



**HAL**  
open science

## Modélisation numérique de la densification par indentation des verres silicatés

Guillaume Kermouche, Etienne Barthel, Damien Vandembroucq, Philippe  
Dubujet

► **To cite this version:**

Guillaume Kermouche, Etienne Barthel, Damien Vandembroucq, Philippe Dubujet. Modélisation numérique de la densification par indentation des verres silicatés. 8e Colloque national en calcul des structures, CSMA, May 2007, Giens, France. hal-01508948

**HAL Id: hal-01508948**

**<https://hal.science/hal-01508948v1>**

Submitted on 15 Apr 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.

Public Domain

---

# Modélisation numérique de la densification par indentation des verres silicatés

G. Kermouche<sup>\*</sup>, E. Barthel<sup>\*\*</sup>, D. Vandembroucq<sup>\*\*</sup>, Ph. Dubujet<sup>\*</sup>

*\* Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes,  
UMR5513 CNRS/ECL/ENISE  
58 rue Jean Parot, 42023 Saint-Etienne*

[kermouche@enise.fr](mailto:kermouche@enise.fr)

*\*\* Surface du verre et interfaces,  
UMR125 CNRS/SAINT GOBAIN  
39 Quai Lucien Lefranc, 93303 Aubervilliers*

---

*RÉSUMÉ. Les verres silicatés rompent de manière fragile aux échelles supérieures au micron mais présentent une réponse plastique aux échelles inférieures. Plus particulièrement, ils se densifient de façon irréversible sous des sollicitations de contact. Dans cet article, nous présentons une loi de comportement mécanique permettant de reproduire ce phénomène et les difficultés liées à l'intégration numérique de cette loi. Nous proposons ensuite une identification des paramètres matériaux par comparaison entre des résultats de simulations numériques par éléments-finis de l'essai de nanoindentation et des résultats expérimentaux tels que la courbe force-enfoncement et une cartographie de densification obtenue par spectroscopie raman.*

---

*ABSTRACT. Silicate glasses are known to be brittle at the macroscopic scale but they can also undergo plastic deformation at the microscopic scale. More specifically, plastic densification occurs under contact solicitations. In this paper, a mechanical behaviour's law, which allow to model this phenomenon is presented. The implementation of this law in the finite element software Systus<sup>®</sup> is then detailed. Finally an identification of the material's parameters using instrumented indentation results is proposed. This identification is based on the comparison of local residual indentation-induced densification field obtained using Raman spectroscopy and finite element results.*

*MOTS-CLÉS : Silice fondue, Elasto-plasticité, Eléments-finis, Nanoindentation.*

*KEYWORDS: Fused silica, Pressure-dependent plasticity, Finite elements, Nanoindentation.*

---

## 1. Introduction

La silice et les verres silicatés sont des archétypes de matériaux fragiles. Mais si leur fragilité s'entend à l'échelle macroscopique, il existe une taille caractéristique, de l'ordre de quelques microns, en dessous de laquelle la déformation plastique est plus favorable que la propagation de fissure [BAR 06]. Aux échelles plus faibles, ce comportement en déformation irréversible des matériaux vitreux est en outre caractérisé par un phénomène plus ou moins important de densification, en plus de l'écoulement en cisaillement classiquement observé dans les matériaux métalliques. Bien que connu depuis un demi-siècle, ce dernier phénomène reste mal compris ; maîtrisé, il pourrait ouvrir des perspectives technologiques nouvelles tant pour l'amélioration de la réponse mécanique des verres que pour leur mise en forme à l'échelle locale. Par exemple, la compréhension et la maîtrise du poids relatif de la densification et de l'écoulement en cisaillement permettrait de mieux contrôler la rayabilité de la surface des verres en limitant l'apparition de fracture sous l'effet de la rayure [BAR 06].

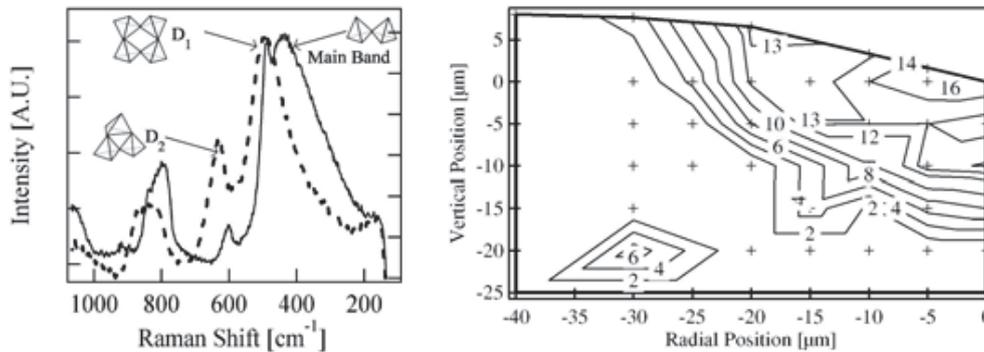
Le peu d'étude sur ce sujet s'explique par la nécessité d'utiliser des mesures mécaniques à l'échelle micronique. Avec les récents développements des techniques de nanoindentation instrumentée [OLI 92], cet objectif semble devenir réalisable. Cependant la simple analyse des résultats d'indentation instrumentée (force-pénétration) ne permet pas à elle seule de statuer sur le comportement mécanique des matériaux indentés car il s'agit de quantités intégrales. Récemment, des résultats expérimentaux infiniment plus riches ont été apportés : des cartes de distribution de densification de la silice vitreuse après microindentation ont été obtenues à l'aide de techniques de microspectroscopies RAMAN [PER 05]. Ces travaux ont en outre permis de caractériser le durcissement de ces matériaux sous compression hydrostatique et ainsi de préciser la loi d'écrouissage.

Il s'agit donc d'un ensemble riche et complexe de données et l'utilisation de la méthode des éléments-finis semble être un des moyens d'investigation les plus intéressants pour les analyser et, à terme, proposer une loi de comportement pour décrire la déformation plastique des verres silicatés à l'échelle micronique.

## 2. Mesure de Champ de densification par spectroscopie Raman

Le spectre Raman de la silice présente deux pics dont la position et l'intensité varient de façon détectable lorsque le matériau est densifié (voir figure 1-gauche). Cette technique permet donc d'établir des distributions de densité de la silice avec une résolution spatiale d'environ  $2 \mu\text{m}$ . [PER 05] ont analysé des indents d'environ  $30 \mu\text{m}$  de côté, afin de respecter un compromis entre résolution spatiale de la méthode de détection et fissuration excessive des indents. En effet, pour cette taille d'indent, une fissuration limitée apparaît, et par conséquent, il est possible de faire

l'hypothèse qu'elle n'altère pas sensiblement le phénomène de densification (voir figure 1-droite) défini comme la variation relative de volume (équivalent à la trace du tenseur des petites déformations).



**Figure 1.** A gauche : Spectres Raman de silice fondue (trait plein) et de silice fondue puis densifiée d'environ 20 % par indentation (pointillés). A droite : Carte de densité d'une section d'indent Vickers (20 N) dans la silice, établie par microspectroscopie Raman

## 2. Elaboration d'une loi de comportement

### 2. 1. Données expérimentales

Les mesures de densité et les courbes de charge-décharge obtenues par indentation instrumentée sont des premiers outils pour déterminer une loi de comportement pour ces verres. Cependant, ces résultats ne sont pas encore suffisants étant donné le peu de connaissance relative à l'écroutissage de la silice fondue, tant au point de vue déviatorique que sphérique. Dans ce but, [PER 05] a caractérisé le durcissement de ces matériaux sous compression hydrostatique à l'aide d'un dispositif à enclume diamant et de mesure de densification par spectroscopie Raman. Il a ainsi précisé la loi d'écroutissage du point de vue purement hydrostatique.

### 2. 2. Hypothèses

Les différents résultats expérimentaux montrent que le comportement des verres silicatés à l'échelle micronique présente de fortes similitudes avec le comportement de certains sols et/ou roches à une échelle bien supérieure [HIC 02]. Plus particulièrement, un critère de plasticité et une loi d'écoulement de type Cam-Clay elliptique semble bien adapter pour décrire le phénomène de densification. En effet, ce modèle permet de considérer une loi de comportement associé tout en reproduisant les phénomènes de durcissement observés. Les aspects liés à la dédensification ainsi que les problèmes liés aux états-limites n'ayant pas été observés

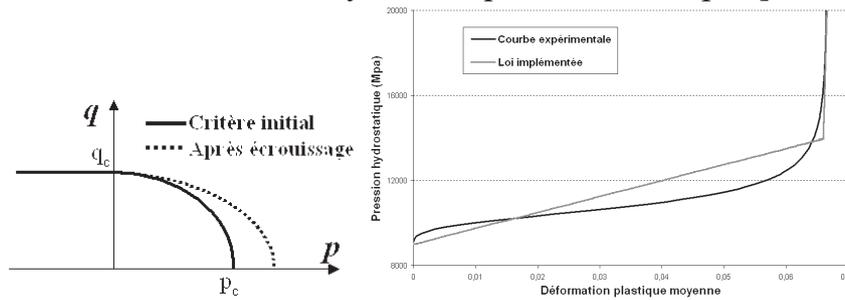
expérimentalement, il n'est pas nécessaire de les prendre en compte. Le critère de plasticité choisi est représenté sur la figure 2-gauche et il s'écrit :

$$q^2 + (q_c / p_c)^2 p^2 - q_c^2 = 0 \text{ pour } p \leq 0 \quad [1]$$

avec  $q$  la contrainte équivalent de von Mises,  $p$  la pression hydrostatique et  $q_c$  et  $p_c$  des paramètres matériaux représentant les limites d'élasticité en cisaillement et pression. Dans le cas où la pression hydrostatique est positive (traction), alors on réduit le critère précédent à celui de von-Mises (pas de dé-densification). La loi d'écoulement s'écrit :

$$\dot{\epsilon}_{ij}^p = \dot{\lambda} \left( 3s_{ij} + \frac{2}{3} (q_c / p_c)^2 p \delta_{ij} \right) \quad [2]$$

avec  $\dot{\lambda}$  le multiplicateur plastique. Aucune mesure d'écrouissage sur la partie déviatorique de la déformation n'ayant été réalisé, nous postulons l'absence de ce type d'écrouissage. Cette hypothèse est difficilement vérifiable mais elle permet de simplifier la formulation du modèle et l'intégration numérique. Le seul durcissement considéré est donc le durcissement hydrostatique caractérisé par [PER 2005].



**Figure1.** A gauche : critère de plasticité, A droite : courbe d'écrouissage expérimentale et loi d'écrouissage adoptée.

La loi d'écrouissage fait dépendre  $p_c$  de la déformation plastique moyenne  $\dot{\epsilon}_m^p$ , et  $q_c$  est considéré comme constant. Au regard des résultats expérimentaux (figure 2-droite), on propose :

$$p_c = \alpha \epsilon_m^p + p_{c0} \quad [3]$$

avec  $p_{c0} = 9000$  MPa et  $\alpha=75000$  MPa. La densification maximum est de l'ordre de 20% ce qui correspond à un niveau de déformation plastique moyenne de 7% environ. Pour modéliser ce phénomène, on considère une seconde pente d'écrouissage bien plus importante (figure 2-droite) lorsque ce niveau de déformation est atteint.

### 3. Intégration numérique

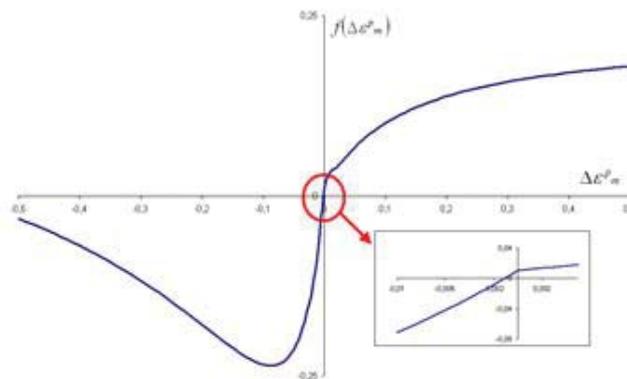
Cette loi de comportement a été implémentée dans le code par éléments-finis Systus<sup>®</sup>. Le problème à résoudre pour implémenter une loi de comportement de façon implicite est le suivant :

*Pour un point d'intégration donné, connaissant le tenseur des déformations aux instant  $t$  et  $t+\Delta t$  ainsi que le tenseur des contraintes à l'instant  $t$ , déterminer le champs de contrainte à l'instant  $t+\Delta t$  telle que la loi de comportement soit rigoureusement satisfaite à l'instant  $t+\Delta t$ .*

Pour cela, nous utilisons un algorithme de retour classique [BER 01]. A partir de la condition de consistance et de la loi d'érouissage, nous obtenons alors une équation non linéaire à une variable de la forme.

$$f(\Delta\mathcal{E}^p_m) = 0 \quad [4]$$

avec  $\Delta\mathcal{E}^p_m$  la variation de déformation plastique moyenne entre les instants  $t$  et  $t+\Delta t$ . Le multiplicateur plastique est alors une fonction de  $\Delta\mathcal{E}^p_m$ . Cette équation est résolu à l'aide d'une méthode itérative. Malheureusement de type de Newton-Raphson ne peut être utilisé car l'équation 3 ne satisfait pas les conditions imposées par ce type d'algorithme. A titre d'exemple, cette fonction est tracée en figure 3 dans le cas d'un chargement hydrostatique.

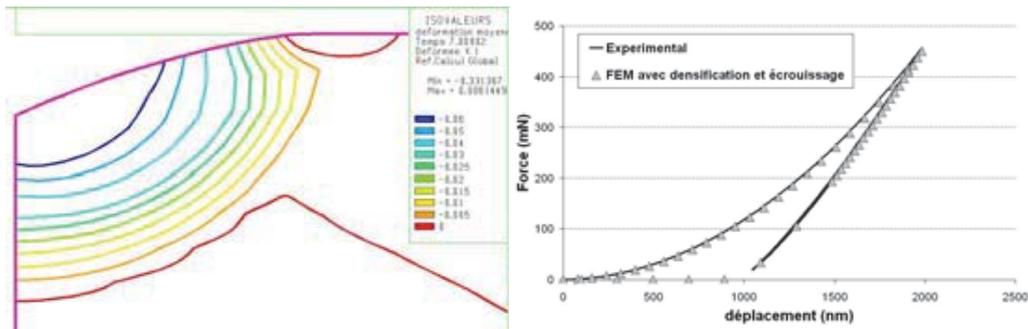


**Figure3.** *Forme de la fonction  $f$  pour un chargement quasiment hydrostatique.*

Pour résoudre l'équation nous avons utilisé une méthode proche du point fixe. Celle-ci est plus stable que la méthode de Newton-Raphson mais est en revanche bien plus lente. Dans le cas d'un chargement purement déviatorique, le multiplicateur plastique se détermine directement sans itération.

#### 4. Simulation numérique d'un essai d'indentation instrumentée

L'écroutissage ayant été mesuré pour les déformations hydrostatiques, le seul paramètre inconnu est la valeur de la limite d'élasticité en cisaillement  $q_c$ . Différentes simulations numériques ont été effectuées pour le déterminer. Plus particulièrement, ce paramètre a été calibré par comparaisons successives à la courbe d'indentation (force-déplacement) obtenue expérimentalement. Les résultats de densifications résiduelles alors obtenues sont en très bon accord avec les résultats expérimentaux (voir figure 4).



**Figure 4 .** *A gauche : distribution de déformation moyenne après indentation, À droite : courbe charge – décharge d'indentation instrumentée avec  $q_c = 8300 \text{ MPa}$ .*

#### 5. Conclusions

Dans cet article, une loi de comportement élastoplastique permettant de modéliser la densification de la silice fondue à l'échelle micronique a été élaborée et implémentée dans un logiciel par éléments-finis. Bien que les résultats soient prometteurs, un problème important subsiste quant à l'écoulement plastique déviatorique qui n'est que très grossièrement pris en compte dans cette approche, faute de résultats expérimentaux adaptés. De nouveaux développements numériques et expérimentaux sont en cours en collaboration avec Saint-Gobain Recherche.

#### 6. Bibliographie

- [BAR 06]. Barthel E. « Mécanique de surface du verre et physico-chimie d'interface », These HDR, 2006
- [BER 01] Bergheau J. M., Mottet G., Debordes O., « Intégration numérique de lois de comportement élastoviscoplastique endommageable, et application », Revue Européenne des Eléments-Finis, vol 7, 1998, pp 681-708
- [HIC 02] P-Y. Hicher, J-F. Shao, « Modèle de comportement des sols et des roches », Hermes science, 2002, ISBN 2-7462-0437-1

- [OLI 92] Oliver W.C., PHARR G., « An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments », *Journal of Material Research*, vol 7, 1992, pp 1564–1583
- [PER 05] A. Perriot « Nanoindentation de couches minces deposees sur substrat de verre de silice », Thèse de doctorat, Paris 6, 2005.