



HAL
open science

Nanoindentation : identification des propriétés mécaniques par détection synchrone de la seconde harmonique

Gaylord Guillonnet, Guillaume Kermouche, Sandrine Bec, Jean-Luc Loubet

► **To cite this version:**

Gaylord Guillonnet, Guillaume Kermouche, Sandrine Bec, Jean-Luc Loubet. Nanoindentation : identification des propriétés mécaniques par détection synchrone de la seconde harmonique. CFM 2011 - 20ème Congrès Français de Mécanique, Aug 2011, Besançon, France. hal-03422587

HAL Id: hal-03422587

<https://hal.science/hal-03422587v1>

Submitted on 9 Nov 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.

Nanoindentation: identification des propriétés mécaniques par détection synchrone de la seconde harmonique

G. GUILLONNEAU^a, G. KERMOUCHE^b, S. BEC^a, J.L. LOUBET^a

a. Université de Lyon, Ecole Centrale de Lyon, Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes, UMR 5513 CNRS/ECL/ENISE, 69134 Ecully, France

b. Université de Lyon, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Saint-Etienne, Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes, UMR 5513 CNRS/ECL/ENISE, 42000 Saint-Etienne, France

Résumé:

Les essais de nanoindentation instrumentée permettent d'identifier les propriétés mécaniques des matériaux telles que le module d'Young ou la dureté pour de faibles enfoncements. Il est proposé, dans ce travail, une nouvelle méthode pour obtenir ce résultat. Celle-ci repose sur l'utilisation de la seconde harmonique de la réponse vibratoire. Cette mesure originale permet de déterminer précisément les propriétés mécaniques des matériaux à de faibles enfoncements (inférieurs à 100 nm) sans référence directe à la mesure d'enfoncement. La méthode de calcul et les premiers essais effectués sur la silice et du PMMA sont présentés.

Abstract:

Instrumented nanoindentation tests permits identification of material mechanical properties like Young's modulus and hardness at low depths. In this study, an innovative method to obtain these results is presented. It is based on second harmonic detection of vibratory response. This original procedure permits to precisely determine material mechanical properties at very low depths (below 100 nm) without direct depth measurement. The method and the first tests realized on fused silica and PMMA are presented.

Mots clefs: Nanoindentation, mesures dynamiques, seconde harmonique, dureté, module d'Young

1 Introduction

La technique de nanoindentation a connu une grande évolution technologique depuis plus d'un siècle, avec les premiers essais réalisés par Brinell [1] permettant de définir la notion de dureté, jusqu'à aujourd'hui où la technique de nanoindentation nous permet de déterminer, à l'échelle du nanomètre, la dureté, le module élastique, ainsi que les propriétés viscoélastiques des matériaux [2]. Les propriétés mécaniques le plus couramment mesurées sont le module d'Young et la dureté du matériau. Pour déterminer ces propriétés, il est nécessaire de déterminer précisément l'aire de contact entre la pointe et l'échantillon, celle-ci étant reliée à l'enfoncement de la pointe dans le matériau mesuré lors de l'essai de nanoindentation. Toutefois, le lien entre le déplacement de la pointe et l'aire de contact projetée n'est pas simplement une relation géométrique et plusieurs sources d'erreur sont susceptibles d'influencer directement la précision des résultats (détection du contact, défaut de pointe, dérive thermique, bourrelet d'écoulement plastique ou affaissement), surtout pour les faibles enfoncements. Dans cet article, nous présentons une méthode originale, qui repose sur la détection synchrone de l'amplitude la seconde harmonique du signal de déplacement. Cette méthode permet d'obtenir des mesures dynamiques précises pour de faibles enfoncements de la pointe, car la technique ne nécessite pas la mesure directe du déplacement. Ceci permet de diminuer voire supprimer certaines sources d'erreurs. Nous présentons en première partie la méthode de calcul du module d'Young et de la dureté par la méthode de la seconde harmonique. En seconde partie, nous définissons le protocole expérimental pour réaliser nos essais. Enfin en troisième partie, nous présentons les résultats obtenus.

2 Seconde harmonique: approche théorique

L'indentation dynamique (méthode CSM pour *Continuous Stiffness Measurement*) [3][4] consiste à superposer au signal de force F une oscillation $\tilde{F}(t)$ de faible amplitude à une fréquence donnée :

$$\tilde{F}(t) = F_1 e^{j\omega t} \quad (1)$$

où F_1 est l'amplitude d'oscillation et ω la pulsation. En réponse à cette sollicitation, nous obtenons une réponse vibratoire en déplacement $\tilde{z}(t)$ pouvant être exprimée par une série de Fourier :

$$\tilde{z}(t) = z_1 e^{j(\omega t - \varphi_1)} + z_2 e^{j(2\omega t - \varphi_2)} + \dots + z_n e^{j(n\omega t - \varphi_n)} \quad (2)$$

où z_i , φ_i ($i=1..n$), sont respectivement l'amplitude d'oscillation et le déphasage de la i -ième harmonique. Comme la superposition de l'oscillation en force est effectuée au voisinage de F , nous pouvons exprimer la réponse en déplacement z par un développement de Taylor (exprimé ici à l'ordre 2) :

$$z(F + F_1 e^{j\omega t}) = z(F) + F_1 e^{j\omega t} \frac{dz(F)}{dF} + \left(\frac{F_1^2 e^{2j\omega t}}{2} \right) \frac{d^2 z(F)}{dF^2} + \dots \quad (3)$$

Cette expression est intéressante car elle dépend des termes harmoniques en force et en déplacement. Si on regroupe terme à terme les composantes, nous obtenons les égalités suivantes :

$$\frac{dz(F)}{dF} = \frac{z_1}{F_1} e^{-j\varphi_1} = \frac{1}{K - \omega^2 m + jD\omega} \quad (4)$$

$$z_2 e^{-j\varphi_2} = \frac{F_1^2}{2} \frac{d^2 z(F)}{dF^2} \quad (5)$$

où K est la raideur dynamique du système, m la masse de la colonne et D le coefficient d'amortissement du système. Nous retrouvons la fonction de transfert pour la première égalité. Pour l'équation (5), on observe que la seconde harmonique en déplacement dépend de la dérivée seconde de z , le déplacement de l'indenteur, par rapport à F . En exprimant l'équation (4) en fonction du déphasage, en supposant que seule la raideur dynamique varie en fonction de la force, et que le module d'Young et la dureté sont constants en fonction de la force, nous obtenons l'égalité suivante :

$$z_2 e^{-j\varphi_2} = - \left(\frac{F_1^2}{2} \right) \frac{K^2 \gamma}{S a (K - \omega^2 m)^3 (1 + j \tan(\varphi_1))^2} \quad (6)$$

où S est la raideur dynamique de contact, a est le rayon de contact et γ est la dérivée du rayon de contact en fonction de l'enfoncement z (voir paragraphe 4). En exprimant le module réduit de contact E_c^* et la dureté H par leurs expressions en fonction du rayon de contact a [3], et en utilisant l'expression (6), nous pouvons exprimer les propriétés mécaniques en fonction de l'amplitude de la seconde harmonique en déplacement :

$$E_c^* = \frac{|z_2| (K - \omega^2 m) S^2}{\gamma \beta (|z_1| K)^2} \quad (7)$$

$$H = \frac{4 (|z_2| S (K - \omega^2 m))^2 F}{(K |z_1|)^4 \gamma^2 \pi} \quad (8)$$

β est un coefficient utilisé pour prendre en compte le fait que l'indenteur n'est pas axisymétrique [5]. A partir de ces équations, on observe que deux nouvelles inconnues sont à déterminer. La première est l'amplitude de la seconde harmonique. Sa mesure est effectuée par détection synchrone sur le signal de déplacement. Le deuxième terme à déterminer est la dérivée du rayon de contact en fonction de l'enfoncement. La détermination de cette inconnue sera expliquée dans le paragraphe 4.1. On observe

grâce à ces deux équations que nous pouvons théoriquement déterminer le module d'Young et la dureté par cette nouvelle technique de mesure. L'avantage de cette technique est que ces deux équations ne dépendent pas directement du déplacement mesuré mais de sa variation par l'intermédiaire de la dérivée du rayon de contact en fonction de l'enfoncement γ . Par conséquent, la détermination précise du point de contact entre la pointe et l'échantillon n'est plus indispensable, ce qui est particulièrement intéressant pour les matériaux mous où la détection du contact est difficile. Nous verrons par la suite que l'effet du défaut de pointe est aussi diminué.

3 Expérimentation

3.1 Matériaux

Les essais sont réalisés sur deux échantillons plans et de très faible rugosité: un échantillon de silice fondue et un échantillon de PMMA. Ces échantillons ont été choisis car leurs propriétés mécaniques sont supposées être constantes lors de l'essai d'indentation, y compris au voisinage de la surface (pas d'*Indentation Size Effect*). Les échantillons sont fixés avec de la colle cyanoacrylate sur des porte-échantillons en aluminium et nettoyés avant test avec de l'éthanol.

3.2 Nanoindenteur

Les essais sont effectués sur un nanoindenteur SA2® (Agilent Technologies) équipé d'une tête DCM (Dynamic Contact Module) possédant une très bonne résolution en force et déplacement (respectivement 1 nN et 1 pm). L'ensemble est placé dans une enceinte acoustique pour éviter toute perturbation environnementale et acoustique. La pointe utilisée est un indenteur diamant Berkovich, avec un faible défaut de pointe (hauteur équivalente inférieure à 20 nm). Le nanoindenteur est installé sur une table à ressorts anti-vibrations pour éviter toute vibration parasite. La force imposée est appliquée par une bobine magnétique, et le déplacement est mesuré par mesure capacitive. La tête DCM permet l'utilisation de la méthode CSM pour déterminer les propriétés dynamiques des matériaux, ces propriétés étant mesurées par détection synchrone de la première harmonique en force et déplacement. Nous avons ajouté au nanoindenteur un second détecteur synchrone pour enregistrer l'amplitude de la seconde harmonique en déplacement.

3.3 Procédure d'indentation

La force maximum appliquée F est de 5 mN pour la silice et 1 mN pour le PMMA. La vitesse de déformation est constante, en appliquant $\frac{\dot{F}}{F} = 0.03s^{-1}$ où \dot{F} représente la vitesse de chargement. Cette vitesse de déformation constante permet d'éviter l'effet de du temps sur la mesure des propriétés du PMMA [6]. La dérive thermique acceptée est inférieure à 0.1 nm/s. La fréquence d'oscillation est de 75 Hz pour la silice et 31 Hz pour le PMMA. Pour augmenter la précision des résultats, les essais sont réalisés par paliers de 30 s à charge constante pour différentes valeurs de force. L'amplitude d'oscillation z_1 est fixée à 4 nm pour la silice. Dix plateaux à charge constante sont effectués entre 0.1 mN et 1 mN, et 20 plateaux sont réalisés entre 1 mN et 5 mN. Pour les essais sur le PMMA, l'amplitude d'oscillation en fonction de la charge est augmentée et varie en fonction de la charge appliquée. Ainsi dix plateaux sont réalisés à charge constante entre 0.01 et 0.1mN avec une amplitude d'oscillation de 4 nm, puis 15 plateaux à charge constante entre 0.1 et 0.5 mN avec une amplitude d'oscillation de 8 nm. Enfin, 15 plateaux sont réalisés à charge constante entre 0.5 mN et 1 mN avec une amplitude d'oscillation de 12 nm. Le module et la dureté sont calculés en faisant la moyenne des valeurs calculées sur 30 s. Des essais ont aussi été effectués sans palier à charge constante. Ils permettent de tracer de façon plus lisible l'évolution de l'amplitude de la seconde harmonique en déplacement z_2 en fonction de la raideur de contact dynamique S (voir section 4.2).

4 Résultats et discussions

4.1 Dérivée du rayon de contact en fonction de l'enfoncement

D'après les équations (7) et (8), le module d'Young et la dureté dépendent de la dérivée du rayon de contact

en fonction de l'enfoncement γ . Pour un indenteur Berkovich, si nous exprimons le rayon de contact par l'approche de Loubet [4], nous obtenons l'égalité suivante :

$$a = \sqrt{\frac{24.56}{\pi}} \alpha (z_r + z_0) \quad (9)$$

Où z_r représente l'enfoncement plastique, z_0 la hauteur équivalente du défaut de pointe, et α est un coefficient qui prend en compte le bourrelet qui se forme autour de l'empreinte d'indentation (pour nos essais, $\alpha = 1,2$). Ici seul z_r dépend de l'enfoncement z . Si nous dérivons l'expression du rayon de contact en fonction de l'enfoncement, nous obtenons le résultat suivant :

$$\gamma = \frac{da}{dz} = \sqrt{\frac{24.56}{\pi}} \alpha \frac{dz_r}{dz} \quad (10)$$

L'expression de γ dépend donc de la dérivée de l'enfoncement plastique par rapport au déplacement de l'indenteur. Pour un matériau homogène et un indenteur sans défaut, le rayon de contact varie linéairement en fonction de l'enfoncement. Sa dérivée est donc constante. Nous pouvons par ailleurs noter que la hauteur équivalente du défaut de pointe z_0 n'apparaît plus dans l'expression (10), il n'est donc pas nécessaire de la déterminer, ce qui élimine une source possible d'erreurs.

La Figure 1 présente l'évolution de l'enfoncement plastique en fonction du déplacement de la pointe pour la silice et le PMMA pour les 100 premiers nanomètres d'enfoncement.

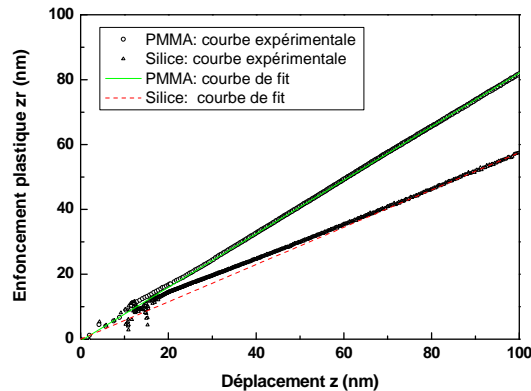


FIG.1 – Evolution de l'enfoncement plastique en fonction du déplacement.

On observe très rapidement la linéarité de z_r par rapport à z . Pour obtenir la valeur de la pente, un fit linéaire est réalisé sur les deux courbes. On observe une bonne corrélation entre les courbes expérimentales et les régressions linéaires. Pour la silice, nous obtenons $\gamma = 1,89 \pm 0,5\%$ et pour le PMMA $\gamma = 2,77 \pm 0,5\%$. Cependant, on peut observer que les courbes ne sont pas linéaires pour les très faibles enfoncements plastiques, entre 0 et 20 nm pour le PMMA et entre 0 et 35 nm pour la silice. Cette non-linéarité est essentiellement causée par le défaut de pointe. Les résultats ne seront donc exploitables que pour des enfoncements plastiques supérieurs à ces valeurs qui restent néanmoins faibles.

4.2 Seconde harmonique en déplacement

La Figure 2 représente l'évolution de l'amplitude de la seconde harmonique en déplacement en fonction de la raideur de contact dynamique.

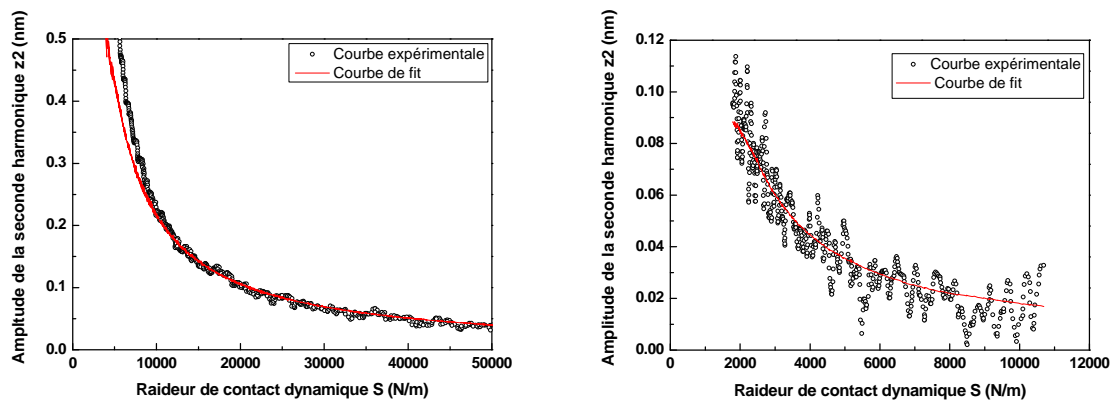


FIG.2 – Evolution de l’amplitude de la seconde harmonique en déplacement en fonction de la raideur dynamique de la silice (à gauche) et du PMMA (à droite): courbe expérimentale et fit.

Pour chaque courbe expérimentale, une courbe théorique est calculée avec l’équation suivante :

$$z_{2,fit} = \frac{AK^2 z_1^2}{(K - \omega^2 m)S^2} \quad (11)$$

avec A le coefficient de fit. La figure 2 montre que les courbes théoriques décrivent correctement les courbes expérimentales de la seconde harmonique expérimentale, que ce soit pour le PMMA ou pour la silice. Des différences sont observées pour les faibles raideurs dynamiques. Cette variation correspond aux enfoncements où γ n’est pas linéaire, l’équation théorique n’est donc pas adaptée pour cet intervalle d’enfoncement. Nous pouvons conclure qu’il est possible de mesurer précisément z_2 pour de faibles enfoncements.

4.3 Calcul du module d’Young et de la dureté

Sur la figure 3 sont tracées l’évolution du module d’Young et de la dureté en fonction de l’enfoncement plastique, pour la silice et le PMMA respectivement.

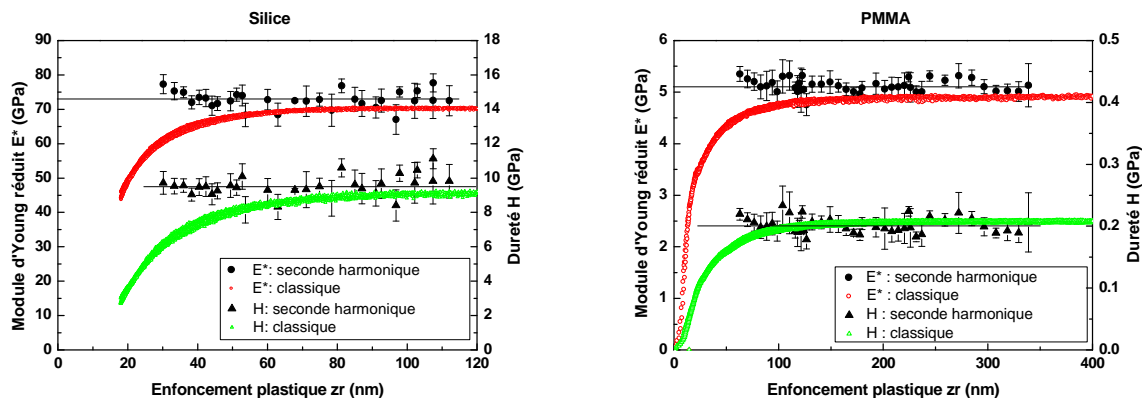


FIG.3 – Module réduit et dureté de la silice et du PMMA en fonction de l’enfoncement plastique: comparaison avec la méthode classique d’analyse des essais d’indentation.

Chaque point correspond à la dureté et au module moyen pour 10 indents avec les barres d’erreurs. A titre de comparaison, sont aussi tracées l’évolution du module et de la dureté obtenus classiquement par la méthode CSM. Pour la silice, la dureté moyenne déterminée par la méthode de la seconde harmonique est de 9,5 GPa avec un écart type de 0,7 GPa. Le module d’Young moyen est de 72,8 GPa avec un écart type de 2,9 GPa. Si nous comparons ces résultats avec ceux obtenus par la méthode classique, les résultats sont proches

($H=9,3$ GPa et $E^*=70,9$ GPa). Pour le PMMA, la dureté déterminée par la méthode de la seconde harmonique est de 0,20 GPa avec un écart type de 0,01 GPa. Le module d'Young réduit moyen est de 5,1 GPa avec un écart type de 0,1 GPa. Nous obtenons aussi des résultats similaires par la méthode classique ($H=0,21$ GPa et $E^*=4,9$ GPa). Pour les deux matériaux, nous observons que la méthode de la seconde harmonique permet d'obtenir des résultats plus précis pour les très faibles enfoncements. La dureté et le module d'Young sont constants dès 30 nm d'enfoncement pour la silice, et dès 60 nm d'enfoncement pour le PMMA. Les propriétés du PMMA n'ont pas été tracées pour de plus faibles enfoncements car nous avons observé que la vitesse de déformation n'avait pas atteint la valeur voulue dans cette gamme d'enfoncement. Nous avons par ailleurs comparé le module d'Young du PMMA obtenu par nanoindentation avec celui obtenu par DMA (Dynamic Method Analysis). Avec un coefficient de Poisson de 0,3, le module d'Young d'indentation est de 4,5 GPa. Celui obtenu par DMA est de 3,8 GPa. De nombreux auteurs trouvent aussi cet écart entre le module d'indentation et le module d'Young déterminé par DMA [7].

5 Conclusion

Dans cet article, une nouvelle technique de mesure, qui repose sur la mesure de l'amplitude de la seconde harmonique en déplacement, a été décrite. Elle possède l'avantage de ne pas utiliser la mesure du déplacement, mais sa variation, ce qui permet de s'affranchir de la détection précise du contact, mais aussi du calcul de la hauteur équivalente du défaut de pointe. Les essais effectués sur la silice et le PMMA ont montré que cette mesure d'amplitude est précise pour de très faibles enfoncements. Ceci nous permet d'obtenir de manière fiable le module d'Young réduit et la dureté pour des faibles enfoncements, là où la technique classique ne permettant pas d'obtenir de bons résultats.

References

- [1] Tabor D, *The hardness of metals*, Oxford University Press, 2000.
- [2] A.C. Fischer-Cripps, *Nanoindentation*, Springer-Verlag New York Inc., 2002.
- [3] Oliver WC, Pharr GM, "An improved technique for determining hardness and elastic-modulus using load and displacement sensing indentation experiments," *Journal of Materials Research*, vol. 7, Jun. 1992, p. 1564-1583.
- [4] Loubet JL, Bauer M, Tonck A, Bec S, Gauthier-Manuel B, "Nano-indentation with a surface force apparatus," *NATO Advanced study institute Series E*, M.Natasi, 1993, p. 429-447.
- [5] King RB, "Elastic analysis of some punch problems for a layered medium," *International Journal of Solids and Structures*, vol. 23, 1987, p. 1657-1664.
- [6] G. Kermouche, J. Loubet, et J. Bergheau, "Cone indentation of time-dependent materials: The effects of the indentation strain rate," *Mechanics of Materials*, vol. 39, 2007, p. 24-38.
- [7] G. Hochstetter, A. Jimenez, Cano JP, et E. Felder, "An attempt to determine the true stress-strain curves of amorphous polymers by nanoindentation," *Tribology International*, vol. 36, 2003, p. 973-985.