEF}}$  d'où l'expression de la ténacité [99] :

$$K_c = \sqrt{2E(w_0 + w_{\text{IEF}})}. \quad (34)$$

Cette méthode permet de tracer  $K_c$  en fonction de la température pour des essais ABI effectués entre l'ambiante et  $-200^\circ\text{C}$ .

Pour Lee et al. [100, 101] cette méthode n'est valable que pour les matériaux dont la ténacité est inférieure à  $10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Ils proposent donc en 2006 une nouvelle méthodologie basée sur l'essai bille et la mécanique continue de l'endommagement. Comme la triaxialité des contraintes créée par l'indenteur est du même ordre de grandeur que celle qui existe en fond de fissure lors d'un essai conventionnel de mécanique de la rupture (comprise entre 2 et 3), ils en déduisent que l'énergie d'indentation par unité de surface, à une certaine profondeur de pénétration, peut être reliée à l'énergie nécessaire pour initier une fissure. Il convient alors de définir un critère d'initiation de fissure par indentation.

Par analogie aux équations (3) et (27), l'énergie  $2w_f$  nécessaire à la formation de deux nouvelles surfaces est calculée à partir de la courbe force déplacement :

$$2w_f = \lim_{h \rightarrow \bar{h}} \int_0^{\bar{h}} \frac{4}{\pi d_f^2} P dh. \quad (35)$$

La profondeur critique d'initiation de la rupture,  $\bar{h}$ , est associée à un endommagement

critique qui n'est pas une fissure visible. Lee et al. [100, 101] introduisent alors la variable d'endommagement  $D$ , suivant laquelle le dommage peut être décrit comme une réduction progressive de la surface qui résiste à la contrainte dans un volume élémentaire représentatif  $\delta V$  :

$$D = \frac{\delta S_0}{\delta S} \quad (36)$$

où  $\delta S_0$  est la surface qui correspond aux défauts (des microcavités ou des microfissures) dans le plan  $\delta S$ . Si  $D = 0$  aucun dommage ne se produit, si  $D = 1$  le volume  $\delta V$  est séparé en deux parties de part et d'autre de la surface  $\delta S$ . Le dommage critique  $\bar{D} < 1$  caractérise l'initiation d'une fissure macroscopique.

La notion de mécanique de l'endommagement continu date des premiers travaux de Murzewski [102] et Kachanov [103] avec l'introduction d'une variable continue pour représenter la dégradation progressive du matériau avant la rupture catastrophique. Cet endommagement progressif produit une perte de résistance en termes de déformation et de durée de vie résiduelle. Ces travaux ont été popularisés en particulier par Chaboche [104] et Lemaitre [105] et revus récemment par Ambroziak et Kłosowski [106].

Lemaitre [95] décrit différentes évaluations de l'endommagement :

- Mesure directe des défauts par observation micrographique mentionnée précédemment.
- Variation de la densité : dans le cas d'un comportement purement ductile, les défauts ont la forme de cavités sphériques dont le volume augmente avec l'endommagement :

$$D = \left(1 - \frac{\bar{\rho}}{\rho}\right)^{2/3} \quad (37)$$

- Évolution du cycle d'hystérésis en fatigue oligocyclique :

$$D = \left(1 - \frac{\dot{\epsilon}_p^*}{\dot{\epsilon}_p}\right)^{1/N} \quad (38)$$

- Variation de la dureté Vickers :

$$D = \left(1 - \frac{H}{H^*}\right) \quad (39)$$

- Variation du module d'Young :

$$D = \left(1 - \frac{\bar{E}}{E}\right) \quad (40)$$

Pour cette dernière évaluation du dommage, Lemaitre et Dufailly [108] proposent d'effectuer des essais de traction répétés avec des charges croissantes. Le module d'Young décroît quand la déformation augmente. Il est mesuré dans la partie du retour élastique en éliminant 20 % des points pour les parties supérieures et inférieures de la courbe.

Pour les matériaux métalliques ductiles, la rupture est précédée d'une déformation plastique importante, et l'endommagement du matériau est consécutif à la génération et au développement de micro défauts qui diminuent la densité. Ceux-ci sont générés soit à partir de la surface (rugosité, stries d'usinage ...) soit dans le volume (inclusions). La déformation plastique augmente également les contraintes résiduelles et le taux de dislocations qui deviennent alors moins mobiles. Il s'ensuit une diminution du module d'Young. Yang et al. [109] étudient l'influence de ces différents facteurs, et observent en nanodureté la diminution du module d'Young près d'un joint de grain. Plusieurs auteurs avaient déjà mentionné le fait que le module d'élasticité calculé par indentation diminue lorsque la charge appliquée augmente [110] ou que ce module dépendait du taux de porosité du matériau [111].

Pour Morris et al. [57] cet effet était dû à la formation des fissures alors que pour Mukhopadhyay et Paufler [112] il s'expliquait en partie par la nature différente de la proche surface. Tasan et al. [113, 114] montrent que l'essai d'indentation (Berkovich) peut être un meilleur estimateur du dommage que l'observation micrographique des défauts.

La méthode originale proposée par Lee et al. [100, 101] pour déterminer la ténacité de différents aciers est schématisée sur la Figure 7 et comporte les essais suivants :

- Des essais de dureté bille instrumentée sont effectués avec des profondeurs d'indentation croissantes, par paliers de 10  $\mu\text{m}$ , jusqu'à 150  $\mu\text{m}$ . Pour chacune des courbes le module d'élasticité est

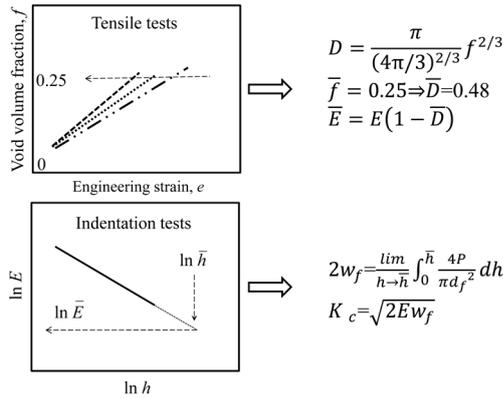


Fig. 7. Méthode de Lee et al. [101] pour le calcul de la ténacité : a- détermination de la fraction volumique de cavités correspondant à l'initiation de la fissure. b- Cette valeur est fixée à 0,25, ce qui correspond à un dommage de 0,48. c- En représentation bilogarithmique, le module d'Young mesuré par indentation varie linéairement en fonction de la profondeur indentée. Cette courbe est extrapolée pour les plus grandes profondeurs de pénétration et le module d'Young critique ( $\bar{E} = 0,48E$ ) permet de trouver la profondeur critique d'indentation correspondante. d- La profondeur critique est la borne supérieure de l'intégrale permettant de calculer l'énergie de rupture puis la ténacité.

Fig. 7. a- Determination of the critical void volume fraction  $\bar{f}$ . b- Calculation of the critical damage,  $\bar{D}$ , from the void volume fraction. c- Determination of the critical penetration depth,  $\bar{h}$ , from the linear relation between damage Young modulus and indentation penetration depth. d- Toughness calculation.

calculé sur la partie du retour élastique selon la méthode d'Oliver et Pharr [115], et sa variation est tracée en fonction de la profondeur de pénétration.

- Le matériau est découpé suivant un plan passant par l'axe de l'indenteur, et les défauts dans ce plan sont examinés en microscopie électronique à balayage. En fonction de la profondeur d'indentation on observe des cavités qui se forment puis coalescent pour former des microfissures de quelques  $\mu\text{m}$ .
- Si on considère que les cavités de rayon  $r$  sont uniformément réparties suivant un libre parcours moyen  $l$ , leur densité est  $4\pi r^3/3l^3$ , et le dommage  $D$  :

$$D = \frac{\pi}{\left(\frac{4}{3}\pi\right)^{2/3}} f^{2/3}; \text{ ou } f = \frac{\frac{4}{3}\pi}{(\pi)^{3/2}} D^{3/2} \quad (41)$$

- La profondeur d'indentation critique de l'équation (35), est évaluée à partir du dommage critique  $\bar{D}$  calculé par rapport à la fraction volumique critique de défauts [116–118]. La coalescence des cavités intervient quand leur fraction volumique atteint une première valeur critique, et la rupture se produit pour une deuxième valeur. Le taux de 0,25 a été calculé numériquement par Anderson [119] pour l'initiation des fissures dans les matériaux ductiles, et le dommage critique correspondant est  $\bar{D} = 0,48$ .

- Pour vérifier cette fraction critique de défauts volumiques, des essais de traction répétés sont effectués simultanément sur les mêmes matériaux. Les éprouvettes sont soumises à charges croissantes et le module d'élasticité est tracé en fonction de la déformation plastique. Cette variation du module d'Young est convertie en dommage puis en fraction volumique de cavités équivalente (voir [100] pour la description des différentes étapes) et elle donne une valeur  $\bar{f}$  comprise entre 0,25 et 0,27 selon les matériaux.

- En indentation, le module d'Young décroît fortement en fonction de la profondeur d'indentation : de 200 000 MPa à environ 120 000 pour une profondeur de pénétration de 150  $\mu\text{m}$ . Sa valeur critique est calculée en multipliant le module maximum (celui du matériau considéré comme n'étant pas endommagé) par 0,48. Cette dernière étant plus faible que la plus petite valeur expérimentale, elle est estimée par extrapolation de la courbe  $E$  en fonction de  $h$ , qui est linéaire en représentation bilogarithmique, pour donner la profondeur d'indentation correspondante.

- Une fois cette valeur  $\bar{h}$  connue,  $w_f$  est calculé avec l'équation (35) puis la ténacité avec l'équation (34) dans laquelle  $w_0 = 0$  et  $w_f = w_{IEF}$ .

- Des essais de mécanique de la rupture classiques (CTOD) sont effectués. Les résultats obtenus par les deux méthodes varient en fonction du matériau entre 250 et 400 MPa  $\sqrt{\text{m}}$  et sont en très bon accord (moins de 10 % d'écart).

Ce travail est relativement méconnu puisque seulement 30 articles (base Scopus) citent

ces auteurs en août 2012, soit 6 ans après sa parution originale. Parmi les utilisateurs, Ghosh et Das reprennent la valeur de 0,48 pour le dommage critique afin de déterminer la ténacité d'aciers HSLA-80 et HSLA-100 [120] en fonction de divers taux d'érouissage préalables. Cette méthode est également utilisée pour des échantillons de petite taille, telles les zones soudées pour lesquelles les essais classiques ne peuvent s'appliquer [121].

Les travaux ultérieurs concernent principalement la recherche d'un nouveau critère d'endommagement. À partir des travaux de Bonora et al. [122,123], He et al. [124] montrent théoriquement que celui-ci dépend de la déformation à rupture en traction,  $\varepsilon_f$  :

$$D(\bar{E}) = -4,4 \frac{\pi \varepsilon_f}{\ln\left(\frac{2\pi}{\bar{E}}\right)}. \quad (42)$$

Ce paramètre est validé pour l'acier SS 302 et l'alliage d'aluminium AA 5052, puis utilisé pour calculer la profondeur d'indentation critique à partir du module d'Young obtenu par indentation Berkovich avec des charges comprises entre 0,1 et 2 N. La ténacité est calculée ensuite pour ces mêmes matériaux [125], ainsi que pour l'alliage d'aluminium AA 7050 [126] à l'aide des équations (34) et (35).

De nombreuses applications de la mécanique continue du dommage associée à la variation de module d'Young pendant l'essai d'indentation sont possibles : calcul de la ténacité de revêtements ductiles [127], étude de l'influence des traitements thermiques [128] ou de la déformation plastique [126], emboutissage et courbes limites de formage [129] ...

## 4 Conclusion

Depuis les années 1970, les essais d'indentation ont permis d'estimer la ténacité de matériaux fragiles à partir de la longueur des fissures formées. Au début des années 1980 [130,131], grâce à la mise au point de dispositifs de nanoindentation, on a pu appliquer des forces de l'ordre du  $\mu\text{N}$  et ainsi obtenir des déplacements de quelques nm tout en enregistrant la courbe correspondante, ce qui, à la fin des années 1990 a abouti

à de nouvelles méthodes dites énergétiques basées sur les accidents provoqués par les divers endommagements sur la courbe charge-déplacement. Ces méthodes nécessitent également la mesure de longueur des fissures et sont donc adaptées aux seuls matériaux fragiles. C'est plus récemment (2006) que la ténacité a pu être estimée pour les matériaux ductiles en relation avec la mécanique continue du dommage en utilisant la diminution du module d'Young comme indicateur d'endommagement.

Par rapport aux essais conventionnels de mécanique de la rupture, l'indentation présente un certain nombre d'avantages mais aussi des inconvénients :

- Cette méthode non destructive n'utilise qu'une faible quantité de matière. Rapide, pouvant être effectuée à différentes températures et à différentes vitesses de déformation, elle se prête bien à des évaluations statistiques. Mais les mesures sont locales et les dispersions peuvent être très importantes en fonction de l'hétérogénéité du matériau. Des méthodes probabilistes doivent y être associées pour le calcul des structures.
- Comparé à un essai CTOD, l'essai paraît simple. Ce manque de complexité dissimule en fait un grand nombre de facteurs susceptibles de venir perturber la mesure, en particulier dans le cas de faibles charges appliquées : influence de la rugosité, de l'état de surface (présence de couche de contamination ou d'oxydes, surface érouie par le polissage, contraintes résiduelles), formation d'un bourrelet sur les bords de l'empreinte (variation de la dureté avec la charge appliquée), influence des conditions expérimentales (calibration, imperfections de l'indenteur, complaisance de la machine, dérive thermique ...).
- Certaines formules présentées sont empiriques ou estimées par corrélation entre essais d'indentation et essais classiques. Les facteurs de proportionnalité qui en sont déduits dépendent donc des matériaux pour lesquels les corrélations ont été effectuées.
- Les méthodes énergétiques, basées sur les singularités observées sur la courbe de charge-déplacement, font

actuellement l'objet de controverses sur la manière de calculer l'énergie de formation de fissure. L'influence des contraintes résiduelles à l'interface entre le dépôt et le substrat est également mal maîtrisée.

- Bien qu'il reste à définir de façon plus rigoureuse le dommage critique, l'association de la mécanique continue du dommage et la nano (ou micro) indentation semble un outil prometteur pour déterminer la ténacité de matériaux ductiles et l'évolution de ces propriétés avec les procédés de fabrication.

Quel que soit le matériau, massif ou revêtu, fragile ou ductile, il existe des méthodes basées sur l'essai d'indentation qui permettent d'estimer  $K_c$  avec une incertitude généralement de l'ordre de  $\pm 30\%$ . En dépit de ses défauts actuels, et les critiques justifiées relatives au sens physique et la dispersion des résultats [40, 132, 133], cet essai s'avère irremplaçable dans le cas où il n'existe pas d'autre solution alternative [134]. Il est actuellement le seul qui permet d'estimer la ténacité de précipités de petites dimensions ou de zones de soudure, et il s'avère d'un apport indispensable dans le souci d'améliorer la fiabilité des matériaux. L'essai de dureté instrumenté, non destructif et portable, peut être utilisé pour calculer la durée de vie résiduelle de structures telles que les canalisations, les réservoirs sous pression ou les cuves de centrales de réacteurs nucléaires. Nul doute qu'il est appelé à se développer dans les années qui viennent, combiné par exemple à des essais de traction ou de Small Punch Test.

## Références

- [1] T.F. Page, W.C. Oliver, C. McHargue, *J. Mater. Res.* **7** (1992) 450-473
- [2] J. Lankford, W.W. Predebon, J.M. Staehler, G. Subhash, B.J. Pletka, C.E. Anderson, *Mech. Mater.* **29** (1998) 205-218
- [3] T. Rouxel, H. Ji, J.P. Guin, F. Augereau, B. Rufflé, *J. Appl. Phys.* **107** (2010) 094903-094903-5
- [4] H. Shang, T. Rouxel, M. Buckley, C. Bernard, *J. Mater. Res.* **21** (2006) 632-638
- [5] S. Yoshida, J.C. Sangleboeuf, T. Rouxel, *Int. J. Mater. Res.* **98** (2007) 360-364
- [6] A.S. Argon, M.J. Demkowicz, *Met. Mater. Trans A* **39A** (2008) 1762-1778
- [7] A.S. Argon, *Acta Met.* **27** (1979) 47-58
- [8] C.A. Schuh, A.S. Argon, T.G. Nieh, J. Wadsworth, *Phil. Mag.* **83** (2003) 2585-2597
- [9] Y. Huang, J. Shen, Y. Sun, J. Sun, *Mater. Des.* **31** (2010) 1563-1566
- [10] R.W. Armstrong, W.L. Elban, S.M. Walley, *Int. J. Modern Phys. B* **27** (2013) 1330004-1-1330004-79
- [11] S.W. Walley, *Mater. Sci. Technol.* **28** (2012) 1028-1044
- [12] M.R. VanLandingham, *J. Res. Natl. Ins. Stand. Technol.* **108** (2003) 249-265
- [13] A.A. Griffith, *Phil. Trans. Royal Soc. A* **221** (1920) 163-198
- [14] D. François, Essai de mesure de la ténacité-Mécanique de la rupture, Dossier Techniques de l'Ingénieur, M **4** 166 (2007)
- [15] G.R. Irwin, *Trans. ASME J. Appl. Mech.* **24** (1948) 361-364
- [16] S. Palmqvist, *Annaler* **141** **5** (1957) 300-307 ; BISI translation 1865 (1961)
- [17] S. Palmqvist, *Stahl Eisen* **7** (1951) 1081-1090
- [18] J.L. Chermant, A. Deschanvres, A. Iost, R. Meyer, *Mater. Res. Bull.* **8** (1973) 925-934
- [19] R. Lueth, Determination of fracture toughness parameters for tungsten carbide-cobalt, Fracture toughness of ceramics, R.C. Bradt, D.P.H. Hasselman et F.F. Lange Edts., Plenum Press, New York, 1974, Vol. 2, pp. 791-806
- [20] N. Ingesstrom, H. Nordberg, The fracture toughness of cemented tungsten carbides, rapport IM-948, Swedish Inst. Met. Res., 1973
- [21] H.E. Exner, *Trans. AIME* **245** (1969) 677-683
- [22] R.K. Viswanadham, J.D. Venables, *Met. Trans. A* **8** (1977) 1871-191
- [23] C.T. Peters, *J. Mater. Sci.* **14** (1979) 1619-1623
- [24] R. Warren, H.J. Matzke, Proc. first Int. Conf. on science of hard materials, edited by R.K. Viswanadham, D.J. Rowcliffe and J. Gurland Eds., Plenum Press, New York, 1983, pp. 563-582
- [25] K. Niihara, *J. Mater. Sci. Lett.* **2** (1983) 221-223
- [26] D.K. Shetty, I.G. Wright, P.N. Mincer, A.H. Clauer, *J. Mater. Sci.* **20** (1985) 1873-1882
- [27] R. Spiegler, S. Shmauder, L.S. Sigl, *J. Hard. Met.* **1** (1990) 147-158
- [28] B.R. Lawn, E.R. Fuller, *J. Mater. Sci.* **10** (1975) 2016-2024
- [29] B.R. Lawn, E.R. Fuller, S.M. Wiederhorn, *J. Am. Ceram. Soc.* **58** (1976) 193-197
- [30] B.R. Lawn, D.B. Marshall, Indentation fracture and strength degradation in ceramics, R.C. Bradt, D.P.H. Hasselman et F.F. Lange Edts., Plenum Press, New York, 1978, Vol.3, pp. 205-229
- [31] D.B. Marshall, B.R. Lawn, *J. Mater. Sci.* **14** (1979) 2001-2012
- [32] K. Niihara, R. Morena, D.P.H. Hasselman, in Fracture Mechanics of Ceramics, edited by R.C. Bradt, A.G. Evans, P.P. Hasselman et F.F. Lange, Plenum Press, New York, 1983, Vol. 5, pp. 97-105

- [33] C.B. Ponton, R.D. Rawlings, *Br. Ceram. Trans. J.* **88** (1989) 83-90
- [34] C.B. Ponton, R.D. Rawlings, *Mater. Sci. Technol.* **5** (1989) 865-872
- [35] C.B. Ponton, R.D. Rawlings, *Mater. Sci. Technol.* **5** (1989) 961-976
- [36] G.R. Antis, P. Chantikul, B.R. Lawn, D.B. Marshall, *J. Am. Ceram. Soc.* **64** (1981) 533-538
- [37] N. Cuadrado, D. Casellas, M. Anglada, E. Jiménez-Piqué, *Scr. Mater.* **66** (2012) 670-673
- [38] D.S. Harding, W.C. Oliver, G.M. Pharr, Cracking during nanoindentation and its use in the measurement of fracture toughness, in *Thin Films: Stresses and Mechanical Properties V*, Materials Research Society Symposium edited by S.P. Baker, C.A. Ross, P.H. Townsend, C.A. Volkert, P.B. Børgesen, Proceedings, 2nd edn., Materials Research Society, Pittsburgh, Pennsylvania, 1995, Vol. 356, pp. 663
- [39] G.M. Pharr, *Mater. Sci. Eng. A* **253** (1998) 151-159
- [40] J.J. Kruzic, D.K. Kim, K.J. Koester, R.O. Ritchie, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* **2** (2009) 384-395
- [41] T. Scholz, G.A. Schneider, J. Muñoz, M.V. Swain, *Appl. Phys. Lett.* **84** (2004) 3055-3057
- [42] J. Gong, *J. Eur. Ceram. Soc.* **19** (1999) 1585-1592
- [43] Y-T. Cheng, C-M. Cheng, *Appl. Phys. Lett.* **73** (1998) 614-616
- [44] T. Zhang, Y. Feng, R. Yang, P. Jiang, *Scripta Mater.* **62** (2010) 199-201
- [45] M.T. Laugier, *J. Mater. Sci. Lett.* **6** (1987) 355-356
- [46] D.B. Marshall, B.R. Lawn, *J. Am. Ceram. Soc.* **60** (1977) 86-87
- [47] P. Chantikul, G.R. Antis, B.R. Lawn, D.B. Marshall, *J. Am. Ceram. Soc.* **64** (1981) 539-543
- [48] J. Malzbender, *Surf. Coat. Technol.* **201** (2006) 3797-3801
- [49] T. Fett, Computation of the crack opening displacements for Vickers indentation cracks, Forschungszentrum Karlsruhe, Allemagne, rapport FZKA 6557, pp.1-28
- [50] T. Fett, T. Kounga, A.B. Rodel, *J. Mater. Sci.* **39** (2004) 2219-2221
- [51] G.A. Schneider, T. Fett, *J. Ceram. Soc. Japan* **114** (2006) 1044-1048
- [52] F.C. Frank, B.R. Lawn, *Proc. Roy. Soc. A* **299** (1967) 291-306
- [53] B.R. Lawn, A.G. J. *Mater. Sci.* **12** (1977) 2195-2199
- [54] J. Lankford, D.L. Davidson, *J. Mater. Sci.* **14** (1979) 1662-1668
- [55] B.R. Lawn, D.B. Marshall, *J. Am. Ceram. Soc.* **62** (1979) 347-350
- [56] A. Mikowski, F.C. Serbena, C.E. Foerster, A.R. Jurelo, C.M. Lepienski, *J. Appl. Phys.* **110** (2011) 103504-103504-5
- [57] D.J. Morris, S.B. Myers, R.F. Cook, *J. Mater. Res.* **19** (2004) 165-175
- [58] J.S. Field, M.V. Swain, R.D. Dukino, *J. Mater. Res.* **18** (2003) 1411-1419
- [59] B. Cotterell, J. Kamminga, F.P. Dickson, *Int. J. Fract.* **29** (1985) 205-221
- [60] N.J. McCormick, E.A. Almond, *J. Hard. Mater.* **1** (1990) 25-51
- [61] R. Morrell, A.J. Gant, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* **19** (2001) 293-301
- [62] G.A. Gogotsi, *Inorg. Mater.* **42** (2006) 567-572
- [63] G.A. Gogotsi, S.P. Mudrick, *J. Non-Cryst. Solids* **356** (2010) 1021-1026
- [64] H. Chai, B.R. Lawn, *Acta Mater.* **55** (2007) 2555-2561
- [65] E. Felder, S. Roy, E. Darque-Ceretti, *C. R. Meca* **339** (2011) 443-457
- [66] D.J. Oliver, J.E. Bradby, J.S. Williams, M.V. Swain, P. Munroe, *J. Appl. Phys.* **101** (2007) 043524-043524-9
- [67] X. Li, D. Diao, B. Bhushan, *Acta Mater.* **45** (1997) 4453-4461
- [68] X. Li, B. Bhushan, *Thin Solid Films* **315** (1998) 214-221
- [69] J. den Toonder, J. Malzbender, G. de With, R. Balkenende, *J. Mater. Res.* **17** (2002) 224-233
- [70] M.D. Michel, L.V. Muhlen, C.A. Achete, C.M. Lepienski, *Thin Solid Films* **496** (2006) 481-488
- [71] O.L. Warren, T.J. Wyrobek, *Meas. Sci. Technol.* **16** (2005) 100-110
- [72] J. Chen, S.J. Bull, *Thin Solid Films* **517** (2009) 2945-2952
- [73] J. Chen, *Surf. Coat. Technol.* **206** (2012) 3064-3068
- [74] J. Chen, S.J. Bull, *Thin Solids Films* **494** (2006) 1-7
- [75] J. Malzbender, G. de With, *Surf. Coat. Technol.* **135** (2000) 60-68
- [76] J. Malzbender, J.M.J. den Toonder, A.R. Balkenende, G. de With, *Mat. Sci. Eng. R* **36** (2002) 47-103
- [77] O. Nakonechna, T. Cselle, M. Morstein, A. Karimi, *Thin Solid Films* **447-448** (2004) 406-412
- [78] J. Chen, S.J. Bull, *J. Phys. D* **40** (2007) 5401-5417
- [79] X. Zhang, S. Zhang, *Thin Solid Films* **520** (2012) 3423-3428
- [80] S. Zhang, X. Zhang, *Thin Solid Films* **520** (2012) 2375-2389
- [81] S. Bull, *C. R. Meca.* **339** (2011) 518-531
- [82] J. Chen, *J. Phys. D* **45** (2012) 203001-203001-14
- [83] J-Y. Kim, K-W. Lee, J-S. Lee, D. Kwon, *Surf. Coat. Technol.* **201** (2006) 4278-4283
- [84] K-W. Lee, K-H. Kim, J-Y. Kim, K-H. Kim, B.-H. Choi, D. Kwon, *J. Loss Prev. Process. Ind.* **22** (2009) 868-872
- [85] G. Das, S. Ghosh, S. Ghosh, R.N. Ghosh, *Mater. Sci. Eng. A* **408** (2005) 158-164
- [86] H. Habbab, B.G. Mellor, S. Syngellakis, *Acta Mater.* **54** (2006) 1965-1973

- [87] M. Chaudhri, M. Winter, *J. Phys. D* **21** (1998) 370-374
- [88] A. Iost, R. Bigot, *J. Mater. Sci.* **31** (1996) 3573-3577
- [89] F.M. Haggag, Field indentation microprobe for structural integrity evaluation, US Patent N° 4 852 397, 1, 1989
- [90] F.M. Haggag, R.K. Nanstad, D.N. Braski, Structural integrity evaluation based on an innovative field indentation microprobe, in Innovative approaches to irradiation damage, and fracture analysis, edited by D.L. Marriot, T.R. Wagner and W.H. Bamford, New York, Am. Soc. Mech. Engrs. ASME PVP, 1989, Vol. 170, pp. 101-107
- [91] D. Tabor, The hardness of metals, Oxford University Press, London, 1951
- [92] J-H. Ahn, D. Kwon, *J. Mater. Res.* **16** (2001) 3170-3178
- [93] K-W. Lee, K-H. Kim, J-Y. Kim, D. Kwon, *J. Phys. D* **41** (2008) 074014-074014-6
- [94] J. Alcalà, A.C. Barone, M. Anglada, *Acta Mater.* **48** (2000) 3451-3464, voir aussi corrigendum, *Acta Mater.* **49** (2001) 749
- [95] S-K. Kang, J-Y. Kim, I. Kang, D. Kwon, *J. Mater. Res.* **24** (2009) 2965-2973
- [96] J. Menčík, M.V. Swain, *J. Mater. Res.* **10** (1995) 1491-1501
- [97] F. Haggag, T.-S. Byun, J.H. Hong, P.Q. Miraglia, K.L. Murty, *Scripta Mater.* **38** (1998) 645-651
- [98] T.S. Byun, J.W. Kim, J.H. Hong, *J. Nucl. Mater.* **252** (1998) 187-194
- [99] K.L. Murty, M.D. Mathew, Y. Wang, V.N. Shah, F.M. Haggag, *Int. J. Pressure Vessels Piping* **75** (1998) 831-840
- [100] J.-S. Lee, J.-I. Jang, B.-W. Lee, Y. Choi, S.G. Lee, D. Kwon, *Acta Mater.* **54** (2006) 1101-1119
- [101] J.-S. Lee, K.-H. Kim, D.S. Kim, D. Kwon, Evaluation of fracture toughness using indentation method based on continuum damage mechanics, Proc. 6th Int. Offshore and polar Eng. Conf., San Francisco, California, USA, 2006, pp. 81-87
- [102] J. Murzewski, Une théorie statistique du corps fragile quasi-homogène, Proc. IUTAM 9th Congrès, Bruxelles, Belgique **5** (1957) 313-320
- [103] L.M. Kachanov, *Otdeleniya Tekhnicheskikh I Nauk* **8** (1958) 26-31 (en langue russe)
- [104] J-L. Chaboche, *Nucl. Eng. Des.* **64** (1981) 233-247
- [105] J. Lemaitre, *Nucl. Eng. Des.* **80** (1984) 233-245
- [106] A. Ambroziak, P. Klosowski, *Task Quarterly* **10** (2007) 437-454
- [107] J. Lemaitre, *Eng. Fract. Mech.* **25** (1986) 523-537
- [108] J. Lemaitre, J. Dufailly, *Eng. Fract. Mech.* **28** (1987) 643-651
- [109] M. Yang, Y. Akiyama, T. Sasaki, *J. Mater. Process. Technol.* **151** (2004) 232-236
- [110] J. Cai, F. Li, T. Liu, B. Chen, *Mater. Charact.* **62** (2011) 287-293
- [111] G.E. Fougere, L. Riestler, M. Ferber, J.R. Weertman, R.W. Siegel, *Mater. Sci. Eng. A* **204** (1995) 1-6
- [112] N.K. Mukhopadhyay, P. Paufler, *Int. Mater. Rev.* **51** (2006) 209-245
- [113] C.C. Tasan, J.P.M. Hoefnagels, M.G.D. Geers, *Scripta Mater.* **63** (2010) 316-321
- [114] C.C. Tasan, J.P.M. Hoefnagels, M.G.D. Geers, *Acta Mater.* **60** (2012) 3581-3589
- [115] W.C. Oliver, G.M. Pharr, *J. Mater. Res.* **19** (2004) 3-20
- [116] A.L. Gurson, *J. Eng. Mater. Technol. Trans. ASME* (1977) 2-15
- [117] V. Tvergaard, J.W. Hutchison, *Int. J. Solids Struct.* **39** (2002) 3581-3597
- [118] S. Hao, W. Brocks, *Comp. Mech.* **20** (1997) 34-40
- [119] H. Anderson, *J. Mech. Phys. Solids* **25** (1977) 217-233
- [120] S. Ghosh, G. Das, *Eng. Fract. Mech.* **79** (2012) 126-137
- [121] G. Das, M. Das, S. Sinha, K.K. Gupta, S. Chakrabarty, A.K. Ray, *Mater. Sci. Eng. A* **513** (2009) 389-393
- [122] N. Bonora, *Eng. Fract. Mech.* **58** (1997) 11-28
- [123] N. Bonora, D. Gentile, A. Pironi, G. Newaz, *Int. J. Plasticity* **21** (2005) 981-1007
- [124] M. He, F. Li, N. Ali, *Mater. Sci. Eng. A* **528** (2011) 823-837
- [125] M. He, F. Li, J. Cai, B. Chen, *Theor. Appl. Fract. Mech.* **56** (2011) 104-111
- [126] J. Li, F. Li, M. He, F. Xue, M. Zhang, C. Wang, *Mater. Des.* **40** (2012) 176-184
- [127] H. Li, X. Cai, Q. Cheng, *Scripta Mater.* **45** (2001) 1381-1386
- [128] J. Li, F. Li, F. Xue, J. Cai, B. Chen, *Mater. Des.* **37** (2012) 491-499
- [129] C.Y. Tang, W.H. Tai, *J. Mater. Proc. Tech.* **99** (2000) 135-140
- [130] J.B. Pethica, Microhardness test with penetration depths less than ion implanted layer thickness, in 3rd Int. Conf. on modification of surfaces properties of metals by ion-implantation, edited by V. Ashworth, W.A. Grunt and R.P.M. Procter, Manchester, England, 1981, Pergamon Press, Oxford, 1982, pp. 147-156
- [131] D. Newey, H.M. Pollock, M.A. Wilkins, The ultra-microhardness of ion-implanted iron and steel at sub-micron depths and its correlation with wear resistance, in 3rd Int. Conf. on modification of surfaces properties of metals by ion-implantation, V. Ashworth, W.A. Grunt, R.P.M. Procter, Manchester, England, 1981, Pergamon Press, Oxford, 1982, pp. 157-166
- [132] G.D. Quinn, R.C. Bradt, *J. Am. Ceram. Soc.* **90** (2007) 673-680
- [133] J.H. Lee, Y.F. Gao, K.E. Johanns, G.M. Pharr, *Acta Mater.* **60** (2012) 5448-5467
- [134] B.R. Lawn, R.F. Cook, *J. Mater. Sci.* **47** (2012) 1-22