



**HAL**  
open science

## Modélisation du comportement mécanique des verres silicatés à l'échelle micronique.

Guillaume Kermouche, E. Barthel, Damien Vandembroucq, Ph. Dubujet

► **To cite this version:**

Guillaume Kermouche, E. Barthel, Damien Vandembroucq, Ph. Dubujet. Modélisation du comportement mécanique des verres silicatés à l'échelle micronique.. CFM 2007 - 18ème Congrès Français de Mécanique, Aug 2007, Grenoble, France. hal-03362452

**HAL Id: hal-03362452**

**<https://hal.science/hal-03362452>**

Submitted on 1 Oct 2021

**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.

# Modélisation du comportement mécanique des verres silicatés à l'échelle micronique

G. Kermouche<sup>1</sup>, E. Barthel<sup>2</sup>, D. Vandembroucq<sup>2</sup>, Ph. Dubujet<sup>1</sup>

1 : Ecole Nationale d'Ingénieurs de Saint-Etienne  
Laboratoire de Tribologie et dynamique des Systèmes, UMR5513 CNRS/ECL/ENISE/ENSMSE  
58 rue Jean Parot 42023 Saint-Etienne Cedex

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

guillaume.kermouche@enise.fr

## 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. 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. Une simulation numérique de rayure est ensuite effectuée permettant d'obtenir une première idée de la densification de ces matériaux sous ce type de sollicitations.*

## 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 law, which allows to model this phenomenon is presented. The implementation of this law in the finite element software Systus<sup>®</sup> is then detailed. An identification of the material 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 computational results. Finally, a finite element analysis of the scratch test is done to show the plastic densification of such materials under scratching conditions.*

## Mots-clefs :

Pressure dependent plasticity, Nanoindentation, Finite element method

## 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 (Barthel 2006). 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 permettraient de mieux contrôler la rayabilité de la surface des verres en limitant l'apparition de fractures sous l'effet de la rayure.

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 (Oliver and Pharr. 1992), 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 microspectroscopie RAMAN (Perriot *et al.* 2005). Ces travaux ont en outre permis de caractériser le durcissement de ces matériaux sous compression hydrostatique et ainsi de préciser la loi d'écroutissage.

Un ensemble riche et complexe de données est aujourd'hui à notre disposition et l'utilisation de la méthode des éléments-finis semble être un des moyens d'investigation les plus intéressants pour les analyser. L'objectif est, à terme, de 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  $2 \mu\text{m}$ . Perriot *et al.* (2005) 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) définie comme la variation relative de volume (équivalente à la trace du tenseur des petites déformations).

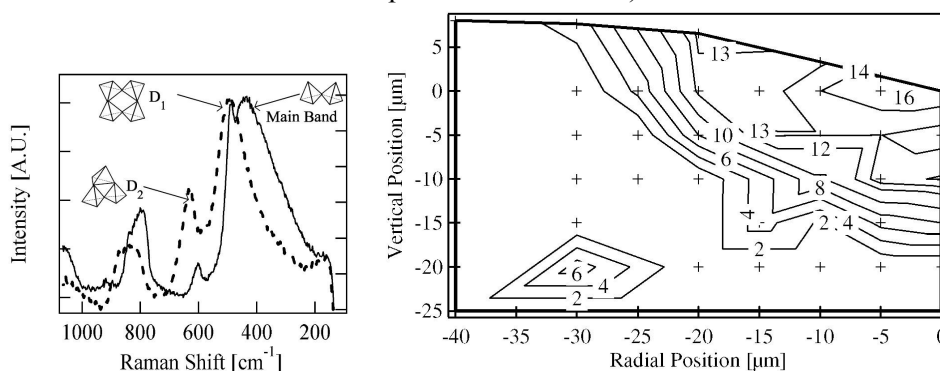


FIG. 1 – A gauche : Spectres Raman de silice fondue (trait plein) et de silice fondue puis densifiée d'environ 20 % par indentation (pointillés). A droite : Carte de densité d'une section d'indent Vickers (20 N) dans la silice, établie par microspectroscopie Raman (figures extraites de Perriot *et al.*, 2005).

### 3 Elaboration d'une loi de comportement adapté

#### 3.1 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 suffisant 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, Perriot *et al* (2005) ont 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. Ils ont ainsi précisé la loi d'écroutissage du point de vue purement hydrostatique. Dans une première approche, nous avons considéré un écroutissage bi-pente permettant de représenter à la fois les premiers stades de déformations et la saturation de la densification. Ces deux courbes sont tracées en figure 2.

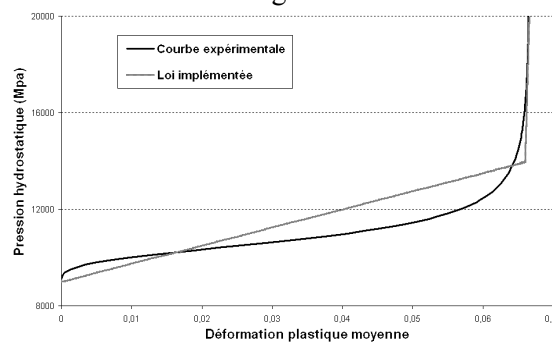


Fig. 2 – Courbe d'écroutissage expérimentale et loi d'écroutissage adoptée dans cet article.

#### 3.2 Hypothèses

Les phénomènes de densification sont couramment rencontrés dans les problèmes mettant en jeu des matériaux poreux. Dans ce cadre de nombreuses lois de comportement ont été développées. Citons, par exemple, les lois de type Cam-Clay pour modéliser le comportement de certains sols et roches (Hicher *et al.* 2002) ou encore les critères d'écoulement de type Gurson pour modéliser la compaction de poudres métalliques (Cedergren *et al.*, 2006).

Pour modéliser la densification des verres silicatés à l'échelle micronique, nous avons choisi un critère de plasticité proche de celui de Shima-Oyane (Shima *et al.*, 76) couplé à une loi d'écoulement associée.

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

avec  $q$  la contrainte équivalente de von Mises,  $p$  la pression hydrostatique,  $q_c$  et  $p_c$  des paramètres matériaux représentant les limites d'élasticité en cisaillement et pression. Dans le cas où la pression hydrostatique est négative, le critère précédent se réduit à celui de von-Mises (voir figure 3). Le durcissement hydrostatique est décrit par une évolution linéaire de  $p_c$  en fonction de la déformation plastique moyenne  $\mathcal{E}_m^p$ .

$$p_c = \alpha \mathcal{E}_m^p + p_{c0} \quad (3)$$

avec  $p_{c0}=9000$  MPa et  $\alpha=75000$  MPa des constantes matériaux identifiées à partir des résultats de Perriot *et al* (2005). La saturation est modélisée par une pente d'écroutissage infinie lorsque le niveau de déformation plastique moyenne atteint 7%.

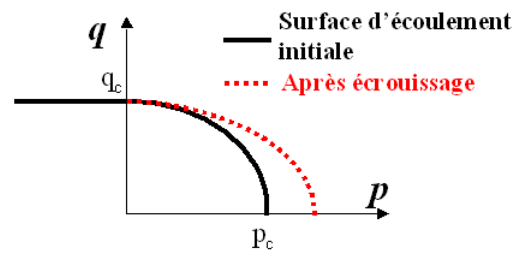


Fig. 3 – Illustration du critère de plasticité adopté.

### 3.3 Implémentation

Cette loi de comportement a été implémentée dans le code par éléments-finis Systus® en utilisant une formulation Lagrangienne réactualisée. Le problème à résoudre pour implémenter une loi de comportement élastoplastique de façon implicite est le suivant :

*Pour un point d'intégration donné, connaissant le tenseur des déformations aux instants  $t$  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 (Belytschko et al. 01). A partir de la condition de consistance et de la loi d'écrouissage, nous obtenons alors une équation non linéaire à une variable de la forme :

$$f(\Delta \mathcal{E}_m^p) = 0 \quad (4)$$

avec  $\Delta \mathcal{E}_m^p$  la variation de déformation plastique moyenne entre les instants  $t$  et  $t+\Delta t$ . Le multiplicateur plastique est alors une fonction de  $\Delta \mathcal{E}_m^p$ . Cette équation est résolue à l'aide d'une méthode itérative, proche du point fixe, qui 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 de l'indentation des verres silicatés

Le durcissement hydrostatique ayant été mesuré expérimentalement, le seul paramètre inconnu est la valeur de la limite d'élasticité en cisaillement  $q_c$ . Pour cela, nous disposons des courbes de charge-décharge de nanoindentations instrumentées effectuées sur des échantillons de silice fondue ainsi que des cartographies de densification obtenues par spectroscopie Raman. Nous avons choisi de déterminer ce paramètre par une analyse inverse reposant sur la comparaison des courbes charge-décharge obtenues numériquement et expérimentalement. Avec cette démarche, nous obtenons une valeur 8300 MPa pour la limite d'élasticité en cisaillement du matériau considéré.

Les résultats de densifications résiduelles alors obtenus sont en très bon accord avec les résultats expérimentaux (voir figure 5). La loi de comportement décrite dans cet article semble donc correctement décrire la densification des verres silicatés sous une sollicitation de type indentation instrumentée. Cependant les phénomènes d'écrouissage ou d'adoucissement sous des sollicitations déviatoriques pures ne peuvent être modélisés avec cette loi de comportement. Ceci montre que l'essai d'indentation instrumentée, bien que complété par des cartographies de densification, ne nous permet pas d'identifier totalement le comportement des verres silicatés à l'échelle micronique. D'autres types d'essais doivent donc être utilisés pour améliorer la loi de comportement développée dans ce document.

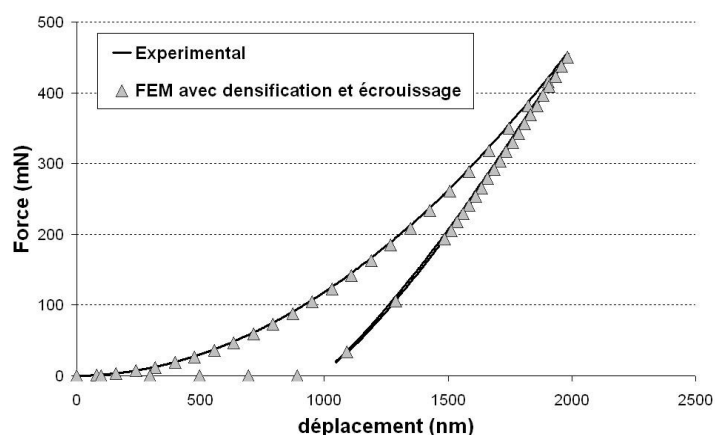


Fig. 4 – courbe charge – décharge d’indentation instrumentée avec  $q_c = 8300$  MPa.

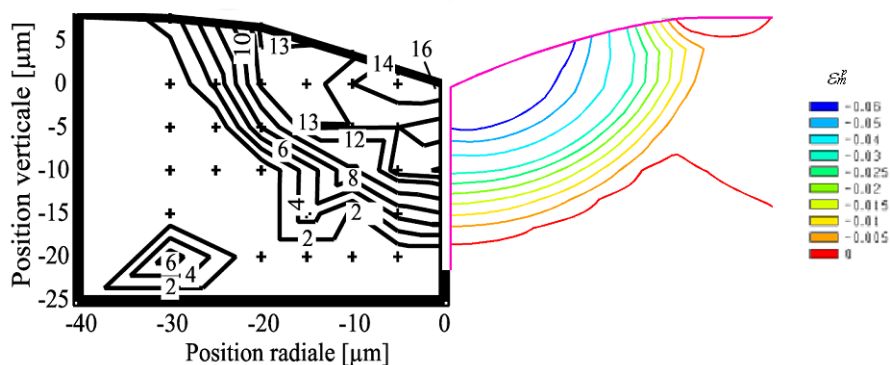


Fig. 5 – A gauche : cartographie de densification expérimentale, à droite : cartographie de déformation plastique moyenne (densification/3) après indentation.

## 5. Une première approche numérique de la rayure des verres silicatés

Un test plus complet que l’essai d’indentation en terme de déformations est l’essai de rayure, qui nous intéresse plus particulièrement pour améliorer notre compréhension de la rayabilité des verres à l’échelle micronique. Malheureusement, celui-ci est bien plus complexe et, par conséquent, très difficile à analyser. Dans cette section, nous présentons des premiers résultats de densifications obtenus à partir d’une simulation numérique bidimensionnelle de rayure. L’indenteur est un dièdre arrondi et nous avons utilisé la loi de comportement décrite par les équations (1) et (2) pour modéliser le comportement des verres silicatés. Dans une première approche, seuls les résultats en phase stationnaire de rayure sont analysés. Plus précisément, la distribution de densification dans l’épaisseur du matériau devient indépendante de l’abscisse de mesure (Kermouche 2005) ce qui permet d’avoir une courbe représentative de l’état de densification du matériau (voir figure 6). Cette première simulation montre que la densification maximale a lieu en surface et qu’elle décroît quasiment linéairement dans l’épaisseur. Par ailleurs, la taille de la zone densifiée est de l’ordre de grandeur de la longueur de contact entre le dièdre et le matériau.

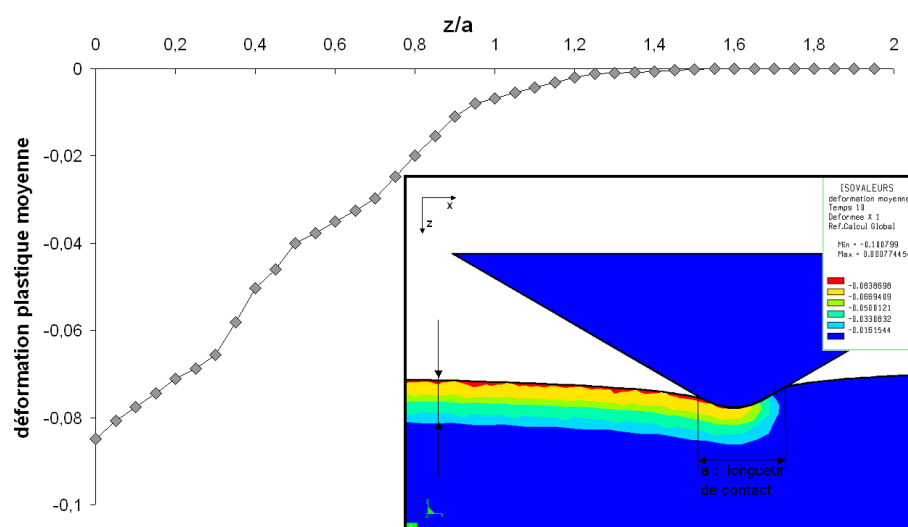


Fig. 6 – Distribution de déformation plastique moyenne (densification plastique/3) dans l'épaisseur du matériau après rayure.

## 6. 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. Les premiers résultats montrent le potentiel de cette loi pour améliorer notre compréhension de la plasticité des verres silicatés à l'échelle micronique sous des sollicitations de type indentation-rayure. 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.

## Références

- Barthel E. 2006. Mécanique de surface du verre et physico-chimie d'interface, These HDR, 2006
- Belytschko, T., Liu, W.K., Moran, B. 2001 Non linear finite elements for continua and structures, (ed Wiley)
- Cedergren, J., Sorensen, N.J., Bergmark, A., 2002, Three dimensional analysis of compaction of metal powder, *Mechanics of Materials*, **34**, 43-59
- Hicher, P.Y., Shao, J.F.. 2002 Modèle de comportement des sols et des roches, (ed Hermes science)
- Kermouche, G., 2005, Contribution à la modélisation théorique et numérique des essais d'indentation et de rayure, Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lyon
- Oliver, W.C., Pharr, G. 1992 An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *Journal of Material Research*, **7**, 1564–1583
- Perriot, A. 2005 Nanoindentation de couches minces déposés sur substrat de verre de silice, Thèse de doctorat, Paris 6
- Shima, S., Oyane, M., 1976, Plasticity theory for porous metals, *International Journal of mechanical Sciences*, **18**, 285-291