



HAL
open science

Vers une détermination guidée par l'identifiabilité du comportement mécanique des matériaux par nanoindentation

Fabrice Richard

► **To cite this version:**

Fabrice Richard. Vers une détermination guidée par l'identifiabilité du comportement mécanique des matériaux par nanoindentation. Mécanique [physics.med-ph]. COMUE Université Bourgogne Franche-Comté, 2017. tel-01590429

HAL Id: tel-01590429

<https://hal.science/tel-01590429>

Submitted on 19 Sep 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.

Habilitation à Diriger des Recherches

Université Bourgogne Franche-Comté

École Doctorale Sciences Physiques pour l'Ingénieur et Microtechniques

Vers une détermination guidée par l'identifiabilité du comportement mécanique des matériaux par nanoindentation

Fabrice RICHARD

Maître de conférences (CNU 60)

Soutenue le 22 juin 2017 devant le jury composé de :

M. Maxence Bigerelle	Rapporteur	PR, Université de Valenciennes
M. Patrick Delobelle	Invité	IR, CNRS
M. Éric Le Bourhis	Rapporteur	PR, Université de Poitiers
M. Sylvain Leclercq	Examineur	Chef de Département, EDF
M. Gérard Mauvoisin	Invité	MCF, Université de Rennes 1
M. Yohan Payan	Examineur	DR, CNRS
M. Philippe Pilvin	Rapporteur	PR, Université de Bretagne-Sud

« Quand on cherche, on finit toujours par trouver quelque chose »
P. Delobelle

Avant-propos

Ce mémoire d'habilitation à diriger des recherches présente les activités de recherche que je mène depuis ma nomination en qualité de maître de conférences à l'Université de Franche-Comté (Besançon) en 2000. La partie principale du mémoire concerne le cœur de mes recherches et les principaux résultats associés. L'annexe est une synthèse de l'ensemble de mes activités d'enseignant-chercheur.

J'ai débuté mes recherches dans l'équipe « propriétés mécaniques des matériaux » (PMM) du laboratoire de mécanique appliquée Raymond Chaléat (LMARC), rebaptisé en 2004 département mécanique appliquée (DMA) de l'institut FEMTO-ST. En 2008, une restructuration du DMA s'est accompagnée d'un éclatement des équipes historiques en de multiples thèmes fonctionnant sur des projets à court terme. Depuis cette restructuration, mes activités s'appuient principalement sur deux thèmes : « propriétés mécaniques des matériaux en couches minces » (PMMCM) et « procédés et mécanique des matériaux » (PM2). Mes travaux consistent à élaborer des méthodes d'analyse des observations issues d'essais mécaniques aux échelles de longueur submicrométrique (PMMCM) et submillimétrique (PM2). La finalité est une meilleure compréhension du comportement inélastique des matériaux à ces échelles et du lien comportement-microstructure-procédé.

Une partie importante des résultats présentés dans ce mémoire est centrée sur la caractérisation par nanoindentation. Elle est le fruit d'une forte interaction entre mes compétences de « mécanicien inverseur » et celles de deux collègues « physiciens expérimentateurs » : Patrick Delobelle et depuis peu Yves Gaillard. Tous deux ont permis l'indispensable confiance dans les mesures obtenues à l'aide des instruments (nanoindenteur et microscope à force atomique) et une analyse pertinente du lien comportement-microstructure à l'échelle submicrométrique. Mes travaux sur l'utilisation du procédé de microformage monopoint en tant qu'essai de caractérisation à part entière sont plus récents et issus d'une collaboration avec Sébastien Thibaud (responsable du thème PM2). Je remercie particulièrement ces trois collègues pour la richesse des échanges scientifiques, ainsi que Fabien Amiot (responsable du thème PMMCM). J'associe à ces remerciements les ex-doctorants que j'ai eu la chance de co-encadrer et les doctorants actuels, il y a dans ce mémoire une part d'eux-mêmes : Mounir Qasmi (2005), Stani Carbillet (2005), Mylène Villars (2011), Ramzi Ben-Hmida (2014), Emile Renner (2016), Gemala Hapsari, Julien Monnet et Mohamed-Cheikh Barick.

Merci à l'équipe du secrétariat du DMA, particulièrement à Christine Froidevaux, présente depuis mon arrivée au LMARC et toujours efficace pour commander les publications improbables. Merci à Clément Diebold pour son efficacité dans la gestion du cluster de calcul et à Arnaud Lejeune pour sa rigueur dans le vocabulaire de l'analyse numérique.

Outre mes collègues et aux membres du jury, Messieurs Maxence Bigerelle, Patrick Delobelle, Éric Le Bourhis, Sylvain Leclercq, Gérard Mauvoisin, Yohan Payan et Philippe Pilvin, mes

remerciements s'adressent à tous ceux qui ont contribué ponctuellement à des échanges bénéfiques, qu'ils soient scientifiques, techniques ou amicaux, que ce soit dans mes activités d'animateur de formations : Nadia Butterlin, Jacques Duffaud, Philippe Picart et Georges Soto-Romero, ou de « simple » enseignant-chercheur ... ils se reconnaîtront.

Je remercie mon épouse et mes enfants pour avoir réussi à me supporter pendant l'écriture de ce mémoire.

J'ai pour terminer une pensée toute particulière pour mon grand garçon, déjà là pendant ma thèse de doctorat et maintenant étudiant ... comme papa.

Introduction

Le processus d'élaboration des connaissances dans le domaine du comportement mécanique des matériaux solides bénéficie ces dernières années d'une forte accélération des progrès technologiques. D'une part les moyens de calcul permettent des simulations d'expériences intégrant des comportements de plus en plus non linéaires, multi-échelles et multi-physiques. D'autre part, les performances des instruments de mesure et leur miniaturisation donnent accès à une multitude d'observations quantitatives en environnement contrôlé (température, hygrométrie, ...) à des échelles de plus en plus fines (ultra-nanoindenteur, microscope à force atomique, ...). Le contenu informatif des mesures expérimentales est donc de plus en plus riche mais l'interprétation de cette multitude de données nécessite d'élaborer des méthodes d'analyse adaptées afin d'en extraire des informations pertinentes sur les mécanismes de déformation étudiés.

L'objectif de mes recherches a toujours été de contribuer par la modélisation et l'interaction modèle-expérience, à la compréhension du lien comportement-microstructure-procédé. Que les matériaux étudiés aient été considérés homogènes ou non, massifs ou sous forme de couches ou plaques plus ou moins minces, les analyses se sont toujours inscrites dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversibles. J'ai ainsi particulièrement étudié les comportements viscoélastiques et viscoplastiques, ainsi que l'anisotropie à différentes échelles spatiales et temporelles.

Dans le processus de modélisation, l'identification paramétrique est une étape fondamentale. De par les multiples et fortes non-linéarités des comportements étudiés, le recalage des modèles numériques des expériences s'est imposé dès le début de mes travaux comme une méthode incontournable d'inversion. La complexité des problèmes abordés a imposé la maîtrise des algorithmes de recalage et de leurs interactions avec les bases de données expérimentales et les différents solveurs éléments finis utilisés. Ces développements techniques se sont concrétisés par la création, dès 2000, d'un logiciel dédié : MIC2M¹. Devant la difficulté d'interprétation des propriétés obtenues par recalage de certains modèles, en particulier celui de la courbe d'indentation élastoplastique, l'élaboration de méthodes d'analyse de l'identifiabilité des paramètres matériau s'est imposée naturellement et progressivement comme un objectif de recherche à part entière. Ces dernières années, j'ai ainsi élaboré des indices d'identifiabilité paramétrique basés sur le conditionnement du problème inverse. Ces indices quantitatifs permettent une meilleure compréhension des difficultés d'inversion et sont utilisables pour guider la conception des essais à prévoir pour bien poser le problème. L'implémentation dans le logiciel MIC2M de tous les modèles et méthodes d'analyse élaborés depuis plus de 15 ans a permis une capitalisation des connaissances et en fait actuellement un outil de recherche très précieux qui permet d'être ambitieux dans les objectifs scientifiques visés.

¹ MIC2M : Modélisation et Identification du Comportement Mécanique des Matériaux (<http://mic2m.univ-fcomte.fr>)

L'indentation est la principale technique de caractérisation mécanique exploitée dans les études de ce mémoire. Cette technique, qui n'a cessé de se développer et de se miniaturiser depuis une trentaine d'années, est à présent un moyen incontournable d'investigation des propriétés locales des matériaux à l'échelle submicrométrique. Ses potentialités sont considérables pour l'identification des comportements : élasticité, plasticité, viscoélasticité, viscoplasticité, endommagement, anisotropie, ... Cependant, les non-linéarités des phénomènes mis en jeu rend l'analyse et l'interprétation des données expérimentales délicates. Les topographies d'empreintes Berkovich obtenues par microscopie à force atomique issues d'essais de nanoindentation à l'échelle d'un monocristal CFC sont un bel exemple de difficulté si on essaye de quantifier les interactions entre les dislocations présentes dans les systèmes de glissement. Pour surmonter ces difficultés, j'ai ainsi développé ces dernières années un indice d'identifiabilité paramétrique dédié à l'essai d'indentation et basé sur l'utilisation conjointe des observations temporelles (force d'indentation et déplacement de l'indenteur) et spatiales (topographie de l'empreinte). Cet indice d'identifiabilité paramétrique guide les essais à réaliser afin d'assurer un minimum de signification aux valeurs des paramètres estimés par recalage et ainsi espérer une analyse pertinente du lien comportement-microstructure-procédé.

La partie principale du mémoire est divisée en deux chapitres :

1. Le premier présente une vision historique de l'analyse inverse des essais mécaniques et le positionnement de mes activités dans ce domaine. Il introduit les notations, le vocabulaire et les principales méthodes utilisées dans les études pour gérer la complexité d'analyse. Il met également en lumière le lien entre les algorithmes de recalage utilisés habituellement et les indices d'identifiabilité paramétrique élaborés. Quelques résultats significatifs clôturent ce chapitre.
2. Le deuxième est dédié à la caractérisation par indentation. Il retrace l'historique de l'essai d'indentation continue², puis expose les limitations des méthodes d'analyse des données à l'origine de mes activités dans le domaine. La stratégie d'amélioration élaborée est ensuite détaillée, elle vise notamment à quantifier la richesse du contenu informatif des observations expérimentales. Une sélection de cinq articles significatifs vient illustrer ce chapitre.

Une ancienne activité de recherche n'est pas détaillée dans la partie principale du mémoire. Elle concerne l'approche probabiliste de la fiabilité des composites qui était un des axes de ma thèse de doctorat et que j'ai maintenue quelques années. Un aperçu est toutefois disponible en annexe du mémoire à travers un curriculum vitae constitué de six sections : 1. Notice bibliographique, 2. Synthèse de la carrière, 3. Activités scientifiques, 4. Activités pédagogiques, 5. Responsabilités collectives, 6. Production scientifique.

Mes perspectives de recherche pour les années à venir clôturent ce mémoire. Elles s'inscrivent dans la continuité des deux chapitres.

² Instrumentée

Table des matières

Avant-propos	I
Introduction	III
Table des matières	V
1. De l'inversion de modèles à l'identification du comportement	1
1.1. Contexte historique.....	4
1.2. Positionnement	5
1.2.1. De l'inversion au recalage.....	7
1.2.2. Du recalage à l'identifiabilité a priori	12
1.2.3. Quelques indices d'identifiabilité a priori.....	16
1.3. Résultats significatifs	21
1.3.1. Élasto-viscoplasticité orthotrope du Zircaloy-4.....	21
1.3.2. Viscoélastoplasticité d'un composite lin-époxyde	25
1.3.3. Endommagement ductile de tôles minces par micro-SPIF.....	27
1.3.4. MIC2M, logiciel d'analyse inverse pour l'identification du comportement	31
2. Extraction de propriétés mécaniques par indentation	35
2.1. Contexte historique.....	36
2.1.1. Mesure de dureté par pénétration.....	36
2.1.2. Instrumentation et miniaturisation des duromètres.....	38
2.1.3. Méthodes d'analyse des données	44
2.2. Positionnement	51
2.2.1. Activités de recherche dans le monde.....	52
2.2.2. Limitations des méthodes d'analyse des données	54
2.2.3. Stratégie d'amélioration.....	61
2.3. Résultats significatifs	67
2.3.1. Gradient de propriétés viscoélastiques d'un polymère	69
2.3.2. Effet des contraintes résiduelles sur la détermination du module d'Young	81
2.3.3. Viscoélasticité du cartilage fémoral humain normal et arthrosique	93
2.3.4. Influence de la teneur en aluminium sur les propriétés plastiques du TiAlN	107
2.3.5. Sensibilité des empreintes Berkovich à la plasticité d'un cristal CFC	121
Perspectives de recherche	147
Bibliographie	157

Annexes	171
Table des annexes.....	173
1. Notice biographique.....	175
2. Synthèse de la carrière.....	177
3. Activités scientifiques.....	179
4. Activités pédagogiques.....	185
5. Responsabilités Collectives	191
6. Production scientifique.....	194

De l'inversion de modèles à l'identification du comportement

Le comportement mécanique d'un matériau est défini par sa loi³ de comportement (\mathcal{L}) et la connaissance des n_θ valeurs des paramètres associés θ_i ($i = 1, \dots, n_\theta$) constituant le vecteur $\boldsymbol{\theta}$. Il se formule mathématiquement par un système d'équations différentielles ordinaires qui représente l'usage que peut faire le matériau du travail qui lui est fourni et relie le changement de forme d'un volume élémentaire représentatif (VER) aux efforts qui lui sont appliqués. Sous l'hypothèse de l'état local (Lemaitre and Chaboche, 1996), ce système peut s'écrire formellement comme une fonctionnelle de tenseurs (contraintes $\boldsymbol{\sigma}$ et déformations $\boldsymbol{\varepsilon}$) et de leurs dérivées temporelles :

$$\mathcal{L}(\boldsymbol{\sigma}, \dot{\boldsymbol{\sigma}}, \dots, \boldsymbol{\varepsilon}, \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}; \boldsymbol{\theta}) = 0 \quad (1)$$

L'identification du comportement du matériau est l'action de déterminer la loi \mathcal{L} et les valeurs des paramètres associés. La démarche généralement suivie consiste à dégager à l'aide d'essais mécaniques des concepts simplifiés traduisant des caractéristiques suffisamment représentatives pour l'utilisation visée (compréhension d'un mécanisme, simulation d'un procédé, ...). Ces concepts sont ensuite assemblés pour construire une loi compatible avec les principes thermodynamiques. Un comportement identifié est donc le résultat d'une analyse et d'une interprétation d'observations expérimentales échantillonnées \mathbf{y} mettant en jeu les phénomènes modélisés et permettant ainsi d'appréhender plus ou moins directement le lien $\mathbf{y} - \mathcal{L}_\theta$. Dans ce processus itératif, il est généralement nécessaire à chaque itération de formuler et résoudre au moins deux problèmes qui sont en fait inverses l'un de l'autre :

- *Le problème direct* : $\mathbf{y} = \mathcal{M}(\mathbf{p})$. Il consiste à intégrer une loi de comportement candidate \mathcal{L} dans un modèle d'expérience noté \mathcal{M} . Ce modèle \mathcal{M} est un opérateur généralement implicite de $\boldsymbol{\theta}$ et fortement non linéaire permettant de reproduire par simulation les tendances du lien $\mathbf{y} - \mathcal{L}_\theta$. Dans les notations du mémoire, le vecteur-paramètre $\mathbf{p} = (\boldsymbol{\theta}; \mathbf{y}^s; \dots)$ est constitué de toutes les données nécessaires à la résolution de ce problème direct : matériau(x) $\boldsymbol{\theta}$,

³ Le mot « loi » est privilégié au mot « modèle » dans ce mémoire par souci de distinction entre la loi de comportement du matériau et le modèle de l'expérience qui l'intègre.

sollicitation \mathbf{y}^s , ... Le vecteur-observation $\mathbf{y} = (\mathbf{y}^r; \mathbf{y}^s)$ est quant à lui la concaténation des vecteurs \mathbf{y}^r et \mathbf{y}^s représentant respectivement la réponse et la sollicitation⁴ (Figure 1).

- *Le problème inverse* : $\mathbf{p} = \mathcal{M}^{-1}(\mathbf{y})$. Il consiste à déduire les causes connaissant les effets. Il peut s'agir de déterminer tout ou partie des paramètres pilotant un comportement du matériau, une sollicitation, ...

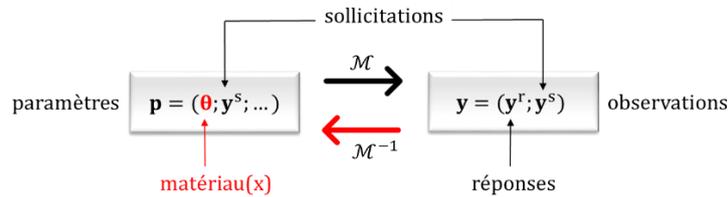


Figure 1 : Identification paramétrique par analyse inverse. Problèmes direct (\mathcal{M}) et inverse (\mathcal{M}^{-1}).

Poser correctement le problème inverse demande une bonne connaissance du problème direct afin de construire un vecteur-observation \mathbf{y} au contenu informatif suffisamment riche pour permettre l'inversion. La difficulté majeure est donc dans la formulation même du problème qui devrait satisfaire trois conditions pour être bien posé (Hadamard, 1902) :

- *Existence* de solutions (quel que soit \mathbf{y} , $\mathbf{p} = \mathcal{M}^{-1}(\mathbf{y})$ est calculable). En pratique, l'existence d'une quasi-solution⁵ est jugée à travers l'adéquation modèle-expérience.
- *Unicité* de la solution (un même \mathbf{y} ne peut pas provenir de deux \mathbf{p} différents). En pratique, la non-unicité est une difficulté sérieuse. Si une quasi-solution existe, il n'est pas inconcevable que des valeurs différentes des paramètres conduisent aux mêmes observations. Si un problème a plusieurs quasi-solutions, il faut disposer d'informations complémentaires afin de réduire l'espace des possibilités.
- *Stabilité* de la solution vis-à-vis des variations de données (\mathbf{p} dépend suffisamment continument de \mathbf{y}) et des choix de modélisation (robustesse). En pratique, le manque de continuité est souvent le point le plus problématique. Cette condition impose qu'une petite variation $\|\delta\mathbf{y}\|$ ne doit entraîner qu'une petite variation $\|\delta\mathbf{p}\|$, en d'autres termes que la sensibilité de la solution aux données soit faible.

La vérification de ces trois conditions est loin d'être triviale dans les problèmes d'identification en mécanique des matériaux. Dans les études de ce mémoire, les problèmes inverses sont non-linéaires et de plus sur-déterminés, c.à.d. que la dimension de l'espace des observations est supérieure à celle de l'espace des paramètres. Ils sont résolus en redéfinissant le problème initial en un problème de minimisation de l'écart entre les observations simulées et expérimentales (recalage de \mathcal{M}). Le caractère prédictif du comportement est ensuite testé dans le domaine de validité désirée en le confrontant à d'autres observations issues du même dispositif expérimental (validation interne) et si possible à des observations issues d'un autre dispositif (validation

⁴ Par exemple pour le modèle $\mathcal{M}(\mathbf{p})$ de la courbe d'indentation élastoplastique $P - h$ à deux paramètres plastiques (limite élastique σ_y et coefficient d'écroutissage n) et pour une sollicitation en déplacement h : $\mathbf{y} = \mathcal{M}(\mathbf{p}) = (\mathbf{y}^r; \mathbf{y}^s) = (\mathbf{P}; \mathbf{h})$, avec $\mathbf{p} = (\boldsymbol{\theta}; \mathbf{h})$ et $\boldsymbol{\theta} = (\sigma_y; n)$

⁵ Solution approchée (Ivanov, 1963)

externe). Si ces tests de validation s'avèrent concluants, le comportement est considéré identifié, sinon il faut reformuler le comportement et réitérer.

À cause de la complexité des modèles \mathcal{M} permettant une description raisonnable des phénomènes non-linéaires, la détermination analytique des inverses s'avère inaccessible. L'exploration numérique de \mathcal{M}^{-1} , dite analyse inverse, vise à quantifier le caractère plus ou moins bien posé du problème inverse. Ce caractère bien posé dépend de la richesse du contenu informatif du vecteur-observation \mathbf{y} . Dans le domaine des essais mécaniques, il est d'usage de distinguer deux catégories d'essais pour construire ce vecteur : les essais « homogènes » et les essais « hétérogènes », nommés ainsi de par l'homogénéité (uniformité) ou non des champs dans l'échantillon testé.

- *Les essais « homogènes »* constituent la catégorie historique. Ils consistent à utiliser des éprouvettes standardisées dans lesquelles il existe une zone (dite utile) où les champs (contrainte, déformation, ...) sont considérés uniformes. Ces essais sont dits statiquement déterminés et la zone utile est censé représenter un VER⁶ du matériau. Les éprouvettes sont soumises à des sollicitations qui engendrent dans cette zone un état de contrainte et de déformation conventionnel (écrouissage, fluage, relaxation, monotone ou cyclique) uniaxial (traction, cisaillement) ou multiaxial (traction biaxiale, traction-cisaillement, ...) qui permet souvent de découpler les phénomènes étudiés. L'intérêt principal de ces essais « homogènes » est de permettre, pour des comportements simples, une inversion analytique du modèle \mathcal{M} , ou tout au moins une exploration assez globale de l'inverse \mathcal{M}^{-1} si la résolution est numérique. La simplicité de cette approche n'est cependant qu'apparente lorsqu'il s'agit d'identifier des lois complexes, d'une part parce que l'uniformité des champs est souvent difficile à satisfaire, d'autre part parce que le découplage des phénomènes peut nécessiter beaucoup d'essais, voire s'avérer irréalisable. De plus, disposer d'éprouvettes standardisées est parfois impossible à cause du matériau lui-même : couches minces, matériaux biologiques, ... Deux études significatives de ce mémoire concernent l'analyse d'essais « homogènes ». La première date du début des années 2000 [ACT104-05] et concerne l'élasto-viscoplasticité anisotrope du Zircaloy-4. C'est la complexité de cette étude qui a imposé la création d'un logiciel dédié (l'embryon du logiciel MIC2M actuel) afin de maîtriser le processus de recalage : un vecteur-observation \mathbf{y} constitué des données d'environ 200 essais et environ 40 paramètres associés à la loi de comportement. La deuxième étude est très récente et publiée en 2014 [ACL10]. Elle concerne le comportement visco-élastoplastique d'un composite lin-époxyde et marque le début de l'utilisation d'un indice d'identifiabilité paramétrique pour quantifier la possibilité de découplage des deux phénomènes visqueux étudiés (viscoélastique et viscoplastique) à l'aide d'un essai de chargement répété progressif et d'un essai de fluage en traction simple.
- *Les essais « hétérogènes »* constituent la catégorie « moderne ». Les études de ce mémoire concernent majoritairement l'analyse d'essais de ce type (indentation, formage). Si la méthode des Éléments Finis est devenue classique pour résoudre le problème direct, l'inversion du modèle reste un point délicat qui se heurte constamment à la contrainte du temps de calcul.

⁶ Volume Élémentaire Représentatif. Le VER doit satisfaire deux conditions (Bornert et al., 2001) : Être plus grand que la taille caractéristique des constituants afin que leur nombre soit suffisant pour permettre une représentation statistique correcte et être plus petit que la taille caractéristique d'une structure mécanique (ex : poutre, éprouvette) pour pouvoir éventuellement être remplacé par un matériau homogène équivalent lors d'un calcul de structure.

En effet, celui-ci ne permet généralement pas l'exploration d'un grand domaine de possibilités des paramètres, rendant l'inversion problématique.

Que mesurer, quand et où, parmi toutes les possibilités (les observables) afin de construire un vecteur \mathbf{y} optimal pour l'inversion \mathcal{M}^{-1} ? Les réponses à ces questions fondamentales sont encore aujourd'hui issues d'une expertise des dispositifs expérimentaux et du matériau à caractériser. Une fois choisis les types d'essais et les variables observées, il reste à déterminer pour la sollicitation les formes des signaux (rampe, triangle, sinus, ...) et les caractéristiques associées (vitesse, temps de maintien, fréquence, ...), ainsi que celles liées à l'enregistrement des réponses (fréquence d'échantillonnage spatiale et/ou temporelle). Si le choix d'un type de signal est généralement issu d'une connaissance a priori du comportement attendu et contraint par les possibilités des dispositifs expérimentaux, les valeurs des paramètres associés qui maximisent la richesse des observations ne sont pas connues car celles-ci dépendent justement du comportement recherché. Faire le bon choix requiert une bonne connaissance de la loi de comportement candidate et du modèle de l'expérience (problème direct) afin d'élaborer les signaux appropriés.

Un traitement est souvent appliqué sur les mesures expérimentales brutes pour construire le vecteur-observation \mathbf{y} . Il peut inclure un ré-échantillonnage spatial et/ou temporel et l'élimination d'un bruit de mesure, de données aberrantes, des dynamiques jugées non pertinentes. Le traitement peut consister également à introduire des premières hypothèses sur le comportement du matériau ou de l'échantillon testé. Ainsi, dans le cas d'un essai « homogène » d'érouissage en traction simple, il peut s'agir de calculer les contraintes et déformations sous les hypothèses d'isotropie et d'incompressibilité plastique. Dans le cas de l'indentation, cela peut consister à caractériser la courbe d'indentation par des fonctions adimensionnelles (courbure en charge, raideur en début de décharge, ...) plutôt que point par point. Le traitement des données brutes afin de les intégrer de manière ad hoc dans le problème inverse devient de plus en plus complexe avec la tendance actuelle à l'accumulation des données. En effet, les techniques expérimentales permettent de plus en plus des mesures de champs cinématiques, même à des échelles spatiales très faibles, ce qui peut générer une grande quantité de données menant à une dilution de l'information. La question de la détermination des données pertinentes devient brûlante, même pour certaines études de ce mémoire, qui pourtant n'aborde pas particulièrement ce problème. Doit-on par exemple prendre toute la topographie d'une empreinte d'indentation mesurée par microscopie à force atomique ou la tronquer ? et si oui comment ? N'est-il pas plus pertinent de caractériser cette topographie par une hauteur de bourrelet (pile-up) ?

La pertinence des choix dans la construction des observations à exploiter est à juger en termes d'identifiabilité paramétrique, c'est-à-dire de capacité à bien poser le problème inverse. Avant de positionner mes activités dans ce domaine et de présenter quelques résultats significatifs concernant la méthode et son application, un bref historique de l'analyse inverse des essais de caractérisation mécanique permet de situer mes travaux.

1.1. Contexte historique

Dans le domaine de l'identification du comportement élastique, on retrouve des analyses inverses de modèles numériques d'essais mécaniques dans des publications de chercheurs américains dès le début des années 1970. A l'époque, il s'agit déjà de recalage de modèles EF d'essais « hétérogènes ». Les lois de comportement utilisées sont isotropes (Kavanagh and Clough, 1971) ou anisotropes (Kavanagh, 1972). Ces pionniers présentent déjà à cette époque la caractérisation mécanique des matériaux comme une application naturelle et prometteuse des modèles éléments

finis d'essais mécaniques. Parallèlement, se développent la théorie des problèmes inverses, les applications dans différentes disciplines (Åström and Eykhoff, 1971; Tichonov and Arsenin, 1977; Tarantola, 1987) et les outils logiciels associés (ex : SiDoLo⁷ en 1988).

Les années 1990 marquent le développement des méthodes inverses en mécanique des solides (Schnur and Zabarab, 1992), notamment en France (Bui, 1993; Bonnet, 1995), ainsi que leur application à l'identification de comportements élastiques anisotropes (Oomens et al., 1993; Meijer et al., 1999) et surtout plastiques et viscoplastiques :

- *A partir d'essais « homogènes »*, beaucoup d'études ont eu pour objectif l'identification de comportements viscoplastiques par minimisation d'une fonctionnelle d'erreur modèle-expérience à l'aide d'algorithmes déterministes (Senseny et al., 1993; Cailletaud and Pilvin, 1994; Mahnken and Stein, 1994, 1996a), stochastiques (Müller and Hartmann, 1989; Kublik and Steck, 1992; Furukawa and Yagawa, 1997; Bruhns and Anding, 1999), voir hybrides (Kunkel and Kollmann, 1997). Le nombre paramètres matériau est parfois élevé, comme par exemple les 14 paramètres viscoplastiques identifiés à l'aide d'une vingtaine d'essais uniaxiaux et biaxiaux (monotone, cyclique, fluage, relaxation) de l'étude de Cailletaud et Pilvin (Cailletaud and Pilvin, 1994).
- *A partir d'essais « hétérogènes »*, quelques travaux pionniers en Allemagne (Mahnken and Stein, 1994, 1996b, 1997, Mahnken, 1999, 2000), en France (Pilvin and Cailletaud, 1993; Gaurus et al., 1994, 1996, Gelin and Ghouati, 1994, 1995; Ghouati and Gelin, 1998), aux Pays-Bas (Meuwissen et al., 1998) ou encore à Singapour et en Australie (Lam et al., 1998). Les lois identifiées sont alors relativement simples, avec un nombre de paramètres en général inférieur à la dizaine. Les essais sont standard ou légèrement enrichis de mesures cinématiques effectuées dans les zones d'intérêts.

Ces publications des années 1990 marquent le début d'une longue liste avec une augmentation de la complexité des comportements identifiés (ou supposés l'être) comme celui de ma thèse de doctorat : un comportement visco-élastoplastique endommageable d'un monocouche verre-époxyde piloté par 18 paramètres (Richard, 1999) estimés en analysant des données issues d'essais « homogènes » multiaxiaux sur des stratifiés tubulaires. C'est à cette époque, alors en post-doctorat (1999-2000), que j'ai dû élaborer une stratégie d'analyse de l'inverse d'un modèle particulièrement complexe intégrant environ 200 essais uniaxiaux et biaxiaux. Le comportement élasto-viscoplastique anisotrope du matériau étudié (Zircaloy-4), fortement non linéaire et dépendant de la température, de la fluence⁸ et du flux neutronique était piloté par une quarantaine de paramètres [ACTI04-05].

1.2. Positionnement

A cause de la complexité des modèles permettant une description fine des phénomènes non linéaires à identifier, la détermination analytique de l'inverse est inaccessible et une analyse numérique s'avère en pratique indispensable. La difficulté de l'inversion numérique $\mathcal{M}^{-1}(\mathbf{y})$ dépend bien sûr des non-linéarités de la loi (\mathcal{L}) de comportement du matériau qui est intégrée dans \mathcal{M} et du nombre de paramètres à identifier simultanément dans $\boldsymbol{\theta}$, mais également :

^{7 7} SiDoLo : Simulation et IDentificatiOn de LOis de comportement. Logiciel créé par Philippe Pilvin (Pilvin, 1983, 1985, 1988, 1990)

⁸ Nombre de particules par unité d'aire

- du nombre d'essais à prendre en compte simultanément dans \mathcal{M} : écrouissage, fluage, indentation, ...,
- des non linéarités (de géométrie, de contact) des essais constituant \mathcal{M} ,
- de la nature des observations à prendre en compte simultanément dans \mathbf{y} (contrainte, déformation, force, déplacement, position, ...),
- du nombre d'observations (dimension du vecteur \mathbf{y}) et de leurs traitements. Par exemple, dans le cas des mesures de champs cinématiques (Avril et al., 2008; Blanchard, 2009; Grédiac and Hild, 2011), la multitude des observations obtenues peut fournir des données surabondantes dont l'analyse s'avère délicate, même pour des comportements très simples.

Dans le domaine de la mécanique des matériaux, une grande complexité dans le comportement rime encore souvent avec des essais « homogènes » (Andrade-Campos et al., 2007). Inversement une grande complexité d'essais « hétérogènes » (ex : indentation) s'accompagne souvent d'une grande simplicité du comportement (ex : élastoplasticité de type puissance). Deux exemples de modèles \mathcal{M} illustrent ce propos de façon flagrante dans ce mémoire :

- Le modèle constitué d'environ 200 essais « homogènes » uni- et bi-axiaux pour identifier l'élasto-viscoplasticité anisotrope du Zircaloy-4 piloté par une quarantaine de paramètres (cf. §1.3.1),
- Le modèle constitué d'un seul essai d'indentation pour identifier un simple comportement élastoplastique piloté par trois paramètres (cf. chapitre 2).

Dans les études que j'ai menées, la complexité des comportements identifiés a diminué au fil du temps au profit d'une augmentation de la complexité des essais. Cette évolution est due à la prise en compte des non linéarités géométriques et de contact en indentation. Cette tendance tend actuellement à s'infléchir notamment avec l'intégration dans le vecteur-observation \mathbf{y} de champs (position, déplacement, ...) et de sollicitations temporelles plus riches (force d'indentation, déplacement de l'indenteur), qui ouvrent la voie par exemple à la détermination de comportements plastiques à l'échelle du cristal et au découplage de phénomènes visqueux.

Un constat s'impose dans la multitude des publications scientifiques du domaine de ces deux dernières décennies : plus la difficulté du problème inverse augmente, plus l'attention est portée à l'existence d'une solution et moins les arguments justifiant l'unicité et surtout la stabilité de la solution sont probants. Alors que l'utilisation des algorithmes de recalage est de plus en plus aisée de par leur intégration en standard dans des outils de calcul scientifique (Matlab, ...), la fiabilité des identifications paramétriques est de plus en plus problématique. Lorsque l'incertitude, ou au moins la preuve de la stabilité de la solution n'est pas fournie, il est impossible de savoir si les paramètres obtenus ne sont pas que de simples coefficients d'ajustement. Cette utilisation systématique du recalage sans calcul d'incertitude sur les valeurs estimées rend l'analyse du lien entre le comportement soi-disant identifié, la microstructure et le procédé d'élaboration bien hasardeuse. L'exemple des paramètres plastiques estimés à partir de la courbe d'indentation élastoplastique est un cas d'école. C'est une courbe extrêmement facile à « fitter » car l'instabilité de la solution fait qu'en pratique il en existe une infinité (cf. chapitre 2). Dans ces conditions, les paramètres de la loi pris séparément ne représentent pas des propriétés intrinsèques du matériau testé. Afin de repérer, quantifier et surmonter ce genre de difficultés, il est indispensable de généraliser dans notre discipline les analyses d'identifiabilité. C'est depuis cinq ans une direction de recherche que j'ai prise en élaborant des indices quantitatifs dédiés. Ceux-ci amènent un nouvel éclairage sur de nombreux problèmes d'identification, particulièrement dans le domaine de l'indentation continue (cf. chapitre 2).

L'algorithme de recalage utilisé dans la majorité des études de ce mémoire est tout d'abord présenté dans le paragraphe « De l'inversion au recalage ». Le paragraphe « Du recalage à l'identifiabilité a priori » permet ensuite de faire le lien avec les indices d'identifiabilité définis dans le paragraphe « Quelques indices d'identifiabilité ». Ces trois paragraphes suivent le cheminement qui a été le mien dans le domaine de l'analyse inverse. Ils ne présentent que les méthodes que je juge totalement indispensables aux problèmes que j'ai eu à poser et résoudre. Par la cohérence des notations choisies, ils tentent de faire le lien entre des notions a priori disjointes et différents vocables. Ils illustrent au final l'intérêt d'utiliser un indice scalaire capable de mesurer la richesse des observations expérimentales en fonction des paramètres recherchés.

1.2.1. De l'inversion au recalage

Dans des cas relativement simples, l'exploration numérique systématique de \mathcal{M}^{-1} peut être tentée dans l'espace des possibilités paramétriques. Elle consiste dans un premier temps en un criblage par discrétisation de cet espace afin de construire point par point par simulation une base de données de la relation $\mathbf{p} - \mathbf{y}$ échantillonnée. Dans un deuxième temps, des approximations de \mathcal{M} ou \mathcal{M}^{-1} sont recherchées. Ces approximations peuvent parfois être obtenues analytiquement par un traitement ad hoc des observations, mais le sont généralement numériquement par une méthode de surface de réponses (polynôme, réseau de neurones, ...). L'intérêt principal est qu'une fois l'approximation effectuée, l'estimation des paramètres matériau à l'aide de données particulières, par exemple celles issues de l'expérience réelle \mathbf{y}_e , ne nécessite plus la résolution du problème direct initial, donc de logiciels dédiés de type éléments finis. En pratique, cette méthode d'exploration préalable du modèle est intéressante pour des problèmes très spécifiques à peu de paramètres (ex : indentation élastoplastique d'échantillon homogène semi-infini).

Une méthode plus générale pour résoudre le problème inverse est de rechercher la solution de \mathcal{M}^{-1} localement en \mathbf{y}_e en le reformulant dès le début en un problème de minimisation d'une fonction V représentant une distance entre l'observation simulée $\mathbf{y}(\boldsymbol{\theta}) = \mathcal{M}(\boldsymbol{\theta}; \mathbf{y}_e^S)$ et l'observation donnée $\mathbf{y}_e = (\mathbf{y}_e^r; \mathbf{y}_e^S)$, réelle ou virtuelle. L'objectif est alors de résoudre par une méthode numérique appropriée, dite de recalage du modèle \mathcal{M} , un problème de minimisation :

$$\hat{\boldsymbol{\theta}} = \underset{\boldsymbol{\theta} \in \Theta}{\operatorname{argmin}} V[\mathbf{y}(\boldsymbol{\theta}), \mathbf{y}_e] \quad (2)$$

Rechercher $\hat{\boldsymbol{\theta}}$ revient donc à chercher une quasi-solution du problème inverse en \mathbf{y}_e dans un espace de possibilités des paramètres Θ qui peut par exemple être borné par des limites thermodynamiquement admissibles (une valeur minimale d'un module d'élasticité égale à zéro par exemple). En général, l'erreur sur la sollicitation est négligée et n'est considérée pour le calcul de V que la distance entre les réponses $\mathbf{y}^r(\boldsymbol{\theta})$ et \mathbf{y}_e^r .

1.2.1.1. Fonction coût

La méthode de recalage est une méthode itérative dans laquelle un algorithme d'optimisation pilote le modèle de l'expérience jusqu'à un calage optimum correspondant au minimum (ou aux minima) $\hat{\boldsymbol{\theta}}$ de la fonction V représentant une distance modèle-expérience. Le temps de calcul étant une contrainte forte, la rapidité de convergence est un point fondamental, ce qui exclut très fréquemment pour la résolution du problème les algorithmes globaux (stochastiques) et fait des algorithmes locaux (déterministes) des candidats naturels. Concernant le choix de la norme, même si on retrouve dans la littérature quelques cas d'utilisation de la norme 1 (Bruno et al., 2008), c'est la norme 2 qui est majoritairement utilisée depuis une vingtaine d'années (Gelin and

Ghouati, 1994; Mahnken and Stein, 1996a). Elle conduit en effet à une fonction différentiable qui permet l'utilisation d'algorithmes de minimisation dont la vitesse de convergence est élevée (Kleinnermann, 2000). C'est cette norme, pondérée judicieusement, qui a été utilisée dans tous les travaux de ce mémoire.

La difficulté principale est que les observations peuvent différer de par leur nature (force, déplacement, ...) et leur échantillonnage. Il est donc nécessaire de les rendre adimensionnelles en introduisant un modèle d'incertitude et des pondérations (par exemple entre les différents essais considérés). On trouve historiquement (voir §1.1) différentes formulations de la fonction à minimiser qui peuvent s'écrire généralement sous la forme :

$$V(\boldsymbol{\theta}) = \frac{1}{N_v} \sum_{o=1}^{N_v} \sum_{i=1}^{N_o} \left(\frac{y_i^o(\boldsymbol{\theta}) - y_{e,i}^o}{sc_{y_i^o}} \right)^2 \quad (3)$$

Où o correspond au numéro de la variable observée ($o = [1; N_v]$) et i au numéro de l'observation dans l'échantillon ($i = [1; N_o]$). $sc_{y_i^o}$ est un facteur d'échelle associé à l'observation y_i^o qui peut s'écrire en considérant un poids équivalent pour chaque observation :

$$sc_{y_i^o} = \Delta y_{e,i}^o \sqrt{N_o} \quad (4)$$

$\Delta y_{e,i}^o$ représente l'incertitude sur l'observation y_i^o . $\sqrt{N_o}$ permet de pondérer la $i^{\text{ème}}$ observation de la variable o par rapport à la taille de l'échantillon en considérant que \sqrt{V} est une moyenne quadratique des écarts modèle-expérience. Si l'incertitude sur y_i^o est relative et constante (égale à σ), $\Delta y_{e,i}^o$ peut s'écrire :

$$\Delta y_{e,i}^o = \sigma |y_{e,i}^o| \quad (5)$$

Cette écriture, souvent retrouvée dans la littérature, pose un certain nombre de problèmes lors de chargements cycliques, notamment le caractère indéfini en 0 du facteur d'échelle dans l'équation (3) et/ou lorsqu'il est préférable de ne pas donner trop d'importance aux faibles valeurs comme aux premiers points d'une courbe d'indentation conique (problèmes de convergence numérique et de détection expérimentale du contact). L'incertitude sur y_i^o peut également être considérée absolue et constante pour chaque variable o considérée et représente alors une incertitude de type épaisseur de trait d'une courbe. En considérant de plus que le rapport « signal/bruit » est le même pour chaque variable au niveau maximal des signaux, l'incertitude peut alors s'écrire :

$$\Delta y_{e,i}^o = \sigma \left| \max_i y_{e,i}^o \right| \quad (6)$$

Cette hypothèse permet d'éviter les problèmes cités précédemment et a donc été retenue dans la majorité des études de ce mémoire, mais des hypothèses plus pertinentes peuvent être émises à ce niveau pour d'autres applications (imagerie par exemple) en suivant la même approche. Le problème à résoudre peut s'écrire avec les notations précédentes :

$$\hat{\boldsymbol{\theta}} = \underset{\boldsymbol{\theta} \in \Theta}{\operatorname{argmin}} \omega(\boldsymbol{\theta}) \quad (7)$$

Avec une fonction coût ω à minimiser écrite sous la forme d'une somme de $N = \sum_{o=1}^{N_v} N_o$ résidus \mathbf{r} :

$$\omega(\boldsymbol{\theta}) = V(\boldsymbol{\theta}) \frac{N_v}{2} = \frac{1}{2} \sum_{k=1}^N (\bar{y}_k(\boldsymbol{\theta}) - \bar{y}_{e,k})^2 = \frac{1}{2} \mathbf{T} \mathbf{r} \cdot \mathbf{r} \quad (8)$$

1.2.1.2. Algorithme de minimisation

La minimisation de la fonction coût ω peut s'effectuer par différentes méthodes : stochastique, déterministe, hybride (Richard, 1999). Une d'entre elles est détaillée ici, d'une part parce qu'elle s'est avérée, de par sa robustesse et sa rapidité de convergence, totalement indispensable aux études menées, et d'autre part parce que les notations choisies permettent un lien naturel avec les indices d'identifiabilité paramétrique du paragraphe 1.2.3.

C'est une méthode itérative classique qui nécessite une approximation numérique par différence finie du gradient de $\omega(\boldsymbol{\theta})$. Partant de l'itéré courant $\boldsymbol{\theta}^{(k)}$, noté $\boldsymbol{\theta}$, on désire obtenir à l'itéré suivant $\boldsymbol{\theta}^{(k+1)} = \boldsymbol{\theta} + d\boldsymbol{\theta}$ une meilleure estimation de la solution. La difficulté est de déterminer l'incrément le plus judicieux $\mathbf{h} = d\boldsymbol{\theta}$ pour s'approcher de la solution. Pour cela, on minimise une fonction $\tilde{\omega}$ qui approche ω au voisinage de $\boldsymbol{\theta}$, définie par (approximation de Taylor d'ordre 2) :

$$\tilde{\omega} = \omega(\boldsymbol{\theta}) + \mathbf{T}\mathbf{g}\mathbf{h} + \frac{1}{2} \mathbf{T}\mathbf{h}\mathbf{H}\mathbf{h} \quad (9)$$

où \mathbf{g} est le gradient de ω :

$$g_i = \frac{\partial \omega}{\partial \theta_i} \quad i = 1, \dots, n_\theta \quad (10)$$

et \mathbf{H} le hessien de ω :

$$H_{ij} = \frac{\partial^2 \omega}{\partial \theta_i \partial \theta_j} \quad i, j = 1, \dots, n_\theta \quad (11)$$

L'approximation quadratique (9) est minimisée lorsque son gradient par rapport à \mathbf{h} est nul, ce qui donne l'expression de \mathbf{h} :

$$\mathbf{h} = -\mathbf{H}^{-1}\mathbf{g} \quad (12)$$

Cette équation est fondamentale car la matrice \mathbf{H} contient, à l'exception des incertitudes a priori sur les paramètres, toute la richesse des informations susceptibles de permettre l'identification paramétrique. On notera que l'incrément \mathbf{h} fournit non seulement une direction, mais aussi un pas le long de cette direction.

Estimer correctement \mathbf{h} à partir de l'expression (12) n'est pas très aisé. En effet, le calcul du hessien se révélant très coûteux en temps de calcul, des approximations sont nécessaires. La méthode de Gauss-Newton simplifie la résolution et accélère le processus de descente. En posant \mathbf{J} la matrice jacobienne de ω , dont les coefficients s'expriment :

$$J_{kj} = \frac{\partial r_k}{\partial \theta_j} = \frac{1}{sc_k} \frac{\partial y_k}{\partial \theta_j} \quad k = 1, \dots, N ; j = 1, \dots, n_\theta \quad (13)$$

Le gradient peut s'écrire sous la forme :

$$\mathbf{g} = \mathbf{T}\mathbf{J}\mathbf{r} \quad (14)$$

dont les composants sont :

$$g_i = \sum_{k=1}^N \frac{\partial r_k}{\partial \theta_i} r_k = \sum_{k=1}^N \frac{1}{sc_k} \frac{\partial y_k}{\partial \theta_i} r_k \quad i = 1, \dots, n_\theta \quad (15)$$

La matrice de Gauss-Newton \mathbf{G} (ou pseudo-hessienne) est une approximation de la matrice hessienne \mathbf{H} :

$$\mathbf{H} \approx \mathbf{G} = \mathbf{J}^T \mathbf{J} \quad (16)$$

Les composantes de \mathbf{H} peuvent donc être approchées par :

$$H_{ij} \approx \sum_{o=1}^{N_p} \sum_{k=1}^{N_o} \left[\frac{1}{s c_{y_k^o}^2} \frac{\partial y_k^o}{\partial \theta_i} \frac{\partial y_k^o}{\partial \theta_j} \right] \quad (17)$$

Cette approximation est valable si (Bonnans, 2006) :

- ω est faible au voisinage de la convergence, car la matrice de Gauss-Newton devient asymptotiquement proche de la hessienne,
- ω est faiblement non affine, ce qui revient à supposer que la matrice de Gauss-Newton ne dépend pas de $\boldsymbol{\theta}$ et est inversible.

Dans le cas où ces conditions ne sont pas respectées, on peut obtenir des matrices mal conditionnées, et donc mettre l'algorithme en difficulté. L'idée est de rendre adimensionnelle l'équation (12) et de perturber le modèle en ajoutant un multiple positif de l'identité « judicieusement choisi » :

$$\underline{\mathbf{h}} = -[\underline{\mathbf{H}} + \lambda \mathbf{I}]^{-1} \underline{\mathbf{g}} \quad (18)$$

$$\underline{H}_{ij} = \frac{H_{ij}}{\sqrt{H_{ii}H_{jj}}}; \quad \underline{g}_i = \frac{g_i}{\sqrt{H_{ii}}} \quad i, j = 1, \dots, n_{\theta} \text{ (pas de sommation)}$$

Puis une fois l'équation (18) résolue, de déterminer \mathbf{h} par la relation :

$$h_i = \frac{\underline{h}_i}{\sqrt{H_{ii}}} \quad (19)$$

Ce procédé stabilisateur avait déjà été imaginé par Marquardt (Marquardt, 1963) à partir d'une suggestion de Levenberg (Levenberg, 1944). Une des difficultés pour assurer une bonne robustesse à l'algorithme est le contrôle de ce paramètre λ . La stratégie utilisée consiste à diviser λ par 10 à chaque itération et à le multiplier par 10 seulement quand cela est nécessaire pour diminuer la fonction coût.

Cette stratégie n'est pas suffisante pour résoudre le problème d'optimisation. En effet, numériquement, $\boldsymbol{\theta} + \mathbf{h}$ peut sortir du domaine imposé Θ . Il faut donc trouver une méthode pour imposer des bornes sur les valeurs des paramètres. Une stratégie s'ajoute à celle de Levenberg-Marquardt dans les études de ce mémoire. Elle consiste simplement à multiplier par 10 la valeur de λ lorsque la condition $(\boldsymbol{\theta} + \mathbf{h}) \in \Theta$ n'est pas respectée. L'algorithme est le suivant :

- Choisir un point de départ $\boldsymbol{\theta}$
- Calculer $\omega = \omega(\boldsymbol{\theta})$
- Poser : $\lambda = 10^{-3}$, $\|\mathbf{d}\boldsymbol{\theta}\| = d\omega = 0$, $\sigma = 10^{-3}$ (incertitude sur les données)
- Répéter tant que : $\|\mathbf{d}\boldsymbol{\theta}\|/\|\boldsymbol{\theta}\| > 10^{-3}$ ET $|d\omega|/\omega > 10^{-3}$ OU $\omega > \sigma^2 N_p/2$
 - a- Calculer la matrice $\mathbf{J}(\boldsymbol{\theta})$ par différence finie (perturbation de l'ordre de 10^{-3})
 - b- Calculer \mathbf{h} en utilisant l'équation (19)
 - c- Calculer $\omega(\boldsymbol{\theta} + \mathbf{h})$
 - d- Si $\omega(\boldsymbol{\theta} + \mathbf{h}) > \omega(\boldsymbol{\theta})$ OU $(\boldsymbol{\theta} + \mathbf{h}) \notin \Theta$: $\lambda = 10\lambda$, aller en b
 - e- $\lambda = \lambda/10$, $\mathbf{d}\boldsymbol{\theta} = \mathbf{h}$, $d\omega = \omega(\boldsymbol{\theta} + \mathbf{h}) - \omega(\boldsymbol{\theta})$ $\boldsymbol{\theta} = \boldsymbol{\theta} + \mathbf{d}\boldsymbol{\theta}$, $\omega = \omega(\boldsymbol{\theta})$
- $\hat{\boldsymbol{\theta}} = \boldsymbol{\theta}$

Si l'existence d'une solution acceptable peut être aisément vérifiée à partir de la valeur finale de la fonction coût, l'unicité et la stabilité des valeurs estimées sont des difficultés majeures. Il est cependant possible d'estimer l'incertitude $\Delta\theta$ à l'issue du recalage.

1.2.1.3. Incertitudes paramétriques

La solution locale $\hat{\theta}$ obtenue par recalage permet de déduire la valeur de V via l'équation (8), et d'estimer les incertitudes sur les valeurs des paramètres à l'aide de l'équation :

$$\Delta\theta_i = \sqrt{V[\mathbf{H}^{-1}]_{ii}} \quad (\text{pas de sommation}) \quad (20)$$

Ces incertitudes $\Delta\theta_i$ sont proportionnelles à la valeur de \sqrt{V} , moyenne quadratique de la distance modèle-expérience obtenue par recalage, et fortement liées à la précision de l'inversion de la matrice \mathbf{H} , donc à son conditionnement. Les valeurs des incertitudes $\Delta\theta_i$ sont des indicateurs d'identifiabilité paramétrique intéressants a posteriori, c'est-à-dire après recalage avec $V = V(\hat{\theta})$. Ce calcul devrait être systématique car il peut être riche d'enseignement. Le résultat est en effet parfois décevant malgré une bonne solution de recalage. A la vue de la Figure 2 qui représente quatre courbes d'indentation obtenues pour $\text{Ti}_{(1-x)}\text{Al}_x\text{N}$, la correspondance modèle-expérience peut être considérée bonne, voir excellente pour $\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.5}\text{N}$ ($x = 0,5$) [ACL11].

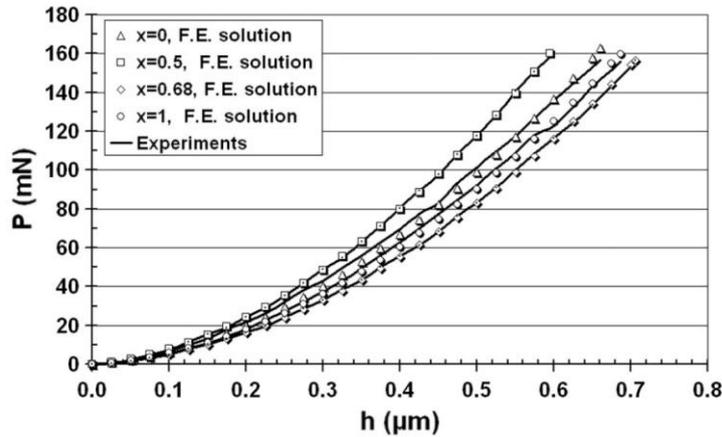


Figure 2 : Courbes d'indentation (charge) expérimentales et numériques (modèle EF 2D axi) pour différents teneurs en x d'échantillons de $\text{Ti}_{(1-x)}\text{Al}_x\text{N}$. [ACL11]

Malgré cela, les incertitudes sur les valeurs des deux paramètres σ_Y (limite élastique) et H_p (pente d'érouissage) de la loi de comportement élastoplastique s'avèrent élevées : $\Delta\sigma_Y/\sigma_Y = 30\%$ et $\Delta H_p/H_p = 25\%$. Pour un revêtement en nitrure de titane TiN ($x = 0$), les incertitudes sur les deux paramètres sont très importantes : respectivement 71% et 150%. Cette grande incertitude malgré l'existence d'une quasi-solution est ici la conséquence d'un manque de stabilité locale de la solution. Ce manque de stabilité peut être mis en évidence par une étude de la convexité de la fonction coût. La Figure 3 illustre graphiquement la boîte d'incertitude paramétrique (en vert) et la région des possibles (en rouge) dans ce cas à deux paramètres ($\theta_1 = \sigma_Y, \theta_2 = H_p$). Cette région est délimitée par une ellipse d'équation :

$$\lambda_1 x_1^2 + \lambda_2 x_2^2 = V, \quad (21)$$

dont les longueurs du demi grand axe a et du demi petit axe b dépendent des valeurs propres λ_1 et λ_2 de la matrice \mathbf{H} ($\lambda_2 \geq \lambda_1$) :

$$\begin{cases} a = \sqrt{\frac{V}{\lambda_1}} \\ b = \sqrt{\frac{V}{\lambda_2}} \end{cases} \quad (22)$$

Une grande différence entre les valeurs de a et b est le signe d'une « vallée de solutions », donc d'une grande incertitude.

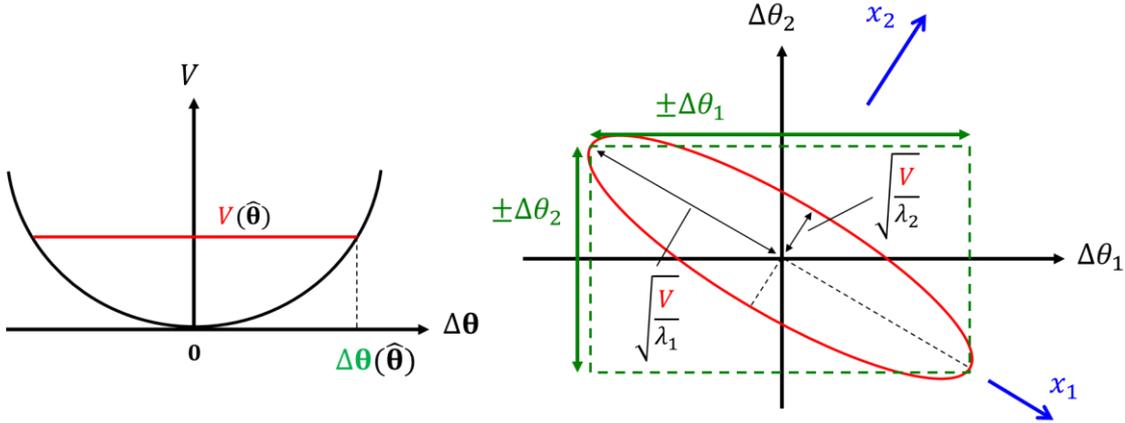


Figure 3 : (a) Evolution de la fonction V en fonction de $\Delta\theta$, (b) Projection de V dans le plan (x_1, x_2) .

Dans cet exemple du $\text{Ti}_{(1-x)}\text{Al}_x\text{N}$, l'estimation des incertitudes a été faite a posteriori en utilisant l'équation (20) en $\hat{\theta}$. Cependant, le calcul de \mathbf{H}^{-1} ne nécessitant pas l'utilisation des réponses expérimentales contenues dans \mathbf{y}_e , il est possible d'estimer a priori l'incertitude minimale susceptible d'être obtenue quelque que soit θ , en postulant une distance modèle-expérience \sqrt{V} au moins égale à une incertitude de mesure raisonnable σ , typiquement de l'ordre de $\sqrt{V} = \sigma = 10^{-2} - 10^{-3}$. Il est également possible d'étudier a priori la sensibilité de $\hat{\theta}$ aux données \mathbf{y}_e , mais il s'avère plus intéressant d'aborder l'étude du point de vue mathématique par une analyse de l'inversibilité de \mathbf{H} .

1.2.2. Du recalage à l'identifiabilité a priori

L'analyse d'identifiabilité paramétrique met en relief les traits dominants du problème d'identification paramétrique (existence, unicité, stabilité) à travers des mesures de la richesse de l'information contenue dans les observations.

L'existence d'une solution est classiquement jugée sur la qualité du recalage, quantifiée par la valeur minimale de la fonction coût représentant une distance entre l'observation simulée et expérimentale. C'est l'indice de base lorsqu'on exploite des données expérimentales pour identifier un comportement car s'il n'est pas satisfaisant, il faut émettre d'autres hypothèses concernant ce comportement. Si l'existence ne peut être établie qu'a posteriori, c'est-à-dire après recalage sur des données expérimentales réelles, il n'en est pas de même de l'unicité et de la stabilité pour lesquelles une analyse peut être effectuée a priori, pour un comportement supposé, à partir de données « expérimentales » virtuelles (c.à.d. issues de la simulation).

1.2.2.1. Unicité et stabilité

Idéalement, l'unicité ne peut être prouvée que par une exploration globale de l'espace Θ des possibilités des paramètres θ . À défaut de pouvoir la prouver mathématiquement, elle est souvent admise en testant quelques points de départ d'un algorithme local de recalage afin de vérifier que celui-ci converge systématiquement vers la même quasi-solution. La Figure 4 illustre cette méthode (Pottier, 2010). La fonction coût dépend des 2 paramètres plastiques (K, n) d'une loi d'érouissage de type puissance. 9 points de départ d'un algorithme local de recalage sont testés et une seule quasi-solution est obtenue (au centre de l'image).

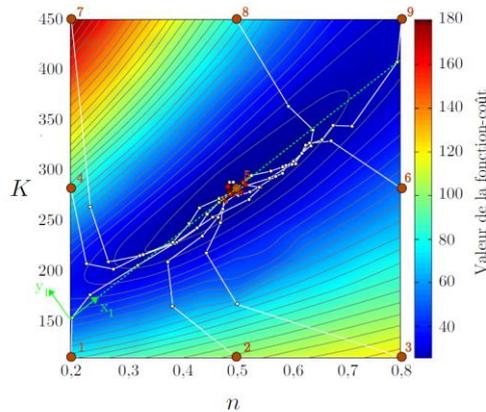


Figure 4 : Vérification de l'unicité de la solution obtenue par minimisation de la fonction coût à deux paramètres plastiques (K, n). Les données expérimentales (force et de champ de déplacement) sont issues d'un essai de traction sur une éprouvette entaillée. 9 points de départ sont testés (Pottier, 2010).

La stabilité de la solution du problème inverse est plus délicate à établir. Cela consiste généralement à vérifier que l'on retrouve la quasi-solution en perturbant les données. La Figure 5 illustre les iso-valeurs d'une fonction coût à deux paramètres élasto-viscoplastique (sans seuil et sans érouissage) construite à partir d'une courbe d'indentation exacte (simulée) et perturbée par un bruit aléatoire de 10% (Constantinescu and Tardieu, 2001). Dans les deux cas (avec et sans perturbation), même si l'algorithme suit des chemins différents, il converge vers une même quasi-solution (module d'Young, coefficient de viscosité), ce qui est une indication de stabilité locale de la solution.

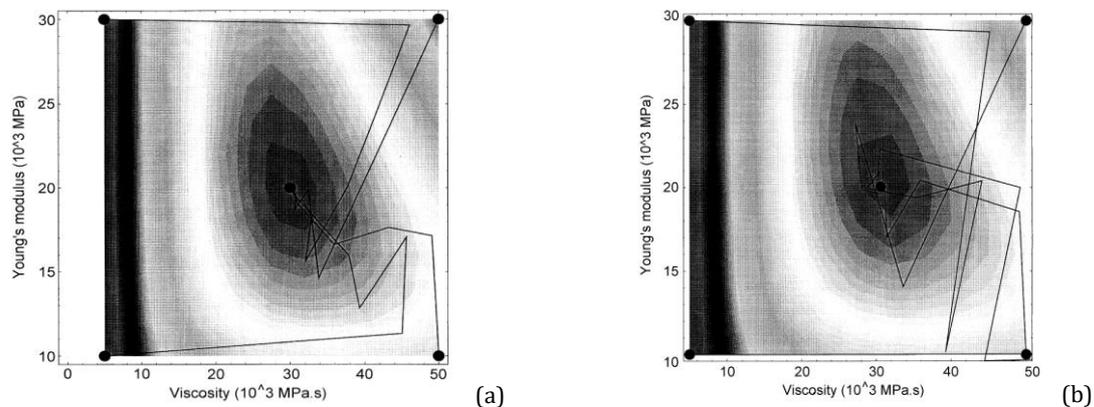


Figure 5 : Vérification de la stabilité de la solution obtenue par minimisation de la fonction coût (4 points de départ). Les 2 paramètres sont ceux d'une loi élasto-viscoplastique ($\nu = 0,3$) et la fonction coût est construite à partir des données d'une courbe d'indentation conique numérique.

(a) Données exactes (b) Données perturbées. (Constantinescu and Tardieu, 2001)

Le problème est rarement aussi bien posé que dans cet exemple au comportement élasto-viscoplastique très simple (sans seuil et sans écrouissage). En présence d'écrouissage, le problème s'avère en effet très différent. La Figure 6 illustre le manque de convexité de la fonction coût obtenue en indentation continue en considérant un comportement élastoplastique avec écrouissage (Bolzon et al., 2011).

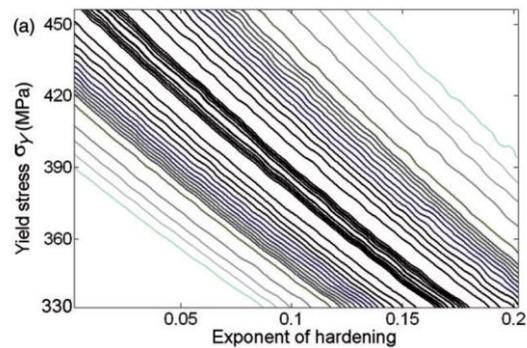


Figure 6 : Illustration du manque de convexité de la fonction coût construite à partir des données virtuelles d'une courbe d'indentation (sphéroconique) numérique non bruitée. Les 2 paramètres plastiques (σ_Y , exponent of hardening n) sont ceux d'une loi d'écrouissage de type puissance. (Bolzon et al., 2011)

La présence d'une « vallée de solutions » augure une extrême sensibilité aux observations, donc une instabilité de la solution du problème inverse. Cette conclusion est évidente à la vue de la Figure 6, mais il a fallu plusieurs centaines de simulations de l'essai pour tracer ces iso-valeurs, et plusieurs milliers pour quantifier précisément l'effet d'une perturbation des données sur les valeurs estimées des 3 paramètres élastoplastiques (E, σ_Y, n) de la loi de comportement. La Figure 7 illustre la grande incertitude effectivement obtenue, particulièrement pour le coefficient d'écrouissage n lors de multiples recalages du modèle de la courbe sur les données virtuelles bruitées (bruit aléatoire de $\pm 1,5\%$ de la force maximale).

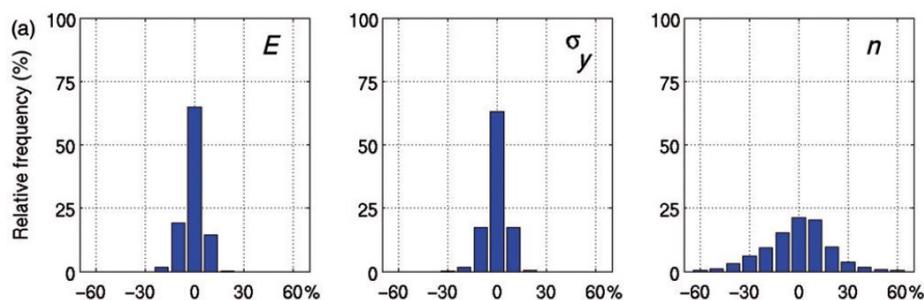


Figure 7 : Illustration de l'erreur relative sur les paramètres estimés par recalage d'une courbe d'indentation lorsque les données sont bruitées ($\pm 1,5\%$ de la force maximale). Les 3 paramètres élastoplastiques (E, σ_Y, n) sont ceux d'une loi d'écrouissage de type puissance. (Bolzon et al., 2011)

De nombreux autres exemples où le manque de convexité est important (Figure 4), voire extrême (Figure 6), sont disponibles dans la littérature. En indentation continue, il est souvent question de non-unicité de la solution, mais ce n'est généralement qu'une conséquence d'une extrême sensibilité aux données. L'instabilité de la solution est provoquée par la pauvreté du contenu informatif des données, illustrée par la vallée de solutions dans l'exemple de la Figure 6. A cet égard, la fonction de la Figure 5, construite pour le cas simple élasto-viscoplastique sans seuil et sans écrouissage fait d'ailleurs figure de cas particulier.

La méthode consistant à utiliser l'algorithme de recalage pour de multiples perturbations des données devient vite inutilisable à cause du temps de calcul. Pour cette raison, elle n'a pas été utilisée dans les études de ce mémoire.

Puisque l'incertitude sur les valeurs estimées peut être reliée à la convexité de la fonction coût par l'équation (20), une possibilité est d'élaborer un indice d'identifiabilité à partir d'une mesure de cette convexité. Celle-ci peut être approchée par différence finie, donc en effectuant seulement $(n_\theta + 1)$ simulations, où n_θ est le nombre de paramètres à estimer. Peu utilisés en mécanique des matériaux, les indices quantifiant cette convexité de la fonction coût sont pourtant riches de sens et permettent une intéressante relecture des difficultés rencontrées dans l'analyse des essais mécaniques, particulièrement dans le domaine de l'indentation élastoplastique (voir chapitre 2). Le paragraphe suivant en présente quelques-uns, élaborés ces dernières années et que j'ai utilisés dans mes travaux.

1.2.2.2. Convexité et Conditionnement

Convexité de la fonction coût et identifiabilité paramétrique peuvent être reliées. Afin que l'analyse soit quantitative, il faut arriver à mesurer la convexité de la fonction coût élaborée à partir des observations (identifiabilité a posteriori) ou qui serait élaborée (identifiabilité a priori). La base du recalage par les méthodes de type quasi-Newton consiste à inverser localement une matrice \mathbf{G} , définie à partir de la matrice jacobienne \mathbf{J} de la fonction coût (16). Cette matrice pseudo-hessienne condense la richesse du vecteur-observation $\bar{\mathbf{y}}$. L'introduction d'un facteur d'échelle sc_{θ_j} sur le paramètre θ_j permet de rendre adimensionnel le problème et d'introduire une incertitude a priori sur le paramètre :

$$\bar{\theta}_j = \frac{\theta_j}{sc_{\theta_j}} \quad (23)$$

Dans le vocabulaire de l'analyse d'identifiabilité, on parle de matrice de sensibilité $\bar{\mathbf{S}}$ (resp. \mathbf{S}) dont le coefficient \bar{S}_{kj} (resp. S_{kj}) représente la sensibilité de l'observation \bar{y}_k au paramètre $\bar{\theta}_j$ (resp. θ_j) :

$$\bar{S}_{kj} = \frac{\partial \bar{y}_k}{\partial \bar{\theta}_j} = sc_{\theta_j} S_{kj} \quad (24)$$

Cette matrice de dimensions $N \times n_\theta$ est constituée de n_θ vecteurs-sensibilité $\bar{\mathbf{S}}_j$ (resp. \mathbf{S}_j) :

$$\bar{\mathbf{S}} = [\bar{\mathbf{S}}_1 \ \bar{\mathbf{S}}_2 \ \dots \ \bar{\mathbf{S}}_j \ \dots \ \bar{\mathbf{S}}_{n_\theta}] \quad (25)$$

Chaque vecteur $\bar{\mathbf{S}}_j$ (resp. \mathbf{S}_j) est la concaténation de N_v vecteurs-observation $\bar{\mathbf{S}}_j^o$ (resp. \mathbf{S}_j^o) des variables observées $\bar{\mathbf{y}}^o$ défini par :

$$\bar{\mathbf{S}}_j^o = {}^T(\bar{S}_{1j}^o \ \bar{S}_{2j}^o \ \dots \ \bar{S}_{ij}^o \ \dots \ \bar{S}_{N_o j}^o) \quad (26)$$

Chaque composante de ce vecteur $\bar{\mathbf{S}}_j^o$ (resp. \mathbf{S}_j^o) représente la sensibilité de l'observation \bar{y}_i^o au paramètre $\bar{\theta}_j$ (resp. θ_j) :

$$\bar{S}_{ij}^o = \frac{\partial \bar{y}_i^o}{\partial \bar{\theta}_j} = \frac{sc_{\theta_j}}{sc_{y_i^o}} \frac{\partial y_i^o}{\partial \theta_j} = sc_{\theta_j} S_{ij}^o \quad (27)$$

Ces notations permettent une certaine cohérence avec les travaux d'autres disciplines concernant notamment l'identifiabilité des systèmes biologiques (Brun et al., 2001; Reichert and Vanrolleghem, 2001) et la définition habituelle de la matrice jacobienne \mathbf{J} de la fonction coût ω

définie pour le recalage dans les problèmes de mécanique des matériaux de l'équation (13). On retrouve en effet :

$$\mathbf{S} = \mathbf{J} \quad (28)$$

Toute l'information disponible pour l'identification des paramètres peut être condensée dans une seule matrice $\bar{\mathbf{H}}$:

$$\bar{\mathbf{H}} = {}^T \bar{\mathbf{S}} \bar{\mathbf{S}} \quad (29)$$

dont les coefficients sont donnés par la relation :

$$\bar{H}_{ij} = \sum_{o=1}^{N_v} \sum_{k=1}^{N_o} \bar{S}_{ki}^o \bar{S}_{kj}^o = \sum_{o=1}^{N_v} \sum_{k=1}^{N_o} \frac{sc_{\theta_i} sc_{\theta_j}}{sc_{y_k}^2} S_{ki}^o S_{kj}^o = sc_{\theta_i} sc_{\theta_j} H_{ij} \quad (30)$$

Relation qui peut également s'écrire :

$$\bar{H}_{ij} = {}^T \bar{\mathbf{S}}_i \bar{\mathbf{S}}_j = \|\bar{\mathbf{S}}_i\| \|\bar{\mathbf{S}}_j\| \cos(\bar{\mathbf{S}}_i, \bar{\mathbf{S}}_j) \quad i, j = 1, \dots, n_\theta \quad (31)$$

Cette matrice $\bar{\mathbf{H}}$ contient non seulement toute la richesse des observations $\bar{\mathbf{y}}$, mais également les incertitudes a priori sur les paramètres. C'est donc sur la facilité d'inversion de cette matrice qu'il faut se baser pour quantifier l'identifiabilité. Dans les études du mémoire, sc_{θ_j} a toujours été fixé à la valeur du paramètre lui-même ($= \theta_j$). Cela revient en pratique à considérer que tous les paramètres sont recherchés avec une même précision relative. On retrouve dans ce cas l'équation (20) que l'on peut écrire sous une forme adimensionnelle :

$$\Delta \bar{\theta}_i = \frac{\Delta \theta_i}{\theta_i} = \sqrt{V[\bar{\mathbf{H}}^{-1}]_{ii}} \quad (32)$$

La sensibilité aux observations de la solution du problème inverse est ainsi liée à la précision de l'opération $\bar{\mathbf{H}}^{-1}$, donc au conditionnement de la matrice $\bar{\mathbf{H}}$. Un nombre de conditionnement de $\bar{\mathbf{H}}$ peut donc servir de base à la définition d'un indice d'identifiabilité.

1.2.3. Quelques indices d'identifiabilité a priori

Un indice d'identifiabilité donne une mesure objective de tout ou partie de la richesse de l'information contenue dans la matrice $\bar{\mathbf{H}} = {}^T \bar{\mathbf{S}} \bar{\mathbf{S}}$. De cette richesse dépend la précision que l'on peut attendre de l'inversion $\bar{\mathbf{H}}^{-1}$. C'est donc cette richesse qu'il faut tenter de quantifier par des indices facilement utilisables et intégrant le maximum d'informations.

1.2.3.1. Sensibilités du modèle de simulation

Les indices incontournables sont bien sûr ceux qui quantifient les sensibilités du modèle de simulation aux paramètres $\bar{\theta}_i$ ($i = 1, \dots, n_\theta$), c.à.d. les n_θ vecteurs $\bar{\mathbf{S}}_i$ des observations. Il y a de multiples possibilités ; un classique est de définir une sensibilité scalaire à chaque paramètre $\bar{\theta}_i$ à partir de la norme 2 :

$$\delta_i^2 \propto \frac{1}{N_v} \|\bar{\mathbf{S}}_i\|^2 = \frac{1}{N_v N_o} \sum_{o=1}^{N_v} \sum_{k=1}^{N_o} \left(\frac{\theta_i}{\Delta y_k^o} \frac{\partial y_k^o}{\partial \theta_i} \right)^2 \quad (33)$$

Ce type d'indice peut bien sûr être défini séparément pour chacune des N_v variables observées. Qu'ils soient basés sur la norme 2 ou une autre, ils n'exploitent pas toute l'information de la matrice $\bar{\mathbf{H}}$. Ils servent à faire un classement d'influence (ranking) des paramètres sur les

observations, et surtout à vérifier que tous sensibilisent les observations et qu'ils le font dans le même ordre de grandeur. La Figure 8b illustre les normes $\|\bar{\mathbf{S}}_i\|$ des vecteurs des sensibilités de la force d'indentation lors d'une charge-décharge à $|\dot{h}|$ constant (pointe conique). Le comportement du matériau est considéré viscoélastique à 4 paramètres (E, c_1, ν, η) . Il est clair que la sensibilité au coefficient de Poisson ν est faible et sera une source de difficulté si ce coefficient est une inconnue du problème inverse.

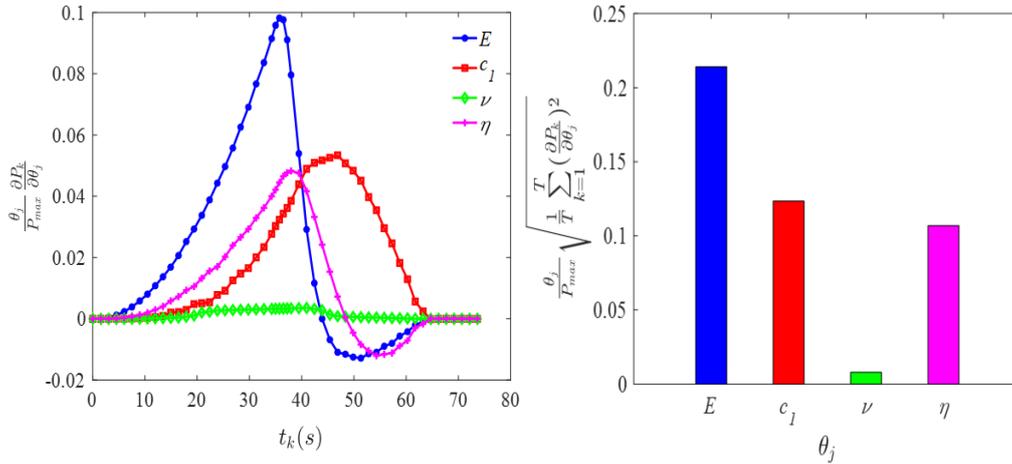


Figure 8 : (a) Vecteurs des sensibilités de la force d'indentation $P(t)$ aux 4 paramètres viscoélastiques (E, c_1, ν, η) lors d'une charge-décharge à $|\dot{h}|$ constant (pointe conique), (b) Normes 2 des vecteurs. [ACTN23]

Cependant, même si tous les paramètres d'intérêts sensibilisent les observations et le font dans le même ordre de grandeur, cela n'est pas suffisant pour assurer un bon conditionnement de $\bar{\mathbf{H}}$. En effet, une simple colinéarité de deux vecteurs $\bar{\mathbf{S}}_i$ peut générer un mauvais conditionnement. La Figure 8 illustre également ce problème. En se focalisant uniquement sur les paramètre E (module d'Young) et η (coefficient de viscosité), on s'aperçoit que les normes 2 des vecteurs sensibilités sont du même de grandeur (Figure 8b). Cependant, l'analyse de ces 2 vecteurs montre de façon évidente une colinéarité importante pendant la charge (Figure 8a), ce qui laisse présager une grande difficulté d'identification de ces 2 paramètres à partir des données de charge. Cette colinéarité n'est pas observée pendant la décharge et indique que l'information utile pour l'identification de ces paramètres est dans la décharge.

Une éventuelle combinaison linéaire de vecteurs (multicolinéarité) est plus difficile à détecter graphiquement, mais c'est une information que contient la matrice $\bar{\mathbf{H}}$ et qu'il est possible de quantifier efficacement.

1.2.3.2. Multicolinéarités

La précision que l'on peut attendre lors de l'opération $\bar{\mathbf{H}}^{-1}$ peut-être quantifiée par un nombre de conditionnement de la matrice $\bar{\mathbf{H}}$. Un nombre de conditionnement est donc un indice d'identifiabilité paramétrique. On peut tenter d'établir des seuils raisonnables sur cet indice afin de définir le caractère stable ou instable de la solution du problème inverse. L'étude de l'évolution de ce type d'indice en fonction des observations prises en compte pour l'inversion permet une analyse approfondie des phénomènes activés et des découplages possibles, ce qui en fait un guide très précieux, non seulement pour la compréhension des phénomènes, mais également pour la conception de l'expérience elle-même. On en retrouve notamment l'utilisation en économétrie ou

dans le domaine des biosciences. Par exemple, l'indice de Brun (Brun et al., 2001) est calculé à partir d'une matrice $\underline{\mathbf{H}}$ dont les coefficients sont définis par :

$$\underline{H}_{ij} = \frac{\bar{\mathbf{S}}_i^T \bar{\mathbf{S}}_j}{\|\bar{\mathbf{S}}_i\| \|\bar{\mathbf{S}}_j\|} \quad i, j = 1, \dots, n_\theta \quad (34)$$

Cet indice est fonction de la plus petite des valeurs propres λ_{min} de $\underline{\mathbf{H}}$:

$$J_B = \frac{1}{\sqrt{\lambda_{min}}} \quad (35)$$

Avec beaucoup de prudence, certains auteurs ont proposé des valeurs de non-identifiabilité :

$$J_B > 10 - 15 \quad (36)$$

Le parallèle avec l'algorithme de recalage LM (Levenberg, 1944; Marquardt, 1963) est intéressant (cf. 1.2.1.2). L'adimensionnalisation purement numérique utilisée dans ce dernier nécessite en effet l'inversion de cette même matrice $\underline{\mathbf{H}}$ dont les coefficients peuvent s'exprimer également en fonction des sensibilités :

$$\underline{H}_{ij} = \frac{H_{ij}}{\sqrt{H_{ii}H_{jj}}} = \frac{\bar{H}_{ij}}{\|\bar{\mathbf{S}}_i\| \|\bar{\mathbf{S}}_j\|} = \cos(\bar{\mathbf{S}}_i, \bar{\mathbf{S}}_j) \quad i, j = 1, \dots, n_\theta \quad (37)$$

L'indice de Brun correspond donc à une mesure du conditionnement de la matrice à inverser dans l'algorithme de LM. Cette adimensionnalisation est très efficace pour la recherche numérique du minimum car en générant des termes diagonaux égaux à l'unité dans la matrice $\underline{\mathbf{H}}$, elle facilite la régularisation du problème de minimisation par l'addition d'une matrice identité pondérée par le terme λ dans l'algorithme de LM. Cette adimensionnalisation est toutefois trompeuse pour quantifier un conditionnement prenant en compte des grandeurs physiques, car les informations sur les normes des vecteurs sensibilités $\bar{\mathbf{S}}_j$ sont perdues : contrairement à $\bar{\mathbf{H}}$, $\underline{\mathbf{H}}$ dépend uniquement de l'angle entre ces vecteurs. L'indice de Brun est donc un indice de multicollinéarité intéressant, mais qui nécessite préalablement de vérifier que les vecteurs des sensibilité $\bar{\mathbf{S}}_i$ ont des normes de même ordre de grandeur, sous peine d'obtenir une grande incertitude sur les paramètres solutions malgré un indice apparemment satisfaisant.

J'ai utilisé cet indice pour la première fois pour quantifier l'identifiabilité des 7 paramètres inélastiques d'une loi couplant viscoélasticité et viscoplasticité à partir d'essais d'écroutissage cyclique (RPL) et de fluage en traction simple (creep) sur un composite verre-époxyde [ACL13].

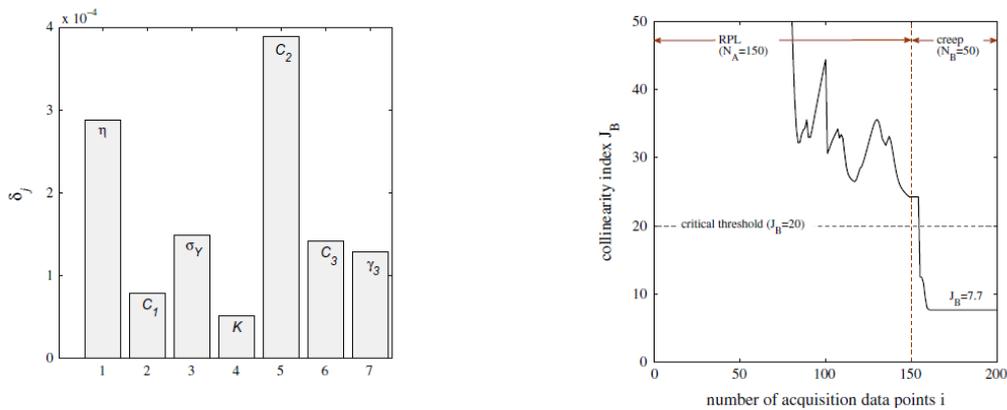


Figure 9 : Sensibilité (δ_j) des observations aux 7 paramètres et évolution de l'indice de multicollinéarité (J_B) en fonction des données prises en compte : RPL (chargement répété progressif) et creep (fluage). [ACL13]

La Figure 9 illustre l'évolution de la richesse des données de deux essais (RPL et creep) en fonction du nombre de points expérimentaux pris en compte dans l'analyse inverse. La décroissance de l'indice de multicollinéarité J_B montre l'intérêt des cycles de chargement (RPL) et du fluage (creep). Les données du seul essai RPL s'avèrent insuffisantes pour identifier tous les paramètres inélastiques ($J_B > 20$). En ajoutant les données de fluage, le conditionnement est nettement amélioré ($J_B < 10$).

1.2.3.3. Indice I

Les indices présentés jusqu'à présent (δ_i et J_B) n'exploitent pas toute l'information de la matrice $\bar{\mathbf{H}}$ de l'équation (29). Une possibilité pour en intégrer d'avantage est d'utiliser une fonction du rapport des valeurs propres maximale λ_{max} et minimale λ_{min} de $\bar{\mathbf{H}}$, par exemple :

$$I = \log_{10} \frac{\lambda_{max}}{\lambda_{min}} \quad (38)$$

Cet indice intègre des informations sur les normes et les multicollinéarités des vecteurs de sensibilités. Plus l'indice I est faible, meilleur est le conditionnement. On peut déduire de la littérature un ordre de grandeur de bornes (Gujarati, 1988) :

$$\begin{aligned} I < 2 & \quad \text{bon conditionnement} \\ I > 3 & \quad \text{mauvais conditionnement} \rightarrow \text{paramètres non identifiables} \end{aligned} \quad (39)$$

Ces valeurs de bornes peuvent être reliées à la forme de la région de possibilité des paramètres si un recalage était effectué à partir des observations contenues dans la matrice $\bar{\mathbf{H}}$. Ainsi en reprenant l'exemple à deux paramètres de la Figure 3, la projection de V dans le plan $(\Delta\bar{\theta}_1, \Delta\bar{\theta}_2)$ est une ellipse (Figure 10). Le cas $I = 0$ correspond au meilleur conditionnement possible ; l'ellipse est alors un cercle. Plus la valeur de I est importante, plus l'ellipticité (aplatissement) est importante, signe de l'existence d'une « vallée de solutions ». L'étroitesse de cette vallée peut devenir problématique au-delà de $I = 2$, car elle peut générer de grandes incertitudes paramétriques, même pour une solution du recalage jugée très bonne.

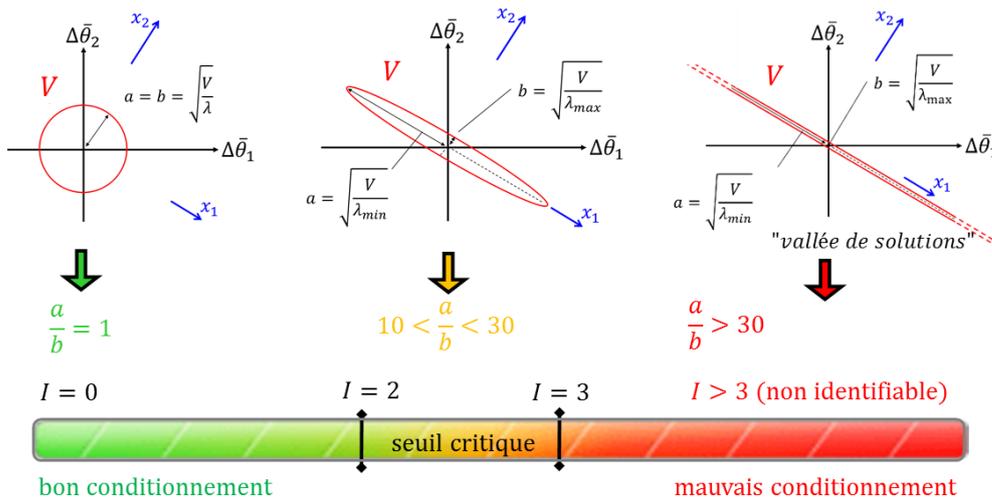


Figure 10 : Formes de la projection de la fonction V dans le plan $(\Delta\bar{\theta}_1, \Delta\bar{\theta}_2)$ pour différentes valeurs d'indice d'identifiabilité I .

Ces valeurs 2 et 3 correspondent à des rapports entre les incertitudes relatives sur les paramètres estimés pouvant atteindre respectivement 10 et 30.

A titre d'exemple de confrontation avec des travaux de la littérature utilisant des analyses habituelles de stabilité de la solution d'un recalage de modèle EF, cet indice a été calculé sur les résultats des travaux de Bolzon et al. (Bolzon et al., 2011). Dans cette étude, les auteurs proposent d'identifier les deux paramètres plastiques (n, σ_y) d'une loi de type puissance par recalage du modèle EF 2D-axisymétrique de l'essai d'indentation sphéroconique. Trois approches utilisant des observations différentes sont comparées : (1) profil de l'empreinte, (2) courbe d'indentation ET profil de l'empreinte, (3) courbe d'indentation.

En analysant l'effet de perturbations de ces observations sur les valeurs estimées des deux paramètres (n, σ_y), les auteurs concluent que l'identification est possible si seul le profil de l'empreinte est considéré, et impossible avec uniquement la courbe d'indentation. Le fait de prendre en compte la courbe d'indentation, en plus du profil, a tendance à rendre le problème mal posé. Les figures d'iso-valeurs des fonctions coût associées étant disponibles dans l'article (Figure 11), elles permettent, après un simple changement de variables, d'estimer les valeurs de l'indice I de l'équation (38) pour les trois cas. Les valeurs obtenues et les bornes proposées sont en très bon accord avec les conclusions des auteurs de l'article. Cet exemple illustre également le phénomène de dilution de l'information : ce n'est pas en rajoutant de l'information que le problème est forcément mieux posé.

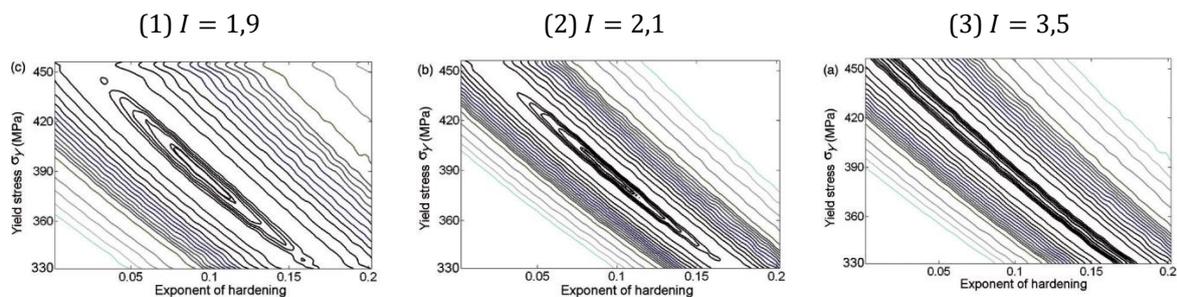


Figure 11 : Estimation graphique des indices d'identifiabilité à partir des courbes de niveau des fonctions coût des travaux de (Bolzon et al., 2011) dans l'espace des deux paramètres plastiques (n et σ_y) : (1) profil d'empreinte, (2) profil d'empreinte ET courbe d'indentation, (3) courbe d'indentation.

Pour arriver à ces conclusions, les auteurs de l'article ont réalisé plusieurs milliers de simulations de l'essai d'indentation alors que trois simulations suffisent pour calculer les indices I . Il y a donc environ trois ordres de grandeur de différence en termes de temps de calcul pour arriver aux mêmes conclusions. Cette quantification scalaire rapide fait de l'indice I un outil très intéressant pour une recherche automatique des observations \mathbf{y} à effectuer parmi toutes celles techniquement réalisables. Il est ici question de la conception automatique de l'expérience en intégrant l'indice I dans une boucle de minimisation afin de concevoir un modèle \mathcal{M} inversible et obtenir ainsi une solution $\mathcal{M}^{-1}(\mathbf{y})$ unique et stable : sollicitations et réponses, types d'essais, J'ai élaboré cet indice I , initialement pour l'indentation sphérique viscoélastique [ACL09]. Les résultats obtenus grâce à son utilisation sont donc majoritairement orientés vers l'indentation [ACL09,11,12] et présentés au chapitre dédié à l'exploitation des données de cet essai (chapitre 2). Cet indice I commence cependant à donner des résultats significatifs dans l'exploitation du procédé de microformage incrémental monopoint de tôle mince pour l'identification de l'endommagement ductile en très grandes déformations [ACL13].

1.3. Résultats significatifs

Sont présentés dans ce chapitre quatre résultats significatifs qui ne concernent pas l'indentation. Les deux premiers concernent l'identification de comportement par analyse d'essais « homogènes », le troisième concerne l'intérêt d'utiliser le procédé de microformage incrémental monopoint (SPIF) comme un essai de caractérisation à part entière. Le dernier résultat est le logiciel (MIC2M) que j'ai créé et développé pour mettre en œuvre les méthodes d'analyse élaborées et qui s'est finalement imposé au fil des ans comme un résultat important.

1.3.1. Élasto-viscoplasticité orthotrope du Zircaloy-4

[ACTI05] F. Richard, P. Delobelle, S. Leclercq, P. Bouffieux, G. Rousselier, "Modeling of the cold worked stress relieved Zr-4 cladding tubes mechanical behavior under PWR operating conditions", in SMIRT 17, Div. C, Prague, Czech Republic, 2003. (Richard et al., 2003)

Ce premier résultat concerne mon post-doctorat (début 2000) sur l'élasto-viscoplasticité orthotrope du Zircaloy-4. Cette étude est marquante pour trois raisons : le nombre très important de paramètres à identifier simultanément, l'abondance d'essais constituant le vecteur-observation et le fait qu'elle ait donné naissance au logiciel MIC2M.



Modeling of the Cold Work Stress Relieved Zircaloy-4 Cladding Tubes Mechanical Behavior under PWR Operating Conditions

Fabrice Richard¹⁾, Patrick Delobelle¹⁾, Sylvain Leclercq²⁾, Pol Bouffieux²⁾, Gilles Rousselier²⁾

1) Laboratoire de Mécanique Appliquée, Besançon, France
2) EDF R&D, Département MMC, Les Renardières, Ecuelles, France

ABSTRACT

This paper proposes a damaged viscoplastic model to simulate, for different isotherms (320, 350, 380, 400 and 420°C), the out-of-flux anisotropic mechanical behavior of cold work stress relieved Zircaloy-4 cladding tubes over the fluence range $0-85.10^{24} \text{ nm}^{-2}$ ($E>1\text{MeV}$). The model, identified from uni and biaxial tests conducted at 350 and 400°C, is validated from tests performed at 320, 380 and 420°C. This model is able to simulate strain hardening under internal pressure followed by a stress relaxation period (thermal creep), which is representative of a pellet cladding mechanical interaction occurring during a power transient (class 2 incidental condition). Both the integration of a scalar state variable, characterizing the damage caused by a bombardment with neutrons, and the modification of the static recovery law allowed us to simulate the fast neutron flux effect (irradiation creep).

KEY WORDS: constitutive equations, Zircaloy-4, cladding tubes, viscoplasticity, creep, hardening, relaxation, irradiation, temperature effect, anisotropy, PCMI.

Figure 12 : Extrait de (Richard et al., 2003). [ACTI05]

Les crayons combustibles des Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) contiennent les pastilles fissiles d' UO_2 , siège de la fission nucléaire (Figure 13). Dans les années 1990, le gainage des crayons combustibles en Zircaloy-4 détendu (traitement thermique de 2 heures à 460°C) représentait environ 80% des tubes du parc des réacteurs de grande puissance (900 MW). Ce matériau a été choisi en raison de sa faible réactivité au flux neutronique, de ses propriétés mécaniques et de sa résistance à la corrosion.

Afin de prévoir les états de contrainte dans les gaines des crayons en situation d'Interaction Pastille-Gaine (IPG) et de mieux évaluer le risque de rupture, l'élaboration d'une loi de comportement élasto-viscoplastique anisotrope du Zircaloy-4 avait à cette époque été confiée au LMARC⁹.

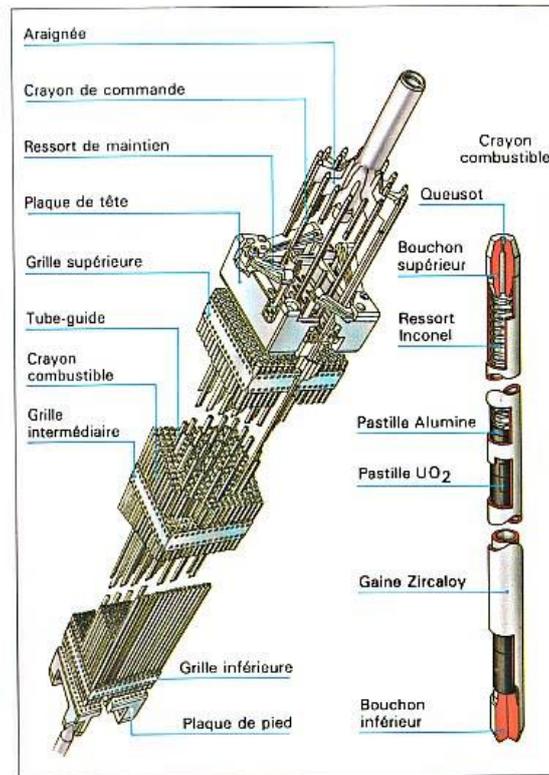


Figure 13 : Assemblage combustible (source CEA-EDF)

Un modèle phénoménologique à variables internes, développé initialement par P. Delobelle pour simuler le comportement des aciers (Delobelle, 1993), a été adapté au Zircaloy-4. Il permet de prendre en compte l'anisotropie de comportement, et a été présenté dans un premier travail de thèse en 1995 (Robinet, 1995) : le modèle DR. La structure cristalline hexagonale compacte du Zircaloy-4 et la nature essentiellement radiale de la texture des tubes après leur mise en forme ont permis d'adopter l'hypothèse d'un comportement viscoplastique orthotrope en confondant les axes principaux d'orthotropie du matériau avec les axes du tube de la gaine (r, θ, z) . Dans le modèle DR (Delobelle et al., 1996), l'anisotropie du comportement viscoplastique est pilotée par 4 tenseurs orthotropes :

- **M** : surfaces équipotentielles et direction de l'écoulement
- **N** : durcissement (partie linéaire de l'écroissage cinématique)
- **Q** : restauration dynamique (partie non linéaire de l'écroissage dépendant de la vitesse)
- **R** : restauration statique (partie non linéaire de l'écroissage dépendant du temps)

⁹ Laboratoire de Mécanique Appliquée Raymond Chaléat (Besançon)

Ces tenseurs d'ordre 4 prennent en compte le fait que les systèmes de glissement cristallins qui génèrent le durcissement et la restauration ne sont pas nécessairement les mêmes. La Figure 14 résume les équations constitutives du modèle. L'écroûissage y est purement cinématique avec 3 composantes tensorielles « imbriquées » : \mathbf{X}' , $\mathbf{X}'^{(1)}$ et $\mathbf{X}'^{(2)}$. C'est un modèle à 2 paramètres élastiques (isotrope) et 17 paramètres viscoplastiques identifiés à 350°C à partir des résultats d'essais uni- et biaxiaux d'écroûissage, de fluage et de relaxation sur des tubes non irradiés (Robinet, 1995).

Constitutive equations (with classical notations)

$$[\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}] = [\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^e] + [\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{vp}]$$

$$[\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^e] = \frac{1+\nu}{E} [\dot{\boldsymbol{\sigma}}] - \frac{\nu}{E} [\boldsymbol{\Delta}]^T [\dot{\boldsymbol{\sigma}}] [\boldsymbol{\Delta}]$$

$$[\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{vp}] = \frac{3}{2} \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{vp} [\mathbf{M}] \frac{[\boldsymbol{\sigma}' - \mathbf{X}']}{\overline{\boldsymbol{\sigma}} - \overline{X}}$$

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{vp} = \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_0 \left\{ \sinh \left(\frac{\overline{\boldsymbol{\sigma}} - \overline{X}}{N} \right) \right\}^n$$

$$\overline{\boldsymbol{\sigma}} - \overline{X} = \left\{ \frac{3}{2} [\boldsymbol{\sigma}' - \mathbf{X}']^T [\mathbf{M}] [\boldsymbol{\sigma}' - \mathbf{X}'] \right\}^{1/2}$$

$$[\boldsymbol{\sigma}'] = [\boldsymbol{\sigma}] - \frac{1}{3} [\boldsymbol{\Delta}]^T [\boldsymbol{\sigma}] [\boldsymbol{\Delta}], \quad [\mathbf{X}'] = [\mathbf{X}] - \frac{1}{3} [\boldsymbol{\Delta}]^T [\mathbf{X}] [\boldsymbol{\Delta}] \quad \text{with } [\boldsymbol{\Delta}]^T = [1,1,1,0,0,0]$$

Equations of the three kinematical hardening variables :

$$[\dot{\mathbf{X}}'] = p \left\{ \frac{2}{3} Y_0 [\mathbf{N}] [\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{vp}] - [\mathbf{Q}] ([\mathbf{X}'] - [\mathbf{X}'^{(1)}]) \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{vp} \right\} - r_m \sinh \left\{ \left(\frac{\overline{X}}{X_0} \right)^{m_0} \right\} [\mathbf{R}] \frac{[\mathbf{X}']}{\overline{X}}$$

$$[\dot{\mathbf{X}}'^{(1)}] = p_1 \left\{ \frac{2}{3} Y_0 [\mathbf{N}] [\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{vp}] - [\mathbf{Q}] ([\mathbf{X}'^{(1)}] - [\mathbf{X}'^{(2)}]) \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{vp} \right\}$$

$$[\dot{\mathbf{X}}'^{(2)}] = p_2 \left\{ \frac{2}{3} Y_0 [\mathbf{N}] [\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{vp}] - [\mathbf{Q}] [\mathbf{X}'^{(2)}] \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{vp} \right\}$$

$$[\mathbf{X}'^{(i)}]_{(0)}^T = [0,0,0,0,0,0]$$

$$\overline{X} = \left\{ \frac{3}{2} [\mathbf{X}']^T [\mathbf{R}] [\mathbf{X}'] \right\}^{1/2}$$

Figure 14 : Equations constitutives du modèle DR (notation de Voigt).
Extrait de (Richard et al., 2003). [ACT105]

A partir des résultats d'essais réalisés à différentes températures (350-400°C) sur des tubes non irradiés et irradiés (fluence en neutrons rapides de 0 à 85. 10²⁴ nm⁻²), il a été observé que :

- la température active fortement le fluage stationnaire et dans une moindre mesure diminue le durcissement et le module de Young ; elle n'affecte pas le coefficient n de la loi d'état viscoplastique (exposant de Norton),
- la fluence d'irradiation neutronique diminue fortement la vitesse de fluage stationnaire et provoque un durcissement du matériau,
- l'anisotropie est peu sensible à la température et à la fluence.

Afin de prendre en compte ces différentes observations, I. Schäffer a proposé en 1997 dans sa thèse (Schäffler, 1997; Schäffler et al., 2000) une extension du modèle DR : le modèle DRS. Des

fonctions d'interpolation des paramètres $\dot{\epsilon}_0$, N , Y_0 , X_0 et r_m sont proposées. Elles dépendent de la température T (350 à 400°C) et/ou d'un endommagement scalaire D lié explicitement à la fluence (0 à $45 \cdot 10^{24}$ n/m²). Ce modèle a été identifié à hautes contraintes (100 à 400 MPa) et sur des durées de fluage courts (<500 heures), mais sa capacité prédictive a été mise en défaut par la confrontation des simulations aux résultats d'essais à plus basses contraintes et sur des temps de fluage plus longs (>2000 heures). De plus, ce modèle ne permettait pas la simulation des essais sous flux neutronique (en réacteur).

Le premier objectif de mon travail de post-doctorat (contrat de collaboration CEA-EDF-UFC, 1999-2000) était de combler les lacunes du comportement hors flux et d'identifier un modèle sur une base de données plus large en termes de contrainte, de temps de fluage, de température et de fluence. La principale modification nécessaire a été la prise en compte d'une dépendance de l'anisotropie de la restauration statique (le tenseur \mathbf{R}) à la température :

$$R_{22}(T) = \frac{3}{2}R_{23}^2 + \eta_1 e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{T-\eta_2}{\eta_3}\right)^2} \quad (40)$$

Le deuxième objectif était d'introduire dans le comportement l'effet du flux neutronique $\dot{\phi}$. Les analyses des résultats expérimentaux ont montré schématiquement que :

- le flux neutronique active le fluage stationnaire,
- la température d'irradiation T^* augmente la vitesse de fluage stationnaire et diminue le durcissement.

Ces observations ont servi de guide pour l'amélioration du modèle. Une loi d'évolution de l'endommagement d'irradiation a été proposée. Elle dépend de 3 paramètres (D_1, A_{D_p}, A_{D_1}) et permet une décroissance de la saturation du dommage en fonction de la température d'irradiation :

$$\dot{D} = D_1 \left(\langle -A_{D_p} T^* + A_{D_1} \rangle - D \right) \dot{\phi} \quad (41)$$

Les effets du flux sur le fluage stationnaire ont été modélisés par un couplage fort (fluage thermique – fluage d'irradiation) en ajoutant à la restauration statique du modèle DRS une dépendance au flux $\dot{\phi}$ et à la température d'irradiation T^* , par l'intermédiaire d'un terme supplémentaire dépendant de 3 paramètres ($A_{r_{irr}}, \kappa, \Delta H^{irr}$) :

$$r_m(T, D, T^*, \dot{\phi}) = \{r_m(T, D)\}_{\text{DRS}} + \{[X_0(T, D)]^{m_0}\}_{\text{DRS}} A_{r_{irr}} \langle \dot{\phi} \rangle^{-\kappa} e^{\frac{\Delta H^{irr} [eV]}{kT^*}} \quad (42)$$

L'estimation finale des 38 paramètres du modèle viscoplastique a été effectuée par recalage d'un modèle d'expérience constitué d'environ 200 essais d'écrouissage et de fluage (uni- et biaxiaux) à différentes températures et pour une large gamme de contraintes. Les tests de validation ont été effectués à l'aide d'essais de relaxation. L'ajout des équations (40) à (42) au modèle DRS initial de 1997 a permis d'obtenir une bonne adéquation modèle-expérience pour l'ensemble des essais de la base de données (écrouissage, fluage et relaxation), c'est-à-dire pour des températures comprises entre 320°C et 420°C, des fluences de 0 à $85 \cdot 10^{24}$ n/m² et des flux neutroniques de $1 \cdot 10^{14}$ n/cm²/s et $2 \cdot 10^{14}$ n/cm²/s. Ce modèle DRS modifié permet notamment des simulations réalistes des fluages d'irradiation (sous flux) à basses contraintes et temps longs [ACTI05]. Ces résultats publiés en 2001 dans un rapport interne et confidentiel à l'époque [AP01], ont fait l'objet de publications d'audience plus large deux ans plus tard (Delobelle et al., 2003; Richard et al., 2003), voir par exemple Figure 12.

La complexité de cette loi de comportement, le grand nombre de paramètres à identifier simultanément (38 paramètres viscoplastiques) à l'aide d'une base expérimentale conséquente (environ 200 essais) a conduit au développement d'un outil numérique spécifique. Cet outil constitue l'embryon du logiciel actuel d'analyse inverse utilisé dans mes travaux et en constante amélioration (MIC2M, cf. 1.3.4). A noter que ce travail a également porté ses fruits en enseignement puisqu'il a été la base, sous une forme très simplifiée, de travaux pratiques dédiés à la modélisation de la viscoplasticité et à l'identification paramétrique par recalage de niveau master 2 dès l'année 2000.

1.3.2. Viscoélastoplasticité d'un composite lin-époxyde

[ACL10] C. Poilâne, Z. E. Cherif, F. Richard, A. Vivet, B. Ben Doudou, and J. Chen, "Polymer reinforced by flax fibres as a viscoelastoplastic material", *Composite Structures*, vol. 112, pp. 100-112, 2014. (Poilâne et al., 2014)



Ce deuxième résultat est beaucoup plus récent et concerne l'identification de la viscoélastoplasticité d'un composite lin-époxyde. Il illustre notamment l'intérêt de quantifier l'identifiabilité paramétrique par un indice pour démontrer la possibilité de découplage des phénomènes viscoélastique et viscoplastique alors qu'ils sont activés simultanément.

Polymer reinforced by flax fibres as a viscoelastoplastic material



C. Poilâne^{a,b,c,d,e,*}, Z.E. Cherif^{a,b,c,d,e}, F. Richard^{f,g}, A. Vivet^{a,b,c,d,e}, B. Ben Doudou^{a,b,c,d,e}, J. Chen^{a,b,c,d,e}

^a Normandie Univ., France

^b UNICAEN, CIMAP, F-14050 Caen, France

^c École Nationale Supérieure d'Ingénieur de Caen (ENSICAEN), F-14050 Caen, France

^d CNRS, UMR 6252, F-14050 Caen, France

^e CEA, UMR 6252, F-14050 Caen, France

^f Université de Franche-Comté, FEMTO ST, F-25044 Besançon, France

^g CNRS, UMR 6174, F-25044 Besançon, France

ARTICLE INFO

Article history:
Available online 19 February 2014

Keywords:

- A. Flax/epoxy
- A. Unidirectional composite
- B. Viscoelastoplasticity
- C. Phenomenological modelling
- C. Identifiability analysis

ABSTRACT

Flax fibre reinforced polymers are at the heart of current scientific and societal concerns. However their mechanical behaviour is still poorly known despite significant scientific efforts, in particular the non-linear behaviour observed under tensile tests. In this paper, results of hardening, creep and repeated progressive tests under uniaxial loading performed on various quasi-unidirectional flax fibre reinforced composites are analysed in terms of the volume fraction of fibre, the titration of yarn reinforcement and temperature testing. To identify the respective parts of pure elastic, viscoelastic and viscoplastic components in the global mechanical response, a phenomenological model is built based on eight independent parameters. The parameter identification based on experimental data and checked by a sensitivity analysis shows that the viscoelastic effects are non-significant at room temperature. The non-linear behaviour can mainly be attributed to viscoplastic effects. Viscoplastic modelling is based on a combination of two hardenings; the first classical (linear) one describes the translation of the elastic domain; the second (non-linear) one describes a translation coupled with a contraction of the elastic domain during loading that improves the unloading behaviour during repeated progressive loading tests.

© 2014 Elsevier Ltd. All rights reserved.

Figure 15 : Extrait de [ACL10]

Ce travail est le résultat d'une collaboration avec le laboratoire CIMAP de l'Université de Caen sur les matériaux composites stratifiés à renfort végétal (lin). C'est pour moi plus de dix ans après l'étude sur le Zircaloy-4, le retour à l'écriture de lois de comportement à variables internes

couplant dans le cas présent viscoélasticité et viscoplasticité. Les données expérimentales analysées sont constituées des observations issues de 4 essais en traction simple. Deux sont utilisés pour l'estimation des paramètres (Figure 16) et deux pour la validation du comportement (Figure 17).

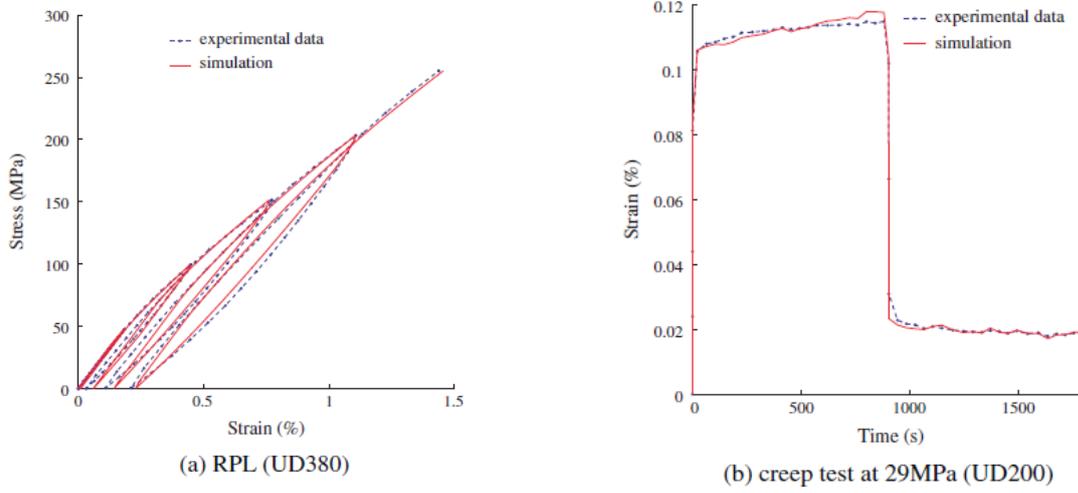


Figure 16 : Essais utilisés pour l'estimation des paramètres :
(a) CRP : contrainte répétée progressive (b) fluage à 29 MPa. [ACL10]

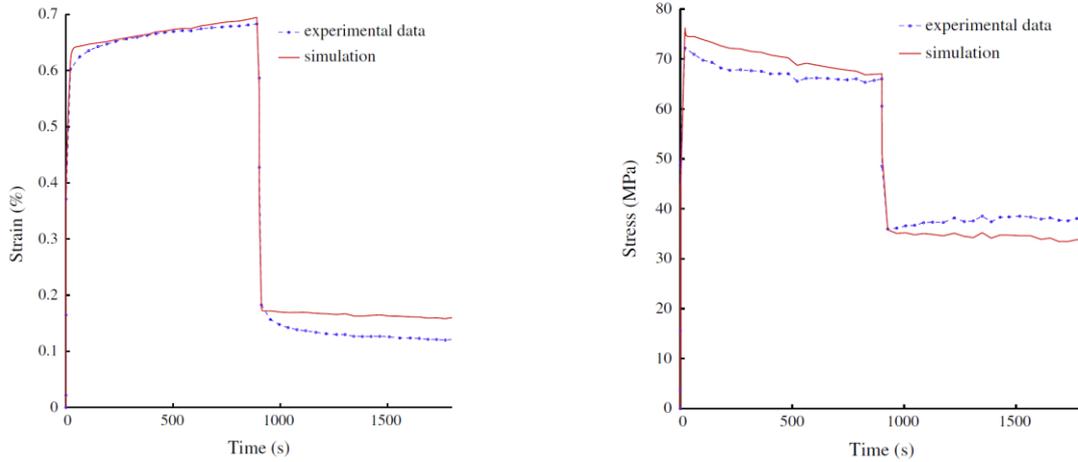


Figure 17 : Essais utilisés pour la validation du comportement :
(a) fluage à 126 MPa (b) relaxation à 0,33%. [ACL10]

Le comportement uniaxial déterminé est piloté par trois paramètres viscoélastiques (E, C_1, η) et 5 viscoplastiques ($\sigma_Y, K, C_2, C_3, \gamma_3$). Écrit dans le cadre des matériaux standard généralisés, les potentiels énergie libre ψ et de dissipation Ω s'expriment :

$$\rho\psi = \frac{1}{2}E(\varepsilon^e)^2 + \frac{1}{2}\sum_{i=1}^3 C_i \alpha_i^2 \quad (43)$$

$$\Omega = \Omega^{ve} + \Omega^{vp} = \frac{1}{2\eta}(\sigma - X_1)^2 + \frac{1}{2K}\langle |\sigma - X_2 - X_3| - \sigma_Y + \frac{\gamma_3}{2C_3}X_3^2 \rangle^2 \quad (44)$$

Ce potentiel de dissipation permet une translation du domaine élastique conjointement à sa contraction (Parenteau, 2009; Parenteau et al., 2014). L'écriture de ces équations a suivi le processus d'identification basé sur l'existence d'une quasi-solution obtenue par recalage, mais également sur sa stabilité. Cette dernière a été quantifiée par l'indice de multicolinéarité de Brun (J_B). L'analyse de cet indice en fonction des données expérimentales prises en compte a servi de guide pour assurer l'identifiabilité paramétrique de plusieurs potentiels candidats. La loi identifiée a été étendue au cas multiaxial, intégrée dans une subroutine UserMat du logiciel EF Ansys et permet actuellement des simulations de l'essai de nanoindentation 2D-axisymétrique dans le cadre de comportements couplant viscoélasticité et viscoplasticité (cf. chapitre 2).

1.3.3. Endommagement ductile de tôles minces par micro-SPIF

Le formage incrémental monopoint de tôle (SPIF : Single Point Incremental Sheet Forming) est un procédé de mise en forme de tôle basé sur un écoulement local de la matière. Il consiste à déformer la tôle par incrément et à l'aide d'un outil hémisphérique afin de lui donner une forme imposée (Figure 18). Apparue en 1967 (Jeswiet et al., 2005; Emmens et al., 2010), il a connu depuis de nombreuses améliorations et suscite un intérêt croissant depuis les années 2000. Son intérêt principal est la possibilité de former des pièces complexes à l'aide d'un outillage très simple.

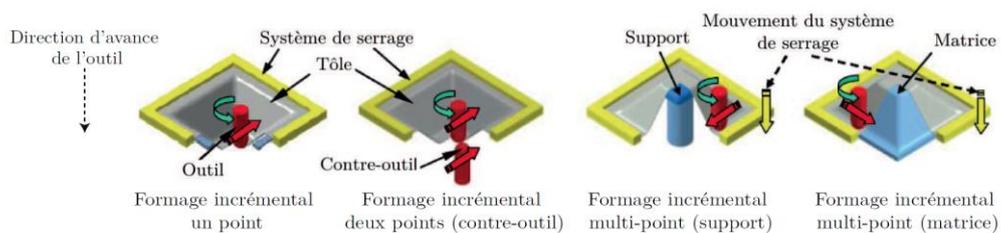


Figure 18 : Différent types de formage incrémental. (Leotoing, 2015)

Le dispositif expérimental mis au point au laboratoire, basé sur l'utilisation d'une microfraiseuse à commande numérique, permet de former des pièces pyramidales de dimensions millimétriques (typiquement $6 \times 6 \times 4 \text{ mm}^3$) et de quelques dizaines de micromètres d'épaisseur (Thibaud et al., 2012; Ben Hmida et al., 2013) [ACL07-08], d'où le terme micro-SPIF. Ce dispositif enregistre en continu la force de formage à l'aide d'une platine de mesures (Figure 19).

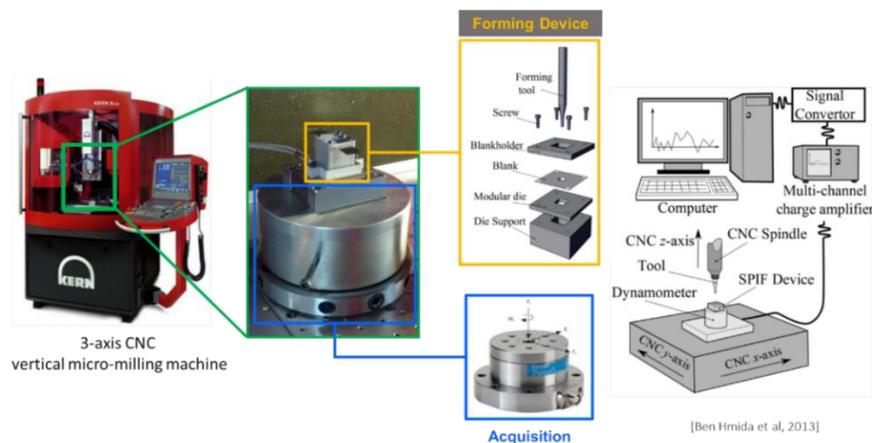


Figure 19 : Dispositif expérimental de microformage incrémental monopoint (SPIF) du DMA/FEMTO-ST. [ACL07-08]

Une des particularités du procédé est de générer des trajets de déformation très complexes qui permettent d'atteindre des déformations plastiques extrêmement élevées (>200%) inatteignables avec les essais de caractérisation conventionnels (Figure 20). Le micro-SPIF instrumenté est donc une technique potentiellement très intéressante de caractérisation mécanique d'échantillons minces.

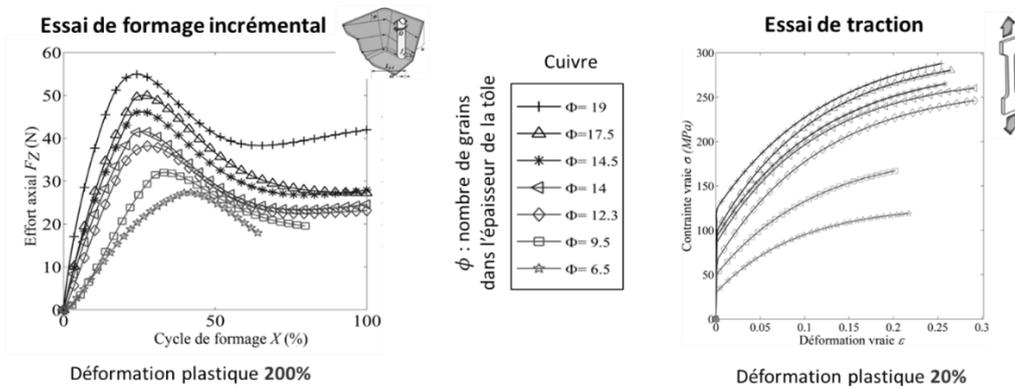


Figure 20 : Courbes expérimentales de formage (simplifiées) et de traction en fonction du nombre de grains dans l'épaisseur (ϕ) pour des échantillons de cuivre monophasé [ACL08]

Pour une prédiction du comportement des structures d'épaisseur submillimétrique en grandes déformations, disposer d'un comportement identifié directement à l'aide du procédé serait d'un intérêt indéniable. De plus, être capable à l'aide de cet essai d'identifier des paramètres inélastiques (uniques et stables) ouvrirait la voie à l'analyse du lien paramètres-microstructure (diamètre des grains, ...) et à une meilleure compréhension des mécanismes à cette échelle et à ces niveaux de déformation.

L'acquisition en continu de l'effort de formage (Figure 19) et le modèle de simulation du procédé (Figure 21) permettent d'explorer les possibilités du dispositif expérimental comme moyen de caractérisation mécanique à part entière pour l'identification du comportement par méthode inverse.

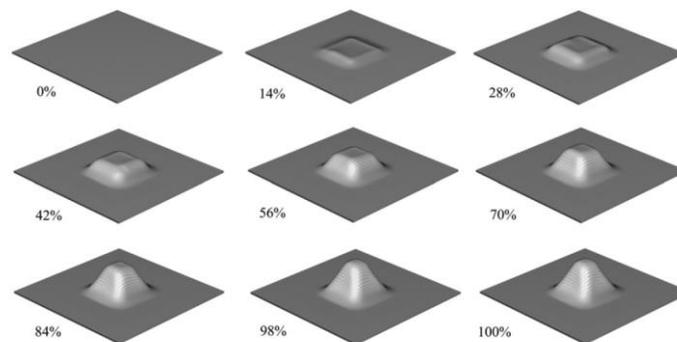


Figure 21 : Simulation EF de l'évolution de la forme de l'échantillon au cours du procédé pour une géométrie pyramidale à base carrée. [ACL07].

Dans la thèse de R. Ben Hmida (Ben Hmida, 2014), une loi de comportement de type Lemaitre (Lemaitre and Desmorat, 2005) a été choisie pour simuler l'essai sur des échantillons de cuivre et tester la richesse de la courbe de formage. Ce comportement est piloté par 9 paramètres : 2 pour l'élasticité (E, ν), 3 pour la plasticité à écrouissage isotrope (σ_Y, Q, b), 3 pour l'endommagement

ductile (p_D, S, t) et un pour la rupture (D_c). Ces 9 paramètres matériau sont les composantes du vecteur θ :

$$\theta = {}^T(E, \nu, \sigma_Y, Q, b, \sigma_Y, p_D, S, t, D_c) \quad (45)$$

Les lois d'état dérivent du potentiel énergie libre ψ qui s'écrit sous la forme :

$$\rho\psi = \frac{1}{2} \mathbf{C}_{E,\nu} : \boldsymbol{\varepsilon}^e : \boldsymbol{\varepsilon}^e + Qr + \frac{Q}{b} (e^{-br} - 1) \quad (46)$$

Dans cette loi de plasticité non associée, le potentiel de dissipation Ω est une fonctionnelle de la fonction de charge plastique f et de la dissipation F_D liée à l'endommagement ductile :

$$f = \frac{\sigma_{vM}}{1-D} - R - \sigma_Y \quad (47)$$

$$F_D = \frac{S}{(1-D)(t+1)} \left(\frac{Y}{S}\right)^{t+1} \quad (48)$$

La cinétique de la variable d'endommagement D jusqu'à la rupture ($D = D_c$) est de la forme :

$$\begin{cases} \dot{D} = \lambda \frac{\partial F_D}{\partial Y} = \left(\frac{Y}{S}\right)^t \dot{p} & \text{si } p > p_D \text{ et } \chi = \frac{\text{trace}(\boldsymbol{\sigma})}{3\sigma_{vM}} > -\frac{1}{3} \\ \dot{D} = 0 & \text{si } p \leq p_D \text{ ou } \chi = \frac{\text{trace}(\boldsymbol{\sigma})}{3\sigma_{vM}} \leq -\frac{1}{3} \end{cases} \quad (49)$$

Dans la thèse de Ramzi Ben Hmida (Ben Hmida, 2014), l'existence d'une quasi-solution a été montrée pour des échantillons d'épaisseur 210 micromètres d'un alliage de cuivre 99%. La Figure 22 illustre la corrélation modèle-expérience pour l'essai ayant servi à l'estimation des paramètres.

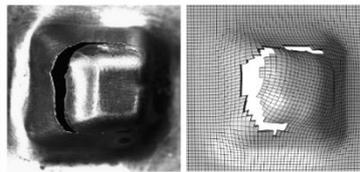
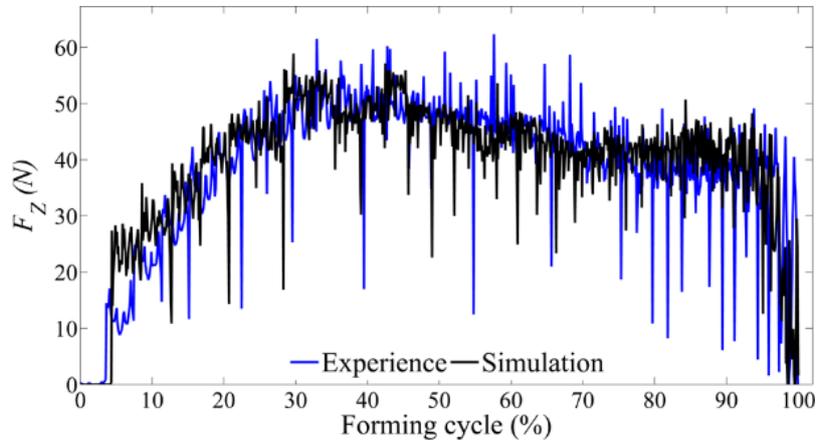


Figure 22 : Comparaison modèle-expérience des courbes de formages et des géométries finales (forme pyramidale, stratégie Z-constant). Essai ayant servi à l'estimation des paramètres par recalage. (Ben Hmida, 2014)

Des tests de validation du modèle avec des trajectoires différentes de l'outil de formage ont apporté satisfaction (ex : Figure 23).

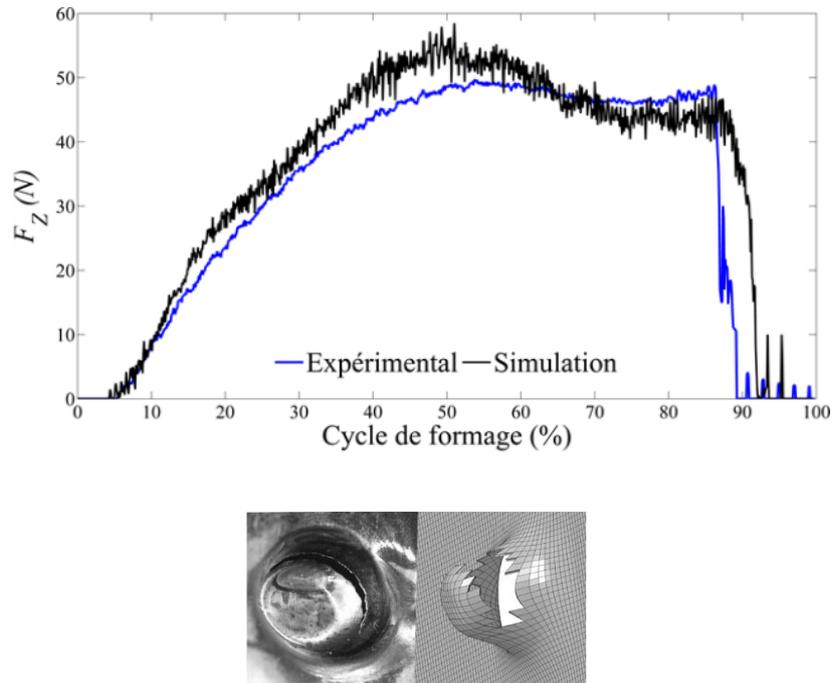


Figure 23 : Comparaison modèle-expérience des courbes de formages et des géométries finales (forme conique, stratégie hélicoïdale). Test de validation sur des données n'ayant pas servi à l'estimation paramétrique. (Ben Hmida, 2014)

Afin de quantifier l'intérêt de l'essai pour la caractérisation mécanique, l'indice d'identifiabilité I de l'équation (38) a été calculé pour différentes configurations (trajectoire d'outil, ...) en utilisant un pseudo-hessien adimensionnel basé sur la force de formage F_Z :

$$\bar{H}_{ij} = \sum_{k=1}^M \left(\frac{\partial \bar{F}_Z^k}{\partial \theta_i} \frac{\partial \bar{F}_Z^k}{\partial \theta_j} \right) \propto \theta_i \theta_j \sum_{k=1}^M \left(\frac{\partial F_Z^k}{\partial \theta_i} \frac{\partial F_Z^k}{\partial \theta_j} \right) \quad (50)$$

où M est le nombre de points d'acquisition de la force. Afin d'avoir une comparaison avec un essai conventionnel, l'indice a également été calculé pour l'essai d'érouissage en traction simple. La Figure 24 illustre la comparaison de la richesse des deux essais.

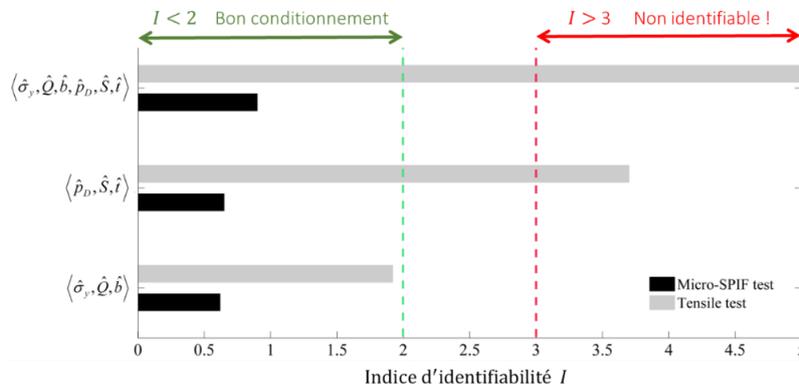


Figure 24 : Comparaison du contenu informatif des essais (micro-SPIF et traction) à l'aide d'indice d'identifiabilité I pour trois combinaisons de paramètres : plasticité, endommagement et endommagement ductile.

L'essai de micro-SPIF assure un très bon conditionnement ($I < 1$) même lorsque tous les paramètres d'endommagement ductile sont recherchés. Quant à l'essai d'érouissage en traction, il ne permet pas d'accéder aux paramètres pilotant l'endommagement ($I > 3$) et est tout juste suffisant pour identifier les 3 paramètres plastiques ($I < 1,9$). L'impossibilité d'identification à l'aide de l'essai de traction est ici due à l'instabilité de striction pour le matériau considéré.

Cette richesse des données issues de l'essai de formage incrémental inaugure une estimation fiable des propriétés d'endommagement ductile, condition nécessaire à l'interprétation du lien avec la microstructure (diamètre des grains, ...). L'apport de l'indice d'identifiabilité dans la compréhension de la richesse des données utilisées permet également d'envisager l'identification de comportements utilisant des lois plus « physiques » (GTN, plasticité cristalline, ...).

1.3.4. MIC2M, logiciel d'analyse inverse pour l'identification du comportement

A la fin des années 1990, lorsque j'ai débuté, un outil d'optimisation dédié existait déjà pour recalculer les modèles d'essais mécaniques : le logiciel SiDoLo¹⁰ (développé en Fortran). J'ai cependant préféré en créer un nouveau dédié à mes problèmes et écrit dans un langage de type Matlab. L'objectif initial était de disposer d'un outil totalement maîtrisé pour la mise en pratique des méthodes d'analyse des données, l'intégration temporelle des lois de comportement à variables internes et la simulation d'essais « homogènes ». C'est en 2000 (pendant mon post-doctorat) que j'ai initié la première version du logiciel MIC2M¹¹. Les principaux algorithmes d'optimisation (locaux, génétiques, fiabilistes) détaillés dans ma thèse de doctorat (1999) y sont intégrés. Depuis cette époque, le logiciel n'a cessé de se développer avec un triple objectif :

- Amélioration des fonctionnalités
- Intégration de nouvelles méthodes d'analyse
- Capitalisation (90% des modèles et méthodes qui ont donné lieu à publication y sont disponibles)

Il a été couplé à plusieurs codes EF (Lsdyna, Ansys, Cast3M, Abaqus, ZéBuLon) en fonction des besoins et est devenu en lui-même un résultat significatif, avec un site internet dédié : <http://mic2m.univ-fcomte.fr>.

1.3.4.1. Contribution à la recherche

MIC2M a bien sûr directement contribué à mes activités de recherche puisque c'est sa destination première, mais il a également été utilisé dans de nombreux travaux de thèses de doctorat et publications scientifiques sans lien direct avec mes activités de recherche, souvent comme simple outil de recalage et/ou de simulation, parfois comme outil d'analyse d'identifiabilité paramétrique :

- Thèses de doctorat UFC (hors co-encadrement) :
 - B. Escolle, Optimisation des outils de micro-fraisage destinés à l'usinage des aciers durs : cas des micro-fraises hémisphériques, Besançon, 2015

¹⁰ SiDoLo : Simulation et IDentificatiOn de LOis de comportement. Logiciel créé par Philippe Pilvin (Pilvin, 1983, 1985, 1988, 1990)

¹¹ MIC2M : Modélisation et Identification du Comportement Mécanique des Matériaux

- L. Guyout, Usinabilité d'aciers inoxydables type 316L : application au micro-fraisage, Besançon, 2014
 - O. Cisse, Caractérisation du comportement hygro-mécanique des fibres libériennes élémentaires issues du chanvre, Besançon, 2014
 - D. Remache, Contribution à l'étude expérimentale et numérique du comportement hyperélastique et anisotrope de la peau humaine, Besançon, 2013
 - P. Treasurer, Durability of tubular composite structures: fatigue and time-dependent damage modeling, Besançon, 2010
 - A. Maurel-Pantel, Etude expérimentale et numérique du fraisage de l'acier inoxydable 304L, application à l'identification paramétrique, Besançon, 2009
 - C. Barbier, Le formage de composants en petites dimensions. Investigations expérimentales, modélisation et simulation numériques, Besançon, 2008
 - L. Farines, Evaluation du potentiel restant de structures composites verre / époxy soumises à des sollicitations de fatigue, Besançon, 2007
 - O. Comond, Analyse et optimisation de réservoirs d'hydrogène sous pression de type III pour assurer leur sûreté vis-à-vis de la tenue à la fatigue, Besançon, 2006
 - F. Khatyr, Etude in vivo des propriétés mécaniques de la peau humaine : réalisation d'un capteur spécifique, modélisation du comportement, Besançon, 2004
 - V. Walter, Caractérisation et modélisation électromécanique de dépôts de couches épaisses PZT sérigraphiées sur substrat d'alumine. Application au contrôle de forme et à l'amortissement actif d'un bimorphe, Besançon, 2001
- Thèses de doctorat hors UFC (hors co-encadrement) :
 - N. Azeggagh, Damage mechanisms in silicon nitride materials under contact loading, INSA Lyon, cotutelle Tôhoku Daigaku (Sendai, Japon), 2015
 - P. Clément, Détermination des propriétés mécaniques de céramiques poreuses par essais de microindentation instrumentée sphérique, INSA Lyon, 2013
- Production scientifique (hors co-encadrement, hors collaboration). Quelques exemples récents de citations (rang A) :
 - *"This minimization was made in the least squares sense. The resolution of this optimization problem has been implemented in MIC2M software using a Levenberg-Marquardt algorithm [36]"*, D. Staub et al., Acta Materialia 107, 2016
 - *"In the present work, the identification of the parameters E , σ_Y and K of the silicon nitride materials was performed with MIC2M [48]"*, N. Azeggagh et al., Materials Science & Engineering A 644, 2015
 - *"Identification of the parameters of the mechanical behaviour of gypsum was performed with MIC2M software (<http://mic2m.univ-fcomte.fr>) by minimizing the cost function that quantifies the difference between the model predictions and experimental results"*, P. Clément et al., Acta Materialia 61, 2013

1.3.4.2. Contribution à l'enseignement

La version « enseignement » de MIC2M disponible en téléchargement est surtout un outil pédagogique pour la compréhension des lois de comportements inélastiques par la simulation d'essais « homogènes ». C'est également une première approche par la pratique des difficultés

d'identification paramétrique par recalage. A titre d'exemple de travaux pratiques, un énoncé est basé sur des réponses expérimentale du Zircaloy-4 (Figure 25). L'objectif du TP est d'analyser ces essais classiques d'érouissage, de fluage, de relaxation et cycliques afin de construire progressivement un comportement permettant de reproduire toutes les observations expérimentales.

Cette version enseignement de MIC2M est ou a été utilisée dans des modules d'enseignement de deux établissements (UFC et ENSMM) :

- Master2 Mécanique et Ingénierie de UFC : modules *Méthodes Expérimentales en Mécanique* (identification par méthode inverse) et *Conception robuste* (fiabilité probabiliste des structures)
- Option de dernière année d'école d'ingénieur : module *Mécanique des matériaux* (ISIFC, option Biomécanique et Microsystèmes) et intervention « viscoélasticité-viscoplasticité » (ENSMM, option MENV)

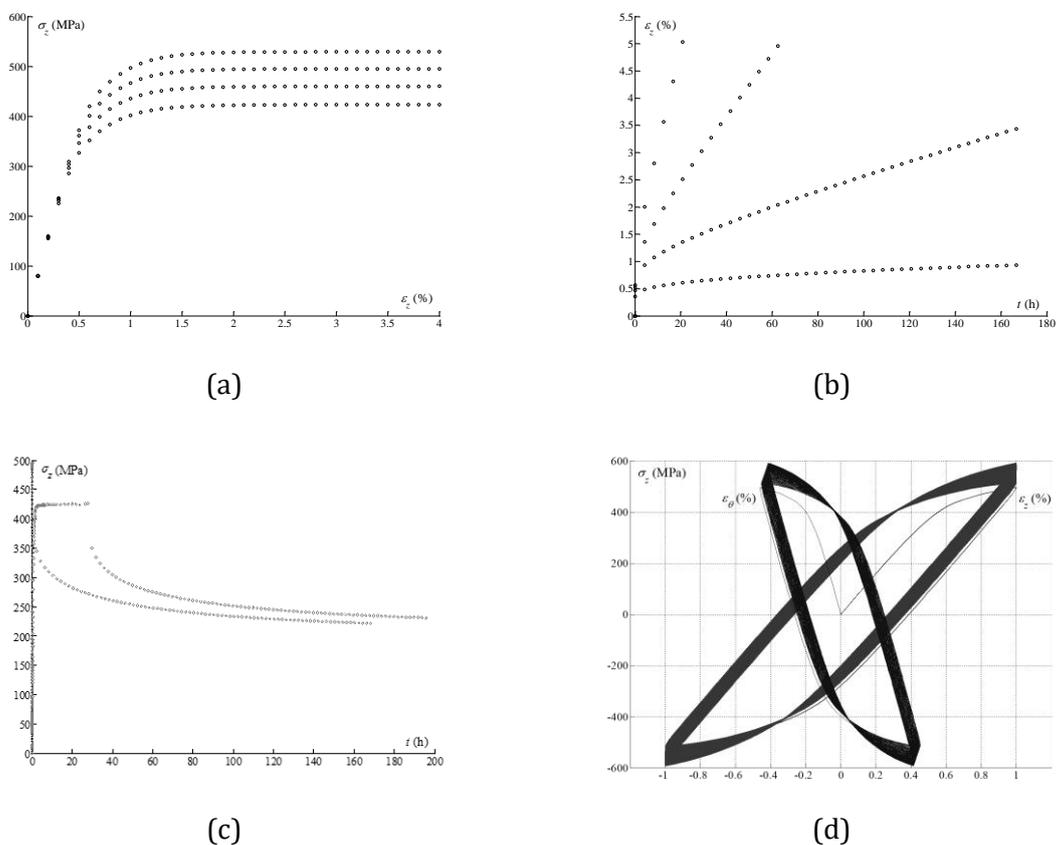


Figure 25 : (a) Erouissage en traction simple à différentes vitesses $\dot{\varepsilon}_z = 2 \cdot 10^{-4}, 2 \cdot 10^{-3}, 2 \cdot 10^{-2}, 2 \cdot 10^{-1}\%/s$,
 (b) Fluage en traction simple à différentes contraintes σ_z (275, 350, 380, et 400 MPa),
 (c) Erouissage jusqu'à 2% (à $2 \cdot 10^{-3}$ et $2 \cdot 10^{-4}\%/s$) et relaxation,
 (d) Erouissage cyclique en traction simple suivant z, vitesse $|\dot{\varepsilon}_z| = 2 \cdot 10^{-3}\%/s$ (100 cycles).

1.3.4.3. Collaborations diverses

MIC2M a facilité divers travaux via des thèses et des stages :

- Centre Hospitalier Universitaire de Besançon : [OS01]
- INRA : Analyse d'essais de nanoindentation sur des composites biopolymères

- IFPen : via la thèse de Olivier Comond. MIC2M fait actuellement l'objet d'un benchmark pour évaluer les performances d'identification de paramètres viscoplastiques (Vincent Le Corre, IFP Lyon)
- MaHytec et Air Liquide : via la thèse de Olivier Comond. Étude de réservoirs d'hydrogène en matériaux composites
- Imasonic : Étude de l'interface céramique/résine d'un piézocomposite à connectivité 1-3
- Pierre-Fabre : via la thèse de Fouad Khatyr. Aide à l'identification du comportement viscoélastique de la peau

Extraction de propriétés mécaniques par indentation

L'indentation est initialement une technique de mesure de dureté par pénétration. Cette propriété aux multiples définitions caractérise la résistance qu'oppose un échantillon plan à l'enfoncement d'un pénétrateur de grande dureté et de géométrie supposée connue. La dureté résiduelle par exemple, est définie par un nombre relié à la taille de l'empreinte. Ce n'est pas une propriété intrinsèque du matériau testé car sa valeur dépend intimement des conditions de l'essai, notamment de la géométrie du pénétrateur utilisé.

L'indentation est dite continue (instrumentée) quand l'enfoncement $h(t)$ du pénétrateur (déplacement de l'indenteur) et la force d'appui $P(t)$ (force d'indentation) sont enregistrés en continu au cours de l'essai. Ces mesures $P(t) - h(t)$ peuvent donner accès sans mesure d'empreinte à une dureté et à un module élastique, mais également à des propriétés inélastiques du matériau (seuil de plasticité, coefficient d'écrouissage, ...) à une échelle submicrométrique.

Ce chapitre présente tout d'abord le contexte historique des dispositifs expérimentaux et des méthodes d'analyse des mesures aptes à déterminer certaines propriétés mécaniques. Les limitations de ces méthodes, analytiques et numériques, positionnent mes activités dans le domaine : à une époque où la nanoindentation est devenue une technique massivement utilisée, de nombreuses interrogations demeurent sur la fiabilité des propriétés estimées, particulièrement lorsque le comportement est visqueux, anisotrope ou lorsque l'échantillon testé n'est pas homogène. La stratégie d'amélioration que j'ai élaborée a consisté à développer des modèles numériques de l'essai, à analyser l'inverse de ces modèles puis à quantifier la richesse des observables (force d'indentation, déplacement de l'indenteur, topographie de l'empreinte) afin d'assurer que les valeurs obtenues par recalage ne soient pas de simples coefficients d'ajustement. Les principaux résultats sont présentés à la fin du chapitre.

2.1. Contexte historique

2.1.1. Mesure de dureté par pénétration

La plus ancienne étude connue concernant la dureté des matériaux est d'après Todhunter (Todhunter, 1893) celle mentionnée par Huygens¹² en 1690 dans son *Traité de la Lumière* (Huygens, 1690). L'idée d'une mesure relative de dureté est souvent¹³ attribuée à Réaumur¹⁴ (Réaumur, 1722) lors de ses travaux sur les aciers. Un siècle plus tard, Mohs¹⁵ (Mohs and Haidinger, 1822; Mohs, 1825) définit la première échelle de dureté par rayage des minéraux.

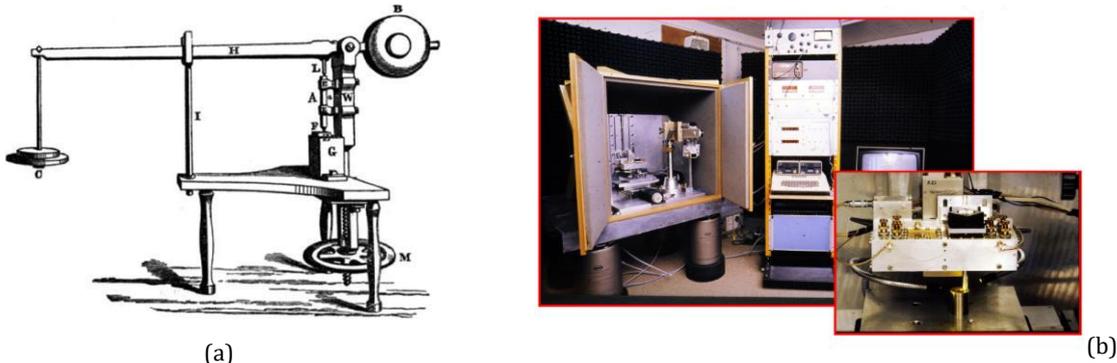


Figure 26 : (a) Dispositif d'indentation de Calvert et Johnson (Calvert and Johnson, 1859), (b) Dispositif de nanoindentation instrumentée de Pethica, Huching et Oliver développé en Suisse (Pethica et al., 1983).

Les premiers duromètres connus (Figure 26) remontent aux années 1850 (Calvert and Johnson, 1859; Wade, 1856). En 1900, Brinell¹⁶ propose une technique qui deviendra le premier standard¹⁷ de la mesure de dureté par pénétration (Brinell, 1900). Le pénétrateur est alors une bille en acier trempé appuyée sur un échantillon métallique et la dureté mesurée (dureté Brinell) est obtenue après décharge par le rapport entre la force maximale et l'aire de l'empreinte (calotte sphérique). Quelques années plus tard, Meyer (Meyer, 1908) propose de définir la dureté en divisant la charge par l'aire de l'empreinte projetée sur le plan d'indentation (disque). Rockwell et Rockwell brevettent en 1919 un test qui nécessite simplement une mesure de l'enfoncement rémanent de pénétrateurs sphériques et coniques (Rockwell and Rockwell, 1919).

D'après Borovich et Keer (Borovich and Keer, 2004), Ludwik en 1908 est le premier à utiliser une pointe conique en diamant (Ludwik, 1908). L'année 1922 marque l'utilisation de la pyramide à base carrée (Smith and Sandly, 1922) popularisée quelques années plus tard par le pénétrateur Vickers¹⁸, une pointe en diamant pour tester des échantillons très durs. De nombreuses autres techniques de mesure de dureté, statiques ou dynamiques ont été proposées dans cette première moitié du 20^{ème} siècle et certaines sont encore d'actualité : Shore (Shore, 1907), Knoop (Knoop et al., 1939), ...

¹² Christiaan Huygens (1629-1695) : mathématicien, astronome et physicien néerlandais

¹³ Parfois contesté (Walley, 2012)

¹⁴ René-Antoine Ferchault de Réaumur (1683-1757) : scientifique et naturaliste français

¹⁵ Friedrich Mohs (1773-1839) : minéralogiste allemand

¹⁶ Johan Brinell (1849-1925) : ingénieur métallurgiste suédois

¹⁷ Norme éditée en 1924

¹⁸ Vickers : société Vickers (Angleterre). Norme éditée en 1952

L'intérêt pour ces mesures de dureté n'a pas diminué au cours des décennies suivantes, marquées par la seconde révolution industrielle et les deux guerres mondiales, comme en témoigne le nombre de livres publiés sur le sujet entre 1934 et 1973 (Tableau 1) avec quelques contributions majeures, notamment celle de Tabor¹⁹ (Tabor, 1951).

Tableau 1 : Livres publiés sur la dureté entre 1934 et 1973 et nombre de citations (1970-2007).
Source : (Hutchings, 2009)

Year published	Book author/reference	Number of times cited 1970–2007
1934	O'Neill ¹²	32
1936	Lea ¹³	2
1940	Späth ¹⁴	1
1942	Williams ¹⁵	17
1949	Lysaght ¹⁶	18
1951	Tabor ³⁰	1592
1952	von Weingraber ³¹	4
1956	Mott ³²	257
1967	O'Neill ³³	101
1973	Westbrook and Conrad ³⁴	89

En 1950, Berkovich introduit la forme pyramidale à base triangulaire (Berkovich, 1950, 1951), plus aisée à élaborer avec exactitude et actuellement très utilisée pour la caractérisation des couches minces et des MEMS²⁰.

Le test de dureté par pénétration s'avère généralement simple à mettre en œuvre, rapide à réaliser et non destructif (sauf très localement). Il permet d'accéder à des duretés normalisées²¹, dites résiduelles (Brinell, Vickers, ...) par une mesure optique rudimentaire de l'empreinte (diamètre, diagonale, ...). Il a cependant des inconvénients majeurs, car les valeurs de duretés obtenues :

- sont relatives,
- ne dépendent pas uniquement du comportement du matériau, mais également des conditions expérimentales, notamment de la géométrie de l'indenteur,
- prêtent à confusion pour certains comportements : hyperélasticité (absence d'empreinte), viscoélasticité-viscoplasticité (recouvrance totale ou partielle de l'empreinte), anisotropie (symétrie de l'empreinte différente de celle de l'indenteur), ...
- sont délicates à interpréter lorsque les échantillons ne sont pas homogènes (couches minces, gradient de propriétés, ...),
- ne permettent généralement pas l'identification des paramètres d'une loi de comportement (comme un module d'Young, un seuil de plasticité et un coefficient d'écroutissage).

De plus, lors de la miniaturisation du test, les mesures optiques s'avèrent délicates à mettre en œuvre. Les premières observations d'empreintes lors de charges répétées progressives, attribuées à Tabor (Tabor, 1948), sont un premier pas vers l'enrichissement des données

¹⁹ Voir l'article de Hutchings (Hutchings, 2009) pour une vision plus précise de la contribution de Tabor

²⁰ MEMS : Microelectromechanical systems

²¹ ISO 6506, ISO 6507, ISO 6508, respectivement pour les duretés Brinell, Rockwell, Vickers

expérimentales et l'utilisation d'autres définitions de dureté, comme celles basées sur une estimation de l'aire de contact (Martens, 1898).

2.1.2. Instrumentation et miniaturisation des duromètres

D'après Bulychev et Alekhin (Bulychev and Alekhin, 1990), l'idée d'instrumenter les duromètres pour enregistrer continûment au cours du temps l'effort P et l'enfoncement h du pénétrateur est à attribuer à Grodzinski (Grodzinski, 1953). L'indentation est alors dite continue, ou instrumentée (Figure 27).

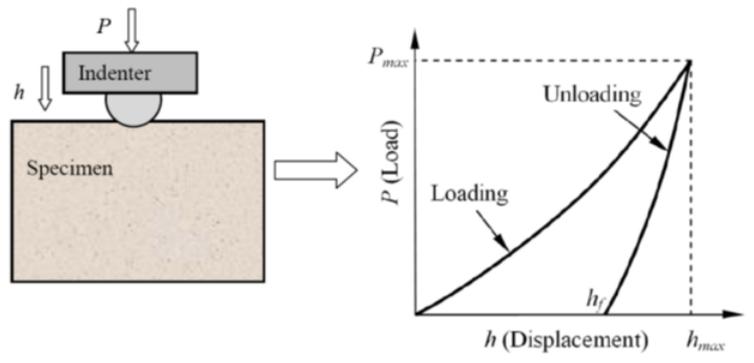


Figure 27 : Principe de l'indentation continue (instrumentée) et courbe d'indentation ($P - h$).

Dans les années 1970, on retrouve déjà dans la littérature scientifique russe (Borodich and Keer, 2004) des résultats utilisant l'électronique de mesure. Ainsi, Kalei (Kalei, 1968) enregistre en 1968 des courbes d'indentation ($P - h$) pour différents matériaux à des profondeurs de pénétration $h_{max} = 150 \text{ nm}$ (Figure 28).

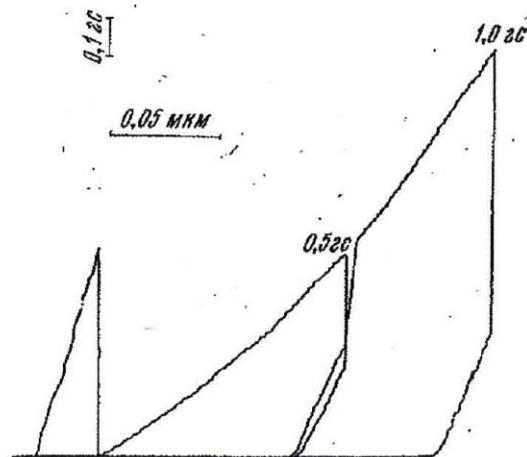


Рис. 4. Диаграмма вдавливания индентора в хромовое покрытие (толщина покрытия 1 мкм)

Figure 28 : Courbes d'indentation ($P - h$) d'une couche mince de Cr d'épaisseur $1 \mu\text{m}$.
 $h_{max} = 150 \text{ nm}$. (Kalei, 1968).

Les années 1980 marquent le développement de la technique au niveau mondial avec des capteurs capables de mesurer des forces de l'ordre du micronewton et des profondeurs submicrométriques

(Newey et al., 1982; Pethica et al., 1983; Loubet et al., 1984). La Figure 26 illustre le dispositif de nanoindentation développé en Suisse dans les années 1980 par Pethica, Huching et Oliver. Depuis, les progrès incessants de l'électronique de mesure et du génie informatique, conjugués aux besoins de l'ingénierie en caractérisation à l'échelle submicrométrique (couches minces, MEMS,...), ont imposé l'indentation instrumentée (IIT : Instrumented Indentation Testing) comme outil de caractérisation mécanique incontournable des petits échantillons (aiguilles, fils, rubans minces), des couches minces (cémentées, nitrurées, déposées, ...), des métaux et céramiques dures et fragiles (carbures, verres, émaux, ...), hétérogènes (constituants d'alliages, composites, ...), et plus récemment des polymères et tissus biologiques (os, cartilage, ...). Actuellement, les niveaux de bruit des capteurs, inférieurs au micronewton et au dixième de nanomètre, combinés à de grandes étendues de mesure (Figure 29), font d'un nanoindenteur un instrument capable de caractériser presque tous les types de matériaux. La norme actuelle ISO 14577²² distingue quant à elle trois échelles d'indentation : nano ($h_{max} < 200$ nm), micro ($h_{max} > 200$ nm et $P_{max} < 2$ N) et macro (2 N $< P_{max} < 30$ kN).

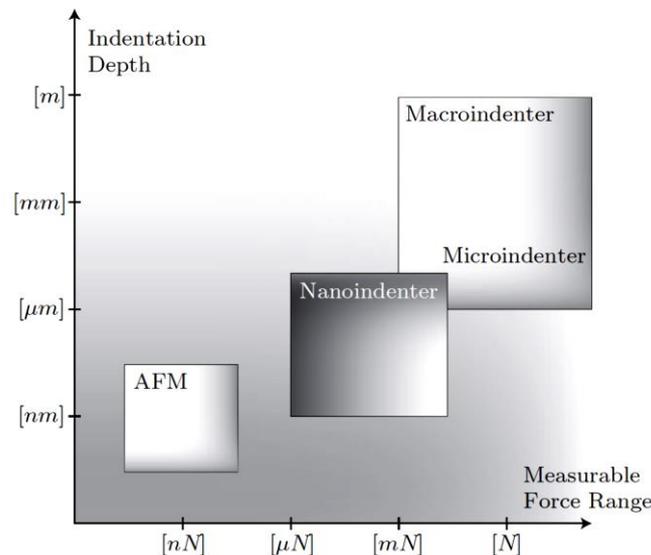


Figure 29 : Les différentes échelles des dispositifs d'indentation instrumentée (Farine, 2013).
AFM : microscope à force atomique

Dans les études de ce mémoire, les données expérimentales ont été obtenues avec :

- le IIS de la société Nano Instruments pour les essais de nanoindentation réalisés avant 2012, notamment ceux de la thèse de Mounir Qasmi (Qasmi, 2005),
- le NHT² et UNHT (Nano Hardness Tester et Ultra Nano Hardness Tester) de la société CSM Instruments pour les essais de nanoindentation réalisés après 2012, notamment ceux de la thèse d'Emile Renner (Renner, 2016),
- un instrument développé en interne pour réaliser les essais de microindentation sphérique sur le cartilage lors de la thèse de Mylène Villars (Villars, 2011).

²² ISO 14577-(1 à 3) publiée en 2002, ISO 14577-4 publiée en 2007 (revêtements)

Beaucoup de systèmes d'indentation instrumentée peuvent être schématiquement représentés par la Figure 30 (Golovin, 2008). L'instrument comporte une tête d'indentation (5) et un ordinateur (7) couplé à l'électronique par l'intermédiaire d'un contrôleur (6) permettant de piloter l'asservissement et l'acquisition des données. L'échantillon étudié (8) est posé sur une table motorisée selon trois axes : x, y et z (9). La tête d'indentation (5) est composée d'une pointe d'indenteur (3) solidaire d'une colonne de chargement. Souvent, la force est appliquée en utilisant un actionneur électromagnétique ou électrostatique (1), et un capteur capacitif est utilisé pour mesurer le déplacement (2). La liaison colonne-bâti est assurée par des lames-ressorts (4). A ce dispositif s'ajoute en général un microscope optique. Le système nécessite bien sûr un étalonnage pour accéder à la force de pénétration $P(t)$ et au déplacement de la pointe $h(t)$

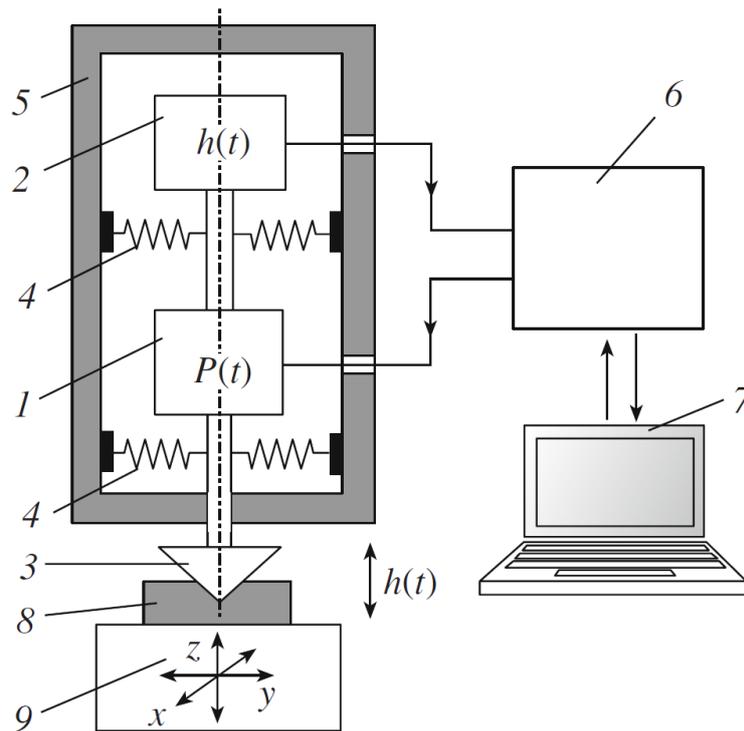


Figure 30 : Schéma de principe d'un nanoindenteur. (Golovin, 2008)

Quelques sociétés développent et commercialisent ce type d'instrument : Micro Materials (Newey et al., 1982), Hysitron (Bhushan et al., 1996), CSIRO, Agilent Technologies et Antoon Paar. Les deux nanoindenteurs utilisés pour les études présentées dans ce mémoire ont été fournis par les deux dernières :

- Agilent Technologies : anciennement MTS Nano Instruments, et initialement Nano Instruments (société créée par Oliver et Pethica en 1983 au Tennessee, USA),
- Antoon Paar : anciennement CSM Instruments, et initialement CSEM, Suisse (Randall and Consiglio, 2000)

Dans les systèmes MTS, CSM, Hysitron, CSIRO, l'axe du pénétrateur est vertical, tandis que dans le système de Micro Materials, il est horizontal. En outre, dans les systèmes MTS, CSM, Micro Materials et CSIRO, la force appliquée et le déplacement sont mesurés par des moyens distincts, tandis que le système Hysitron utilise le même capteur.

Le nanoindenteur IIs (Nano Instruments) acquis par le laboratoire peu avant 2000 et utilisé jusqu'en 2012 est présenté Figure 31. Au dispositif schématisé s'ajoutait un microscope optique et une table anti vibration.

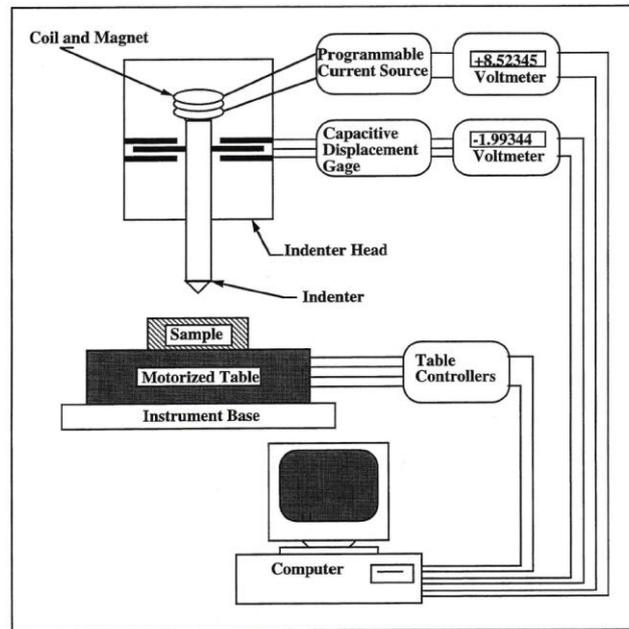


Fig 2.1 Schematic representation of the Nano Indenter® II system. The relationship of the indenter proper to the indenter head is illustrated. The coil and magnet move the indenter only. Gross motion of the specimen in the z direction is accomplished by the motorized table, which is capable of motion in all three directions. For the sake of clarity, neither the microscope, nor the gantry are shown.

Figure 31 : Schéma de principe du nanoindenteur IIs (Oliver and Pharr, 1992). Source : manuel utilisateur du IIs

La force est appliquée à l'aide d'un système électromagnétique permettant de faire varier de plusieurs ordres de grandeur les vitesses de charge et de décharge en contrôlant le courant de la bobine. La charge peut également être maintenue constante. La colonne de l'indenteur est suspendue par des lames ressort et son déplacement est mesuré par un système capacitif. L'ensemble est piloté par un ordinateur. Les niveaux de bruit sont de l'ordre du micronewton et de l'angström. La vitesse de mise en charge généralement utilisée est de l'ordre de quelques nm/s. Le contact avec la surface de l'échantillon est détecté par la variation brutale de la raideur. Le module d'indentation peut être estimé en utilisant la méthode CSM (Continuous Stiffness Measurement).

Depuis 2012, le Département Mécanique Appliquée dispose d'un nanoindenteur de chez CSM Instruments (Figure 32).

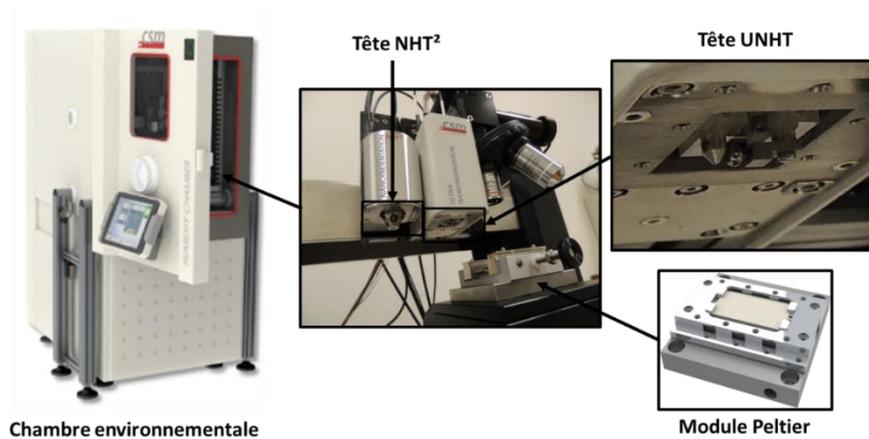


Figure 32 : Nanoindenteur CSM NHT²/UNHT, chambre environnementale et module Peltier.
Source : photos FEMTO-ST/DMA

Ce nanoindenteur est équipé de deux têtes : NHT² (Nanoindentation Tester Head) et UNHT (Ultra-Nanoindentation Tester Head). Le Tableau 2 en présente quelques caractéristiques.

Tableau 2 : Performances des têtes de nanoindentation NHT² et UNHT.

Tête	Force		Déplacement	
	Max	Niveau de bruit	Max	Niveau de bruit
UNHT	50 mN	0,5 μ N	100 μ m	0,1 nm
NHT ²	500 mN	0,5 μ N	200 μ m	0,1 nm

Depuis l'achat en 2013 d'une chambre environnementale et d'un module Peltier (Figure 32), il est possible d'effectuer des mesures dans des conditions contrôlées de température (entre 20 et 200°C) et d'humidité (taux entre 10 et 90%). Un capteur de déplacement différentiel permet de s'affranchir presque complètement des dérives thermiques (Figure 33). A ce dispositif s'ajoute un microscope optique.

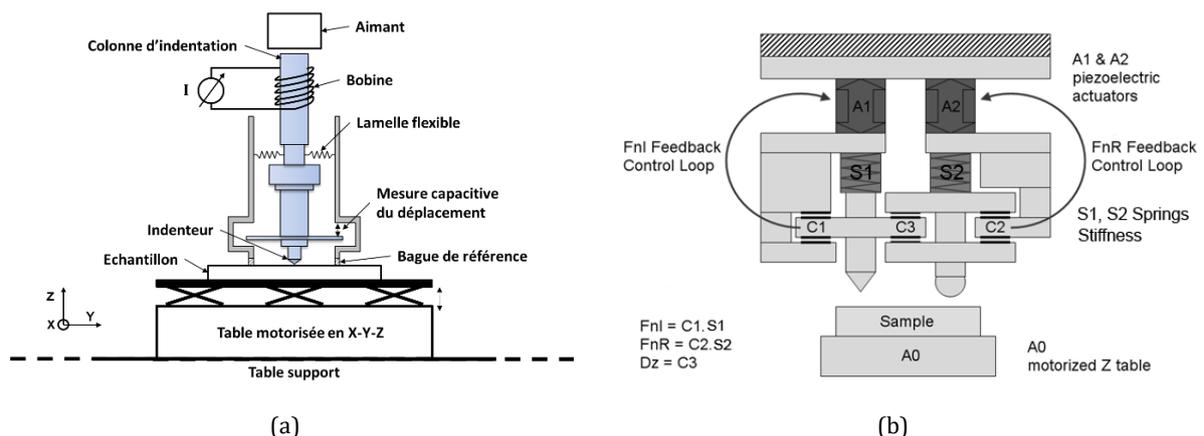


Figure 33 : Schéma de principe nanoindenteur NHT (a) et UNHT (b) de CSM Instrument.
Sources : (Renner, 2016) et CSM Instrument

Un microindenteur a également été utilisé pour l'étude du cartilage humain par microindentation sphérique continue. Cet instrument, initialement destiné au rayage, est détaillé dans la thèse de Mylène Villars (2011).

L'empreinte d'indentation peut être observée via différentes techniques de microscopie. La microscopie optique est la plus ancienne d'entre elles. La microscopie à force atomique (AFM) a ouvert les portes à l'imagerie 3D et est devenue très populaire dès les années 2000 pour l'observation des bourrelets et des lignes de glissement autour de l'empreinte d'indentation. Cette technique consiste à scanner localement l'échantillon à l'aide d'une pointe dont le rayon de courbure est nanométrique. Elle exploite le principe des forces d'interactions atomiques entre l'échantillon et la pointe pour reconstruire point par point la surface scannée. Contrairement à d'autres techniques, telle la microscopie à effet tunnel, l'AFM ne demande pas à ce que les échantillons soient métalliques ou semi-conducteurs. Elle est très bien adaptée pour l'observation des empreintes d'indentation de taille micrométrique ou plus petites encore. La Figure 34 en illustre le fonctionnement. La pointe balayant la surface de l'échantillon est positionnée à l'extrémité d'un levier (1). Le tout repose sur une platine piézoélectrique (4) guidant le mouvement selon la direction orthogonale à l'échantillon. Un faisceau laser (2) projeté sur le cantilever est réfléchi sur un quadrant de photodiodes (3), transmettant les variations d'état du levier. La topographie de la surface de l'échantillon est alors estimée par l'intégration du signal de sortie des photodiodes (signal d'erreur).

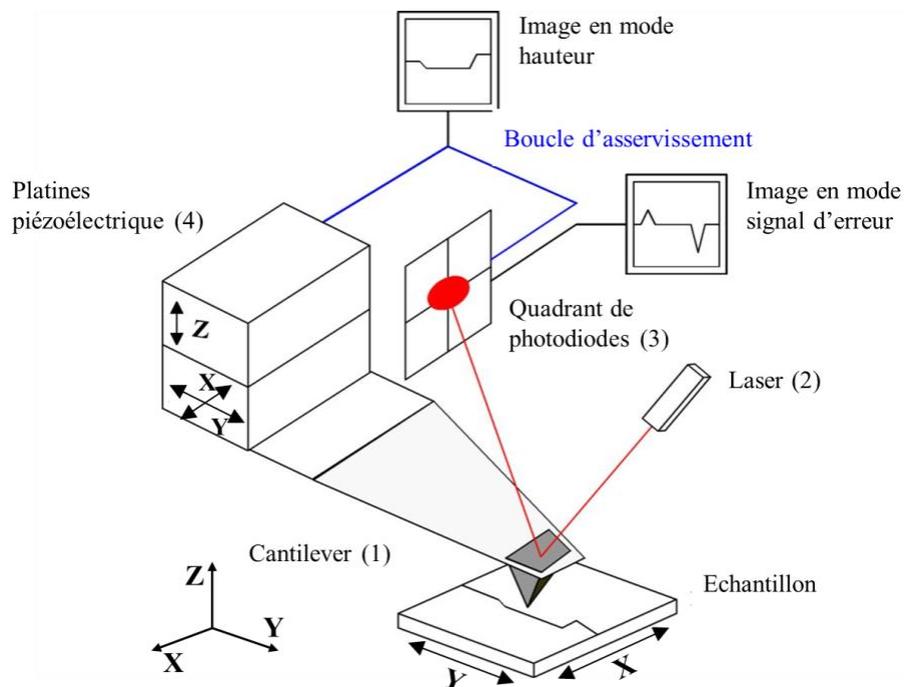


Figure 34 : Principe de fonctionnement du microscope à force atomique (Gaillard, 2004).

Depuis 2005, le Département Mécanique Appliquée dispose d'un microscope à force atomique PSIA XE-150. Cet instrument réalise des images de $100 \times 100 \mu\text{m}$ en mode contact ou tapping. Le déplacement du piézoélectrique est limité à $12 \mu\text{m}$ verticalement. La résolution théorique en Z est de 10^{-11} m . Toutes les images des empreintes de nanoindentation des études de ce mémoire ont été réalisées avec cet instrument.

Les évolutions temporelles de force $P(t)$ et de profondeur $h(t)$ obtenues à l'aide de plusieurs pointes d'indenteur, associées aux topographies $Z(X,Y)$ des empreintes mesurées par microscopie constituent des données potentiellement très riches pour l'identification du comportement des matériaux testés à l'échelle submicrométrique. L'analyse de ces données s'avère cependant non triviale, même pour identifier des paramètres d'une loi élastoplastique

rudimentaire (§2.1.3.2). Dans le cas de lois viscoélastiques-viscoplastiques, anisotropes et d'échantillons hétérogènes, elle devient extrêmement compliquée.

2.1.3. Méthodes d'analyse des données

A partir des mesures de la force d'indentation, du déplacement de l'indenteur et de la topographie de la surface de l'échantillon, il est possible d'extraire des propriétés mécaniques. Les méthodes d'analyses suivent généralement deux types d'approche : analytiques, basées sur la théorie du contact et plus récemment numériques, basées sur l'inversion d'un modèle de simulation de l'essai.

2.1.3.1. Approche basée sur la théorie du contact

La détermination de certaines propriétés par l'analyse de la courbe d'indentation (Figure 35) peut s'effectuer en utilisant des méthodes basées sur la théorie du contact élastique initiée à la fin du 19^{ème} siècle par Hertz²³ (Hertz, 1882), Cerruti²⁴ (Cerruti, 1882) et Boussinesq²⁵ (Boussinesq, 1885). Plusieurs contributions majeures ont permis d'étendre cette théorie à l'indentation axisymétrique (Love, 1939; Galin, 1946; Sneddon, 1948, 1965), au contact viscoélastique (Lee and Radok, 1960) ou adhésif (Johnson et al., 1971), et à la plasticité parfaite (Lockett, 1963; Johnson, 1985).

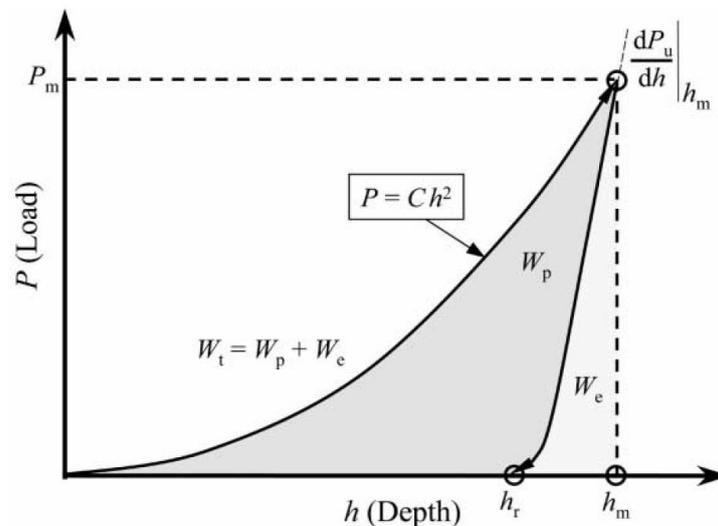


Figure 35 : Courbe d'indentation élastoplastique. W_t travail total, W_e travail élastique, W_p travail plastique, $S = dP/dh|_{h=h_m}^{unload}$ raideur de contact en décharge, C courbure en charge, P_m force maximale, h_r profondeur résiduelle, h_m profondeur maximale. (Dao et al., 2001)

En 1965, Sneddon (Sneddon, 1965) établit le cadre général de l'indentation axisymétrique sans frottement et propose, pour les géométries classiques de pointes d'indenteur indéformables, les relations pratiques entre la force et la profondeur de la forme $P = Ch^m$ (Tableau 3).

²³ Heinrich Rudolf Hertz (1857-1894) : ingénieur et physicien allemand

²⁴ Valentino Cerruti (1850-1909) : mécanicien et mathématicien italien

²⁵ Joseph Boussinesq (1842-1929) : hydraulicien et mathématicien français

Tableau 3 : Paramètres de la courbe d'indentation élastique pour quelques géométries de pointes d'indenteur. M_{eq} est le module équivalent (égal au module réduit M pour un pénétrateur indéformable).

$P = Ch^m$	sphère (rayon R)	cône (demi angle α)	cylindre plat (rayon R)
C	$\frac{4}{3}M_{eq}\sqrt{R}$	$\frac{2}{\pi}M_{eq}\tan\alpha$	$2M_{eq}R$
m	$3/2$	2	1

Ces résultats établissent une relation simple entre la raideur de contact dP/dh , le rayon de contact a_c et le module élastique équivalent M_{eq} (module effectif, ou module réduit de contact) :

$$\frac{dP}{dh} = 2M_{eq}a_c \quad (51)$$

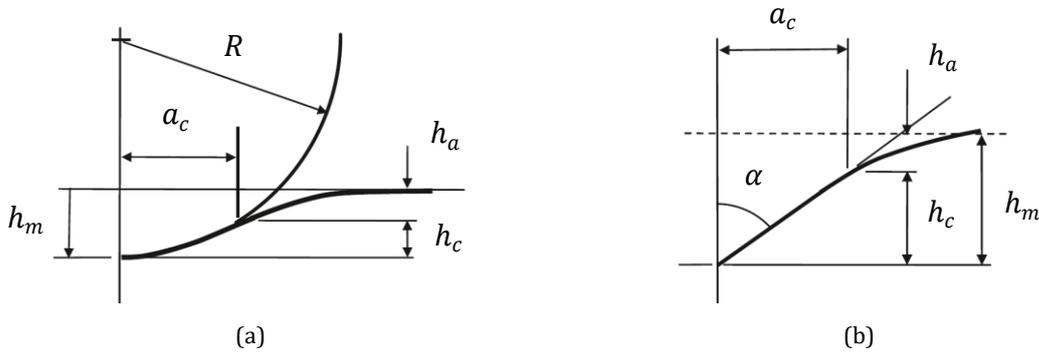


Figure 36 : Schéma de la géométrie du contact (a) sphérique (b) conique. D'après (Fischer-Cripps, 2011)

M_{eq} permet de prendre en compte l'élasticité de l'échantillon, et si nécessaire celle du pénétrateur, à travers les modules réduits M (échantillon) et M_i (indenteur) :

$$\frac{1}{M_{eq}} = \frac{1}{M} + \frac{1}{M_i} \quad (52)$$

Dans le cas de matériaux isotropes : $M = E/(1 - \nu^2)$ et $M_i = E_i/(1 - \nu_i^2)$, où E et ν (resp. E_i et ν_i) sont respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson du matériau de l'échantillon semi-infini (resp. du pénétrateur).

Ces solutions élastiques ne sont bien sûr pas à même de décrire la majorité des cas réels, car des phénomènes inélastiques apparaissent en charge après un court stade élastique, ou même dès le début pour les pénétrateurs pointus. Dans les années 1975, le champ d'application de ces relations est élargi au comportement élastoplastique (Bulychev et al., 1975). Bulychev et al. proposent de déterminer le module d'Young en mesurant la raideur de contact S au début de la décharge (Figure 35), raideur qui d'après les solutions élastiques est reliée aux module équivalent et à l'aire de contact projetée A par la relation BASH (Bulychev-Alekhin-Shorshrov) :

$$S = \left. \frac{dP_u}{dh} \right|_{h_m} = 2M_{eq} \sqrt{\frac{A}{\pi}} \quad (53)$$

Si les caractéristiques élastiques de l'indenteur sont connues par ailleurs, la principale difficulté pour déterminer le module d'indentation M reste l'estimation de l'aire de contact projetée A . Une première approche consiste à mesurer après décharge l'aire de l'empreinte par microscopie (optique, électronique, atomique) comme pour les mesures de duretés résiduelles. L'hypothèse est alors faite que l'aire de contact projetée sous charge est très proche de l'aire de l'empreinte

projetée. Cette méthode s'avère généralement fiable mais fastidieuse, surtout aux petites échelles. Une autre possibilité est d'utiliser des informations de la courbe d'indentation, comme la charge maximale P_m et la profondeur maximale h_m (Figure 35) afin d'estimer une profondeur de contact h_c (Figure 36) et en déduire l'aire de contact projetée A à l'aide de fonctions d'aire calibrées (Tableau 4).

Tableau 4 : Quelques fonctions d'aire A . D'après (Fischer-Cripps, 2011).
Le demi angle θ pour les pointes pyramidales est l'angle entre la face et la direction d'indentation.

Indenter type	Projected area	Semi-angle θ (deg)	Effective cone angle α (deg)	Intercept factor ^a ε	Geometry correction factor β
Sphere	$A \approx \pi 2 R h_c$	N/A	N/A	0.75	1
Berkovich	$A = 3\sqrt{3}h_c^2 \tan^2\theta$	65.27°	70.3°	0.75	1.034
Vickers	$A = 4h_c^2 \tan^2\theta$	68°	70.3°	0.75	1.012
Knoop	$A = 2h_c^2 \tan \theta_1 \tan \theta_2$	$\theta_1 = 86.25^\circ$, $\theta_2 = 65^\circ$	77.64°	0.75	1.012
Cube corner	$A = 3\sqrt{3}h_c^2 \tan^2\theta$	35.26°	42.28°	0.75	1.034
Cone	$A = \pi h_c^2 \tan^2\alpha$	α	α	0.727	1

^a The intercept factors given here are those most commonly used. The values for the pyramidal indenters should theoretically be 0.72 but it has been shown that a value of 0.75 better represents experimental data (see Chap. 3).

En 1986, Doerner et Nix (Doerner and Nix, 1986) font l'hypothèse que l'aire de contact ne varie pas au début de la décharge et qu'elle est analogue à celle obtenue avec un poinçon plat. En 1992, Oliver et Pharr (Oliver and Pharr, 1992) proposent de prendre en compte la géométrie de l'indenteur à travers les solutions de Sneddon (Sneddon, 1965). Ils établissent une relation très largement utilisée aujourd'hui²⁶ :

$$h_c = h_m - \varepsilon \frac{P_m}{S} \quad (54)$$

Le facteur ε est lié à la géométrie de l'indenteur, en pratique souvent de l'ordre de 0,75 (Tableau 4). L'équation (54) fournit la dureté H et le module d'indentation M sans mesurer l'empreinte :

$$H = \frac{P_m}{A} \quad (55)$$

$$M = \left[\frac{1}{M_i} - 2 \frac{\beta}{S} \sqrt{\frac{A}{\pi}} \right]^{-1} \quad (56)$$

Le facteur correctif β dans l'équation (56), étend la méthode à des pénétrateurs ne présentant pas une symétrie de révolution telles les pyramides à base carrée ou triangulaire. Dans le cas d'un échantillon élastique semi-infini et d'un indenteur indéformable, β est égal à l'unité pour une forme axisymétrique, 1,06 pour une pointe Berkovich et 1,02 pour une pointe Vickers (Woïgard, 2006). Ce facteur correctif, déjà discuté par Pharr et al. en 1992 (Pharr et al., 1992) sur la base des

²⁶ Intégrée à la plupart des nanoindenteurs. L'article original de Oliver et Pharr atteint 10000 citations en 2016 (base de données : SCI étendu)

travaux de King (King, 1987) a fait l'objet de très nombreuses discussions. Les calculs par élément finis montrent qu'en pratique $\beta \approx 1,05$ est souvent un choix pertinent (Oliver and Pharr, 2004). À la fin du 20^{ème} siècle, ces méthodes d'analyse de la courbe d'indentation basées sur la décharge élastique sont bien établies : celles de Doerner et Nix (Doerner and Nix, 1986), de Oliver et Pharr (Oliver and Pharr, 1992) ou encore de Field and Swain (Field and Swain, 1993) pour l'indentation sphérique. Elles permettent de déterminer un module et une dureté d'indentation uniquement à l'aide d'une courbe d'indentation charge-décharge. La mesure de l'empreinte n'est plus nécessaire, ce qui simplifie beaucoup la mesure, particulièrement lorsque les empreintes sont nanométriques. En contrepartie, l'exactitude de l'estimation de l'aire de contact est fondamentale et les hypothèses sont très fortes : échantillon homogène semi-infini, élastoplasticité classique, absence de frottement... et utiliser ces méthodes hors du cadre peut conduire à des erreurs importantes (Fischer-Cripps, 2006). Même dans le cadre de leur utilisation, elles ne fournissent qu'un module et une dureté, et en général ne permettent pas d'identifier une loi d'écrouissage, ni même d'extraire un seuil de plasticité et un coefficient d'écrouissage.

Les observations expérimentales sont parfois enrichies par l'addition d'une force oscillante de faible amplitude $F(t) = F_0 \sin \omega_0 t$ (Oliver and Pethica, 1989). La mesure de la raideur de contact en continu²⁷ donne accès à l'évolution du module et de la dureté d'indentation en fonction de la profondeur. Ces informations supplémentaires permettent également d'estimer des propriétés viscoélastiques (Loubet et al., 1995; Lucas et al., 1998; Syed Asif et al., 2001), comme un module de stockage et de dissipation, fonction de la fréquence des oscillations (1-100 Hz). Extraire de façon fiable des propriétés viscoélastiques/viscoplastiques intrinsèques au matériau testé s'avère complexe et de nombreuses questions demeurent (Herbert et al., 2008, 2009, 2015).

Les nombreuses restrictions de ces méthodes d'analyse des données de l'essai d'indentation pour l'extraction de propriétés inélastiques intrinsèques aux matériaux limitent fortement le champ d'application et sont sources d'erreurs d'interprétation. Les tentatives d'extension nécessitent souvent des coefficients d'ajustement obtenues à l'aide d'un modèle numérique de l'essai. Toutes ces restrictions ont fait du modèle numérique de l'essai et de son analyse inverse une alternative d'intérêt pour l'extraction des propriétés, l'identification du comportement et plus généralement la compréhension des mécanismes mis en jeu.

2.1.3.2. Début de l'approche basée sur l'inversion du modèle de l'essai d'indentation

L'extraction de propriétés d'un matériau par inversion d'un modèle numérique de l'essai nécessite avant tout d'élaborer le modèle de simulation (dit direct). L'inverse du modèle est ensuite exploré soit localement par des méthodes de minimisation souvent itératives (recalage de modèle numérique), soit de manière plus globale par la recherche d'une approximation (analytique ou numérique) de cet inverse. Dans l'approche d'inversion globale, le modèle numérique de l'essai est utilisé dans un premier temps pour construire une base de données en simulant un grand nombre d'essais dans une large gamme de valeurs de paramètres. L'approximation de l'inverse est recherchée dans un second temps à partir de la base de données obtenue.

Quelle que soit l'approche utilisée, un modèle paramétré et optimisé par rapport au temps de calcul est indispensable pour une exploration efficace de l'inverse. Or, même dans le cadre d'un

²⁷ CSM : Continuous Stiffness Measurement

échantillon homogène exhibant un comportement isotrope et élastoplastique avec un simple écrouissage, la simulation numérique de l'essai reste délicate. Ce problème, dit direct, cumule en effet de nombreuses et fortes non linéarités : comportement, contact et géométrie (Marteau et al., 2015). La difficulté est accentuée lorsque l'objectif est une analyse inverse du modèle car il faut assurer conjointement un temps de calcul raisonnable et une précision suffisante des sensibilités du modèle aux paramètres recherchés.

Les premières tentatives de simulations numériques de l'indentation élastoplastique utilisant la méthode des éléments finis datent des années 1970 avec des modèles 2D : indentation cylindrique (Dumas and Baronet, 1971) et sphérique (Hardy et al., 1971; Lee et al., 1972). L'objectif est alors principalement l'analyse des tests de dureté résiduelle mais on retrouve déjà à l'époque des comparaisons modèle-expérience de courbes d'indentation à l'échelle macroscopique (Figure 37).

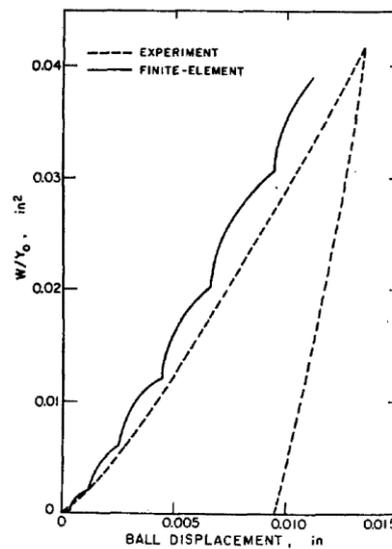


Figure 37 : Courbes d'indentation sphérique (Lee et al., 1972)

L'amélioration des algorithmes et des performances des calculateurs va permettre de simuler correctement l'essai dès les années 1980 avec des indenteurs à pointe sphérique ou conique/pyramidale (Neuder, 1980; Follansbee and Sinclair, 1984; Bourcier et al., 1985). Cela va permettre à Bhattacharya et Nix de confronter les résultats de simulations (2D) à des expériences (Bhattacharya and Nix, 1988). Ils confirment ainsi la possibilité de déterminer un module d'élasticité en utilisant la décharge comme l'ont proposé Doerner et Nix (Doerner and Nix, 1986) et ouvrent la voie à l'analyse inverse du modèle de la courbe d'indentation pour l'extraction de propriétés plastiques.

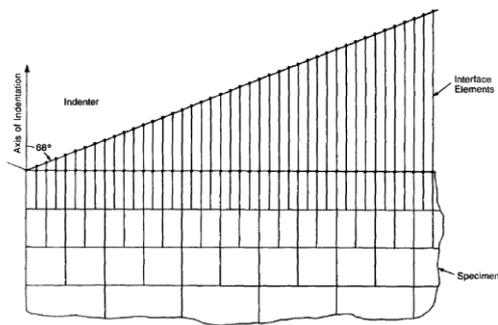
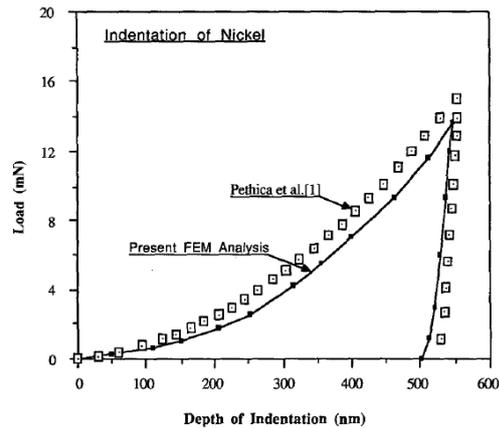


Fig. 2. Detailed pattern of mesh distribution near the indenter showing interface elements.

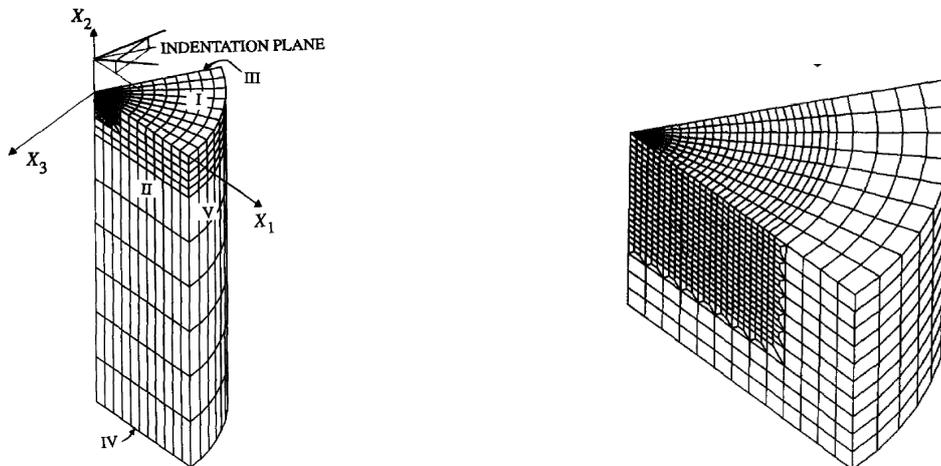
(a)



(b)

Figure 38 : (a) Détail du modèle EF 2D d'indentation conique (code : Abaqus),
(b) Courbes d'indentation numérique et expérimentale sur du Nickel. (Bhattacharya and Nix, 1988)

Les années 1990 marquent la poursuite des efforts concernant la modélisation 2D (Laursen and Simo, 1992) et le début des simulations élastoplastiques 3D : indentation Brinell (Hill et al., 1989; Storåkers and Larsson, 1994), Vickers et Berkovich (Wang and Bangert, 1993; Giannakopoulos et al., 1994; Larsson et al., 1996). Concernant l'indentation pyramidale, à quelques exceptions près – par ex : (Olaf and Scheer, 1993; Wang and Bangert, 1993), c'est le code Abaqus qui s'impose (Figure 39), et reste encore aujourd'hui le code EF le plus utilisé pour simuler l'essai.



(a)

(b)

Figure 39 : Maillage EF de l'indentation Berkovich, 10850 éléments Q8.
(a) vue générale. (b) détail de la région de contact (Larsson et al., 1996)

En 1997, en confrontant des résultats expérimentaux et numériques obtenus par simulation 3D (Abaqus), Giannakopoulos et Larsson concluent sur le problème inverse :

“Regarding the inverse problem, which is to find the mechanical properties from the indentation test, much remains to be done.”
(Giannakopoulos and Larsson, 1997)

Les premières et timides tentatives d'identification de paramètres élastoplastiques par analyse inverse de l'essai d'indentation continue datent de la fin des années 1990. On trouve des études 3D, et souvent 2D axisymétriques, beaucoup avec des indenteurs coniques 68° et 70,3° (Cheng and Cheng, 1998a; Lichinchi et al., 1998; Myers et al., 1998), et l'utilisation de loi d'écroutissage isotrope linéaire (Pelletier et al., 2000) et non linéaire (Cheng and Cheng, 1999; Giannakopoulos and Suresh, 1999; Venkatesh et al., 2000). Les études se focalisent à cette époque sur l'existence d'une solution au problème inverse qu'ils obtiennent par recalage du modèle de la courbe d'indentation élastoplastique.

L'année 1999 est une année importante dans le domaine de l'analyse inverse de la courbe d'indentation. Cheng et Cheng (Cheng and Cheng, 1999) émettent de sérieux doutes quant à la possibilité d'identifier une simple loi d'écroutissage de type puissance à l'aide d'une courbe d'indentation conique, doutes qu'ils expriment dans le titre même de leur article « *Can stress-strain relationships be obtained from indentation curves using conical and pyramidal indenters?* ». Quant à la conclusion de l'article, elle est prudente mais limpide :

“We have shown that the stress-strain relationships may not be uniquely determined from indentation loading and unloading curves obtained using a conical or pyramidal indenter.” (Cheng and Cheng, 1999).

Les auteurs basent leur conclusion sur une loi de comportement élastoplastique à écroutissage isotrope de type puissance qui sera beaucoup utilisée par la suite. Cette loi peut se formuler de façon simplifiée en contrainte-déformation uniaxiale ($\sigma - \varepsilon$) de traction sous la forme suivante :

$$\begin{cases} \sigma = E\varepsilon & \sigma < \sigma_Y \\ \sigma = \sigma_Y \left(\frac{E}{\sigma_Y}\right)^n \varepsilon^n & \sigma \geq \sigma_Y \end{cases} \quad (57)$$

Où E est le module de Young du matériau, σ_Y le seuil de plasticité initial et n le coefficient d'écroutissage. Pour même coefficient de Poisson ($\nu = 0,3$), l'étude illustre clairement (Figure 40) que des comportements très différents peuvent générer des courbes d'indentation conique quasiment indistinguables. Le problème inverse peut donc être mal posé, au moins localement.

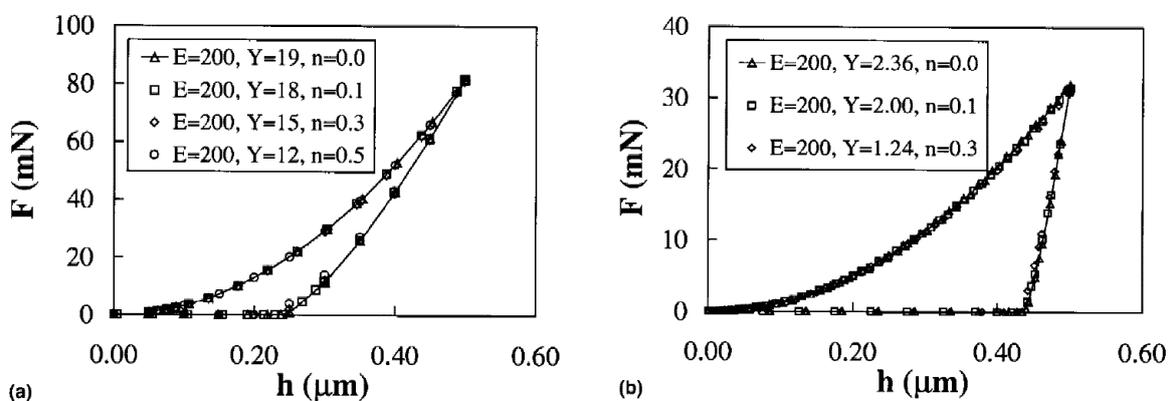


Figure 40 : Exemples de courbes d'indentation conique (68°) quasiment indistinguables. (Cheng and Cheng, 1999)
 (a) Comportement « fortement élastique » (Y/E grand), (b) Comportement « fortement plastique » (Y/E petit).
 $Y (= \sigma_Y)$ est le seuil de plasticité initial.

En 2001, Dao et al. (Dao et al., 2001) proposent une méthode pour déterminer les paramètres élastoplastiques par indentation conique ($70,3^\circ$), ils montrent cependant que dans une partie du domaine d'étude, il ne semble pas y avoir de solution unique (pour $\sigma_Y/E \geq 0,033$ et $n \geq 0,3$) et laissent de nombreuses questions en suspens en ce début de millénaire. La même année, certains auteurs évoquent le même type de difficultés pour l'identification des paramètres d'une simple loi élastoviscoplastique (Norton-Hoff) (Constantinescu and Tardieu, 2001).

C'est l'époque où, jeune maître de conférences, j'ai commencé à m'intéresser à l'analyse inverse de l'essai de nanoindentation en co-encadrant la thèse de Mounir Qasmi (2001-05).

2.2. Positionnement

Les performances des instruments ont techniquement énormément progressé ces dernières décennies. Il est actuellement possible d'appliquer des chargements très variés en termes d'histoire de chargement $P(t)$ et d'enfoncement $h(t)$ et d'effectuer les essais en température et humidité contrôlées dans une chambre environnementale. Un microscope à force atomique assure les mesures des topographies des empreintes nanométriques $Z(X, Y)$. Les données ainsi obtenues contiennent des informations sur le comportement et les propriétés des matériaux (plasticité, viscosité, anisotropie, endommagement, ...) et laissent espérer une meilleure compréhension des mécanismes à l'échelle submicrométrique.

Cependant, l'apparente simplicité des essais est contrebalancée par une extrême complexité d'analyse et d'interprétation des données obtenues, principalement liée à la difficulté de déconvoluer les effets du comportement du matériau de tous les autres : caractéristiques de l'indenteur (géométrie et élasticité), de la surface (rugosité), du substrat,

Mes travaux dans le domaine consistent précisément à maîtriser cette complexité d'analyse lorsque les matériaux sont non homogènes et/ou exhibent des comportements inélastiques, anisotropes et visqueux. Cette étape, indispensable à l'interprétation des mesures et une meilleure compréhension des mécanismes aux échelles micrométrique et submicrométrique, nécessite :

- des modèles de simulation numérique de l'essai intégrant des comportements plastiques, visqueux, anisotropes et à des échelles fines (ex. : plasticité cristalline à longueurs internes) permettant de converger vers les modèles issus de la physique des solides (ex : dynamique des dislocations),
- des méthodes quantifiant la richesse des observables (P, h, Z, \dots), afin de poser le problème inverse d'identification paramétrique de la meilleure façon possible,
- des logiciels maîtrisés d'analyse inverse assurant le dialogue modèle-expérience et l'exploitation optimale des possibilités de calcul.

Mes activités contribuent à développer ces trois points pour ensuite les mettre en œuvre afin d'étudier les matériaux, particulièrement en couches minces, et les relations propriétés-microstructure-procédé.

2.2.1. Activités de recherche dans le monde

2.2.1.1. Au niveau national

En France, la communauté se structure depuis 2009 autour de la commission thématique *Indentation* de la SF2M²⁸ animant le groupe GIME²⁹. Elle édite une lettre d'information (9^{ème} numéro de *l'Empreinte* en 2016) et organise un colloque *Indentation* tous les deux ans (6^{ème} édition à Lille en 2016). Une sélection de communications des colloques sont publiées dans des numéros spéciaux de *Matériaux & Techniques*. Une trentaine d'équipes françaises travaillant sur ou avec l'indentation est référencée (Figure 41).



Figure 41 : Équipes françaises travaillant sur ou avec l'indentation.
(Source : numéro 1 de *l'Empreinte*, lettre d'information GIME, 2011).

2.2.1.2. Au niveau international

Outre des sessions dans les congrès à thématique mécanique, on compte quelques congrès internationaux spécifiques qui s'inscrivent dans la durée, notamment :

- *Nanomechanical testing in materials research and development* (5^{ème} édition en 2015)
- *International Indentation Workshop (IIW)* (5^{ème} édition en 2015)

Il est à noter également, de 1998 à 2007, les 4 éditions de *Fundamentals of Nanoindentation and Nanotribology* qui ont laissé des actes très riches (*MRS Proceedings*) et quelques livres récents incontournables :

- *Nanoindentation* (Fischer-Cripps, 2011)
- *Handbook of Nanoindentation: With Biological Applications* (Oyen, 2011)
- *Applied Nanoindentation in Advanced Materials* (Tiwari, 2016)

²⁸ Société Française de Métallurgie et de Matériaux. Commission thématique indentation

²⁹ Groupe Indentation Multi- Échelles

D'autres ouvrages plus largement dédiés aux essais mécaniques micro/nano font souvent une large place à l'indentation, comme par exemple *Micro and nano mechanical testing of materials devices* (Yang et al., 2008). Les revues internationales ont édité quelques numéros spéciaux, notamment :

- JMR³⁰ (quatre numéros : 1999, 2004, 2009, 2012)
- JMBBM³¹ (un numéro en 2009 sur la caractérisation des matériaux biologiques)

Plusieurs articles proposent également un tour d'horizon du demi-siècle d'existence de l'indentation instrumentée et des difficultés actuelles, notamment :

- (Li and Bhushan, 2002) A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications. *Materials characterization* 48, 11–36
- (VanLandingham, 2003) Review of instrumented indentation. *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.* 108, 249–265
- (Fischer-Cripps, 2006) Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data. *Surface and Coatings Technology* 200, 4153 – 4165.
- (Gouldstone et al., 2007) Indentation across size scales and disciplines: Recent developments in experimentation and modeling. *Acta Materialia* 55, 4015–4039.
- (Golovin, 2008) Nanoindentation and mechanical properties of solids in submicrovolumes, thin near-surface layers, and films: A Review. *Physics of the Solid State* 50, 2205–2236.
- (Le Bourhis, 2008) Indentation mechanics and its application to thin film characterization. *Vacuum* 82, 1353–1359.
- (Lucca et al., 2010) Nanoindentation: Measuring methods and applications. *CIRP Annals - Manufacturing Technology* 59, 803 – 819.
- (Nemecek, 2012) Nanoindentation Based Analysis of Heterogeneous Structural Materials, in: Nemecek, J. (Ed.), *Nanoindentation in Materials Science*. InTech.
- (Gibson, 2014) A review of recent research on nanoindentation of polymer composites and their constituents. *Composites Science and Technology* 105, 51–65.

A l'échelle mondiale, le nombre d'équipes travaillant sur ou avec l'IIT est actuellement difficilement comptabilisable tant la technique s'est diffusée (Acton, 2012). La Figure 42 localise uniquement les équipes citées dans le paragraphe « contexte historique ».

³⁰ Journal of Materials Research. Dernier numéro spécial en 2012 (Kwon et al., 2012)

³¹ Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials. Numéro spécial en 2009 (Oyen and Taylor, 2009)



Figure 42 : Equipes citées dans le paragraphe « Contexte historique » travaillant sur la caractérisation mécanique par indentation.

- ☆ Instrumentation et Méthode Analytique
- Modèle EF de l'essai
- ◆ Méthode Inv. 1990-2000
- ▼ Méthode Inv. 2000->
- + DMA

2.2.2. Limitations des méthodes d'analyse des données

La détermination du module élastique et de la dureté d'indentation peut s'effectuer dans certains cas en utilisant des méthodes basées sur la théorie du contact. La plus connue est indiscutablement celle de Oliver et Pharr (Oliver and Pharr, 1992). Bien que très utiles pour obtenir des ordres de grandeur raisonnables, ces méthodes trouvent cependant rapidement leurs limites dès que le problème se complexifie. Pour exploiter pleinement les possibilités de mesure offertes par les instruments modernes (nanoindenteur, AFM, ...), les méthodes basées sur l'analyse inverse du modèle numérique de l'essai qui se sont développées à partir des années 1990, s'avèrent indispensables.

2.2.2.1. Méthodes analytiques

Les méthodes d'analyse de la courbe d'indentation basées sur la théorie du contact ne permettent d'obtenir des résultats quantitatifs que dans le cadre d'hypothèses très restrictives (Oliver and Pharr, 2004; Fischer-Cripps, 2006). De plus, certains coefficients d'ajustement paraissent un peu obscurs, comme par exemple le facteur β de l'équation (56) qui dépend en fait du comportement du matériau (Oliver and Pharr, 2004). En fonction de la géométrie du système échantillon-indenteur, des échelles d'observations (espace et temps), du comportement des matériaux et du contact, certaines des hypothèses sont plus ou moins réalistes : échantillon parfaitement plan, semi-infini, homogène, absence de frottement, élastoplasticité avec écrouissage, isotropie, absence de contraintes résiduelles issues du procédé d'élaboration,

Même pour certains matériaux homogènes, ces méthodes peuvent conduire à des résultats erronés, particulièrement lorsque le comportement s'éloigne de l'élastoplasticité isotrope avec écrouissage (Oliver and Pharr, 2004; Fischer-Cripps, 2006) et génèrent un bourrelet ou un enfoncement excessif (Figure 43).

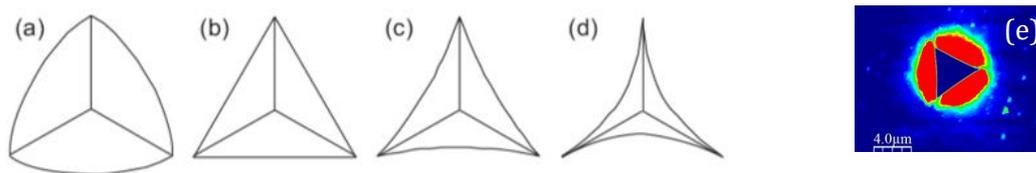


Figure 43 : Schématisation d'empreintes Berkovich avec différents degrés de pile-up et sink-in. (a) pile-up, (b) sans pile-up ni sink-in, (c) sink-in, (d) sink-in excessif (Hay, 2009), (e) topographie d'une empreinte Berkovich sur un nickel électrodéposé (Renner et al., 2016).

Le problème du bourrelet (pile-up) est connu depuis longtemps (Cheng and Cheng, 1998b), mais n'est souvent pas pris en compte car les corrections proposées nécessitent des mesures topographiques à l'échelle submicrométrique. Les erreurs provoquées peuvent pourtant être importantes. A titre d'exemple, pour un nickel électrodéposé dont la topographie d'empreinte est illustrée à la Figure 43, elles sont de l'ordre de 10% sur le module et de 20% sur la dureté (Renner et al., 2016). Si les méthodes analytiques d'analyse de la courbe d'indentation ont pour atout leur simplicité, elles ne permettent donc d'accéder qu'à un module et une dureté d'indentation, et uniquement dans le cadre d'hypothèses très restrictives. En se basant sur la notion de déformation représentative (Tabor, 1951; Ahn and Kwon, 2001) et de la contrainte correspondante, il est parfois possible d'accéder à des informations complémentaires sur l'écroutissage de matériaux métalliques³², mais le cadre est très restrictif et nécessite des coefficients d'ajustement obtenus à l'aide d'un modèle numérique de l'essai (Kim et al., 2006). Les résultats obtenus peuvent même s'avérer incohérents comme par exemple un module d'Young négatif causé par une raideur en décharge négative d'un échantillon au comportement visqueux (Figure 44).

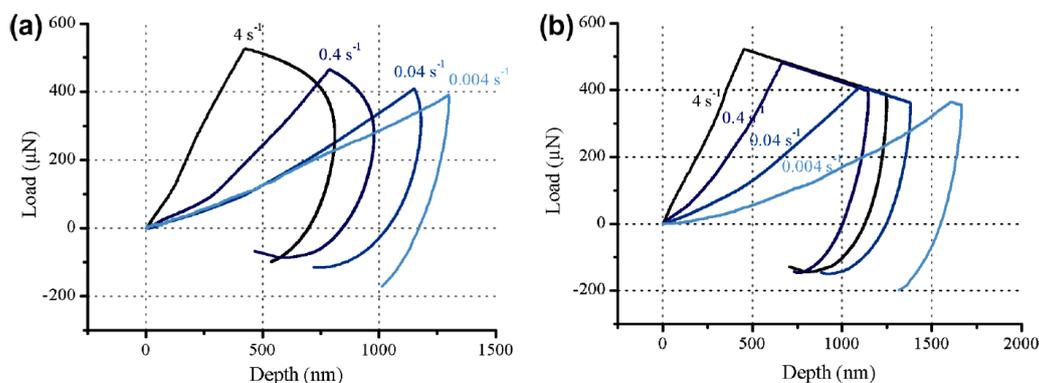


Figure 44 Courbes d'indentation pour différents ratios \dot{h}/h d'un mélange cire d'abeille/colophane. (a) sans temps de maintien (b) avec temps de maintien de 10 s. (Girard et al., 2014)

Le comportement viscoélastique linéaire du système pointe-échantillon peut être déterminé par recalage de modèles analogiques constitués de ressorts et d'amortisseurs (Yang et al., 2004; Liu et al., 2006; Schiffmann, 2006; Dub and Trunov, 2008). Des seuils peuvent également être intégrés dans le modèle du système à l'aide de patins (Oyen and Cook, 2003; Cook and Oyen, 2007; Mazeran

³² Norme ISO/TR 29381 publiée en 2008

et al., 2012). Cependant, extraire des propriétés inélastiques intrinsèques du matériau testé à partir du système s'avère problématique, même sous l'hypothèse de viscoélasticité linéaire (Herbert et al., 2008, 2009, 2015). De plus, si augmenter le nombre de paramètres dans le modèle analogue permet d'améliorer la corrélation modèle-expérience, cela conduit inévitablement à mal poser le problème.

Toutes ces limitations invitent à la prudence dès qu'il s'agit d'étudier des matériaux nouveaux au comportement inconnu, particulièrement ceux en couche minces qui cumulent les difficultés (contraintes résiduelles, textures cristallographiques fortes, microstructures spécifiques, effet du substrat, de la rugosité...). Si ce cadre n'est pas respecté, ce qui est généralement le cas lors de la caractérisation de nouveaux matériaux, l'analyse numérique s'avère indispensable.

2.2.2.2. Méthodes numériques

Afin d'améliorer la fiabilité de l'inversion ou la rendre simplement possible, les méthodes numériques d'analyses des données offrent la possibilité de prendre en compte les connaissances disponibles sur l'échantillon (épaisseur d'un film, hétérogénéité, anisotropie, viscosité, ...) et sur l'indenteur (défaut géométrique, élasticité, ...). Elles permettent également d'intégrer des sollicitations temporelles complexes et d'utiliser des données de différentes natures (force, déplacement, topographies, ...).

Outre la complexité technique de mise en œuvre de ces méthodes, la difficulté est la vérification de l'unicité et de la stabilité de la solution de l'inversion du modèle numérique de l'expérience. Cette difficulté s'avère majeure en indentation élastoplastique, même lorsque l'élasticité est connue préalablement. Cheng et Cheng l'ont clairement démontrée en 1999 : trois courbes d'écrouissage génèrent quasiment la même courbe d'indentation (Figure 45).

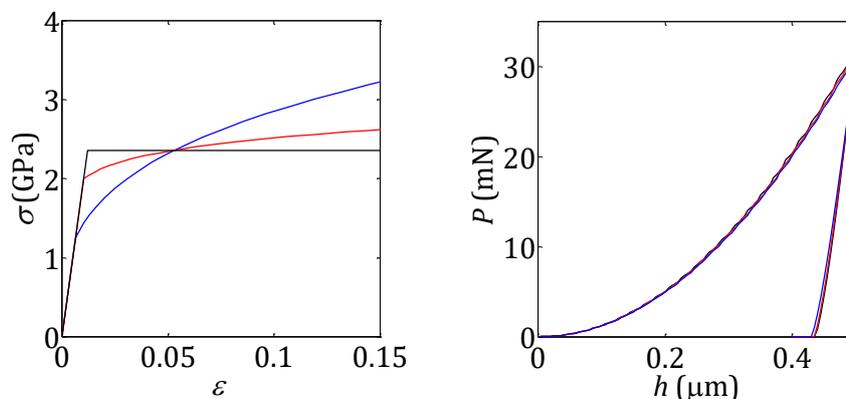


Figure 45 : Trois courbes d'écrouissage génèrent quasiment la même courbe d'indentation conique (68°). Comportement « fortement plastique » (σ_Y/E petit). (Cheng and Cheng, 1999)

De nombreux auteurs (Capehart and Cheng, 2003; Tho et al., 2004; Casals and Alcalá, 2005; Alkorta et al., 2005) confirment les années suivantes qu'il n'est généralement pas possible, à partir d'une courbe d'indentation conique, d'extraire deux paramètres plastiques d'une loi d'écrouissage de type puissance (limite élastique σ_Y et coefficient d'écrouissage n).

« It has been shown that it is not possible to calculate uniquely the mechanical properties from the indentation loading/unloading curves since different

materials can lead to the same indentation curves. This confirms the results obtained by other authors.” (Alkorta et al., 2005)

On retrouve dans la littérature des études intégrant un écrouissage plus complexe qu’une simple loi puissance : de type Armstrong-Frederick (Bolzon et al., 2004; Huber and Tsakmakis, 1999), voir de type Chaboche (Collin et al., 2009; Rauchs and Bardon, 2011). Les études qui se focalisent sur la fiabilité des solutions révèlent de grandes incertitudes sur certaines valeurs estimées. Il s’avère que la facilité de « fittage » de la courbe d’indentation cache en fait une extrême sensibilité aux erreurs expérimentales, comme l’a démontré Phadikar (Phadikar et al., 2013). Les auteurs qui tentent de comprendre ce problème d’unicité et de stabilité de la solution obtenue par analyse inverse se basent très majoritairement sur une simple loi d’écrouissage isotrope de type puissance que l’on retrouve sous différentes formes (Hollomon, Ludwik, Swift, Ramberg-Osgood). Quand elle n’est pas caractérisée point par point, la courbe d’indentation l’est généralement par sa courbure en charge C , la raideur de contact en décharge S , son ratio h_r/h_m , sa fraction d’énergie dissipée W_p/W_t (Figure 35), ou par des coefficients d’une forme analytique de la courbe de charge (Nayebi et al., 2002). Certains auteurs recherchent une solution locale au problème inverse par recalage du modèle de la courbe d’indentation, d’autres construisent numériquement l’inverse du modèle de la courbe par réseaux de neurones, d’autres se basent sur l’analyse dimensionnelle (Buckingham, 1914) appliquée à l’indentation (Cheng and Cheng, 1998a) pour formuler autant d’équations indépendantes que de paramètres à identifier (Dao et al., 2001; Cao and Lu, 2004a; Zhao et al., 2006). Cette dernière approche est séduisante, particulièrement pour l’indentation conique et pyramidale car elle exploite « l’autosimilarité³³ » de la pointe (Figure 46), mais la formulation d’équations indépendantes les unes des autres s’avère délicate.

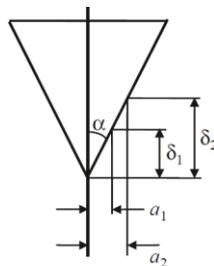


Figure 46 : « Autosimilarité » d’une pointe conique : $a_1/\delta_1 = a_2/\delta_2$. (Fischer-Cripps, 2011)

Afin d’enrichir les données expérimentales, la communauté s’accorde depuis longtemps sur l’intérêt d’exploiter plusieurs géométries d’indenteur (Tabor, 1951; Atkins and Tabor, 1965). De nombreuses études basées sur cette approche ont conclu plus ou moins explicitement qu’il était possible d’identifier une loi d’écrouissage (Futakawa et al., 2001; Bucaille et al., 2003; Chollacoop et al., 2003; DiCarlo et al., 2003; Cao and Lu, 2004b; Swaddiwudhipong et al., 2005; Luo and Lin, 2007; Lan and Venkatesh, 2007; Le, 2008, 2009). Cette approche multi-indenteurs s’avère complexe du point de vue expérimental car le changement de pointe est une opération souvent délicate, mais elle améliore généralement la robustesse des méthodes d’identification (Chen and

³³ Objet qui conserve sa forme, quelle que soit l’échelle à laquelle on l’observe (self-similarity)

Cai, 2016). Cependant en 2007, un problème fondamental est soulevé par Chen et al. (Chen et al., 2007; Liu et al., 2009). Ils montrent que certains matériaux (mystical materials), mènent aux mêmes courbes d'indentations coniques, et ce même pour des angles différents (Figure 47).

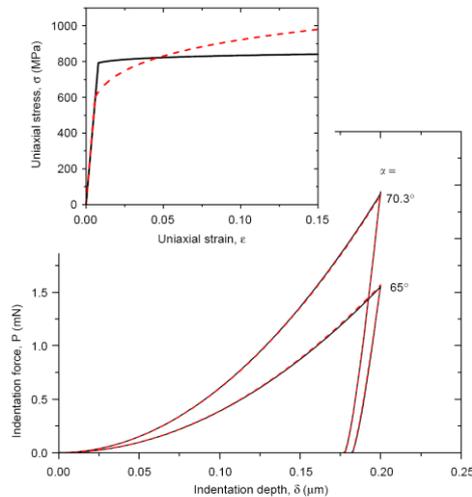


Figure 47 : Courbes d'indentation coniques pour une paire de matériaux « mystiques ». Les deux matériaux génèrent les deux mêmes courbes d'indentation. (Chen et al., 2007)

Ce résultat illustre le fait que la vérification de l'identifiabilité paramétrique devrait être systématique :

“Although indentation tests have been long used to measure the elastoplastic properties of engineering materials, a systematic study on the uniqueness of indentation analysis, i.e. on the possible existence of the one-to-one correspondence between the indentation load displacement curves, material parameters, and indenter geometries, is still lacking.” (Chen et al., 2007)

Si la forme sphérique du pénétrateur permet d'améliorer la fiabilité de l'extraction, l'inversion reste cependant délicate (Ogasawara et al., 2009; Moussa et al., 2013, 2014). Quelles que soient les approches utilisées pour extraire des propriétés plastiques des matériaux à partir d'une courbe d'indentation, elles conduisent toutes à un problème mal posé :

“Until now, to the best of our knowledge, there is no effective method to extract the unique material properties from one indentation response.” (Ma et al., 2012)

Il faut cependant garder à l'esprit les nombreuses hypothèses qui ont conduit à ce constat, notamment celles d'un échantillon homogène semi-infini, de la parfaite définition géométrique de la pointe ou encore celle de son indéformabilité. Il a en effet été montré récemment que toutes ces hypothèses peuvent augmenter l'instabilité des solutions obtenues (Pac et al., 2014). Devant les difficultés rencontrées dans l'analyse des courbes d'indentation et le progrès des dispositifs de mesure, l'idée d'exploiter la topographie des empreintes est progressivement

redevvenue une préoccupation au cours des années 2000 (Bolzon et al., 2004; Bocciarelli et al., 2005; Buljak and Maier, 2011; Marteau et al., 2014; Schwiedrzik and Zysset, 2015; Wang et al., 2016; Meng et al., 2017). Le contenu informatif d'une topographie d'empreinte s'avère plus riche que celui d'une courbe d'indentation élastoplastique sphéroconique, ce qui est illustré à la Figure 48 par une convexité plus grande de la fonction coût élaborée avec ces données (Bolzon et al., 2011).

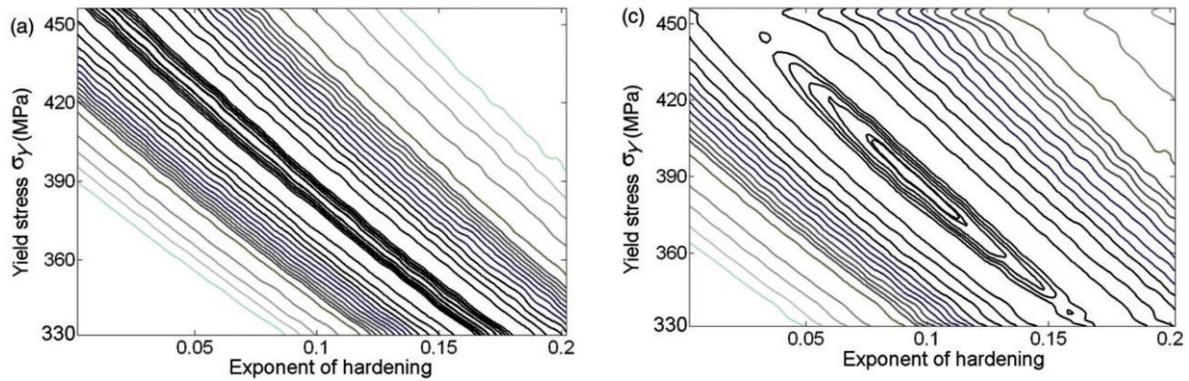


Figure 48 : Convexité de la fonction coût en fonction des 2 paramètres plastiques définis) à partir (a) de la courbe d'indentation sphéroconique, (c) du profil résiduel. (Bolzon et al., 2011)

Ces topographies résiduelles sont donc des données à fort potentiel pour l'analyse de l'anisotropie plastique et la compréhension des mécanismes à l'échelle du cristal (Van Groenou and Kadijk, 1989; Khan et al., 1992; Stelmashenko et al., 1993; Luo et al., 2007). Elles sont même parfois considérées comme de véritables empreintes digitales des mécanismes de plasticité :

pile-up distribution around an indentation imprint performed on a single crystal strongly depends on the indented crystal orientation and "can be used as a fingerprint of the underlying crystal deformation processes"
(Zambaldi and Raabe, 2010).

La Figure 49 illustre le potentiel informatif des empreintes pour la compréhension des mécanismes de plasticité anisotropes à l'échelle d'un cristal CFC. Elle représente les topographies mesurées par microscope à force atomique (AFM) issues de cinq essais de nanoindentation Berkovich selon différentes orientations relatives indenteur/cristal de Nickel. Les topographies des empreintes diffèrent fortement en fonction de l'orientation relative indenteur/cristal et reflètent les interactions entre la symétrie de l'indenteur Berkovich et celle du cristal. Par exemple lorsque le comportement de l'échantillon est isotrope comme pour un Nickel électrodéposé, la symétrie de l'indenteur se retrouve dans les topographies des empreintes (Figure 43e).

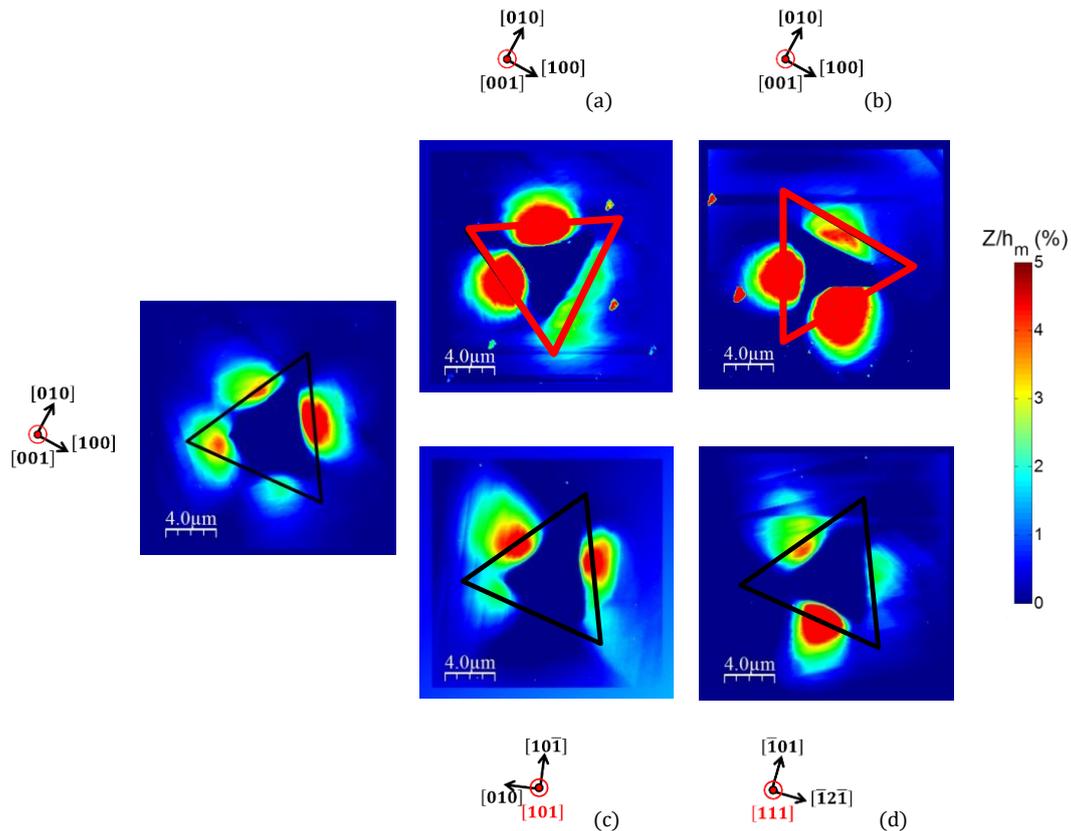


Figure 49 : Effet de l'orientation de l'indenteur (a et b) et de l'orientation du cristal CFC (c et d) sur les topographies résiduelles Z (normées par rapport à la profondeur max h_m). Mesures AFM obtenues après nanoindentation Berkovich sur du Nickel recuit. L'orientation azimutale de l'indenteur est illustrée par le triangle. (Renner et al., 2016)

Que des données exploitées soit de type position (topographies), force ou déplacement (courbe d'indentation), la communauté n'utilisant pas d'indicateur permettant de quantifier « simplement » la richesse de ces observations diverses, la comparaison des résultats obtenus dans différents travaux est délicate. En 2013, des indices d'identifiabilité basés sur le conditionnement du problème inverse sont proposés : Richard et al. (Richard et al., 2013) pour l'indentation sphérique viscoélastique et Phadikar et al. (Phadikar et al., 2013) pour l'indentation conique élastoplastique. Ces indices quantifient clairement la sensibilité des solutions aux données mesurées par indentation continue. Phadikar et al. démontrent ainsi l'instabilité des propriétés élastoplastiques estimées par l'approche multi-indenteurs au-delà de 5% d'erreur sur les données de la courbe d'indentation. Ils confirment également que la non-unicité des valeurs est une conséquence de cette instabilité :

“it is clear that non-uniqueness is an extreme case of sensitivity for experimental errors.” (Phadikar et al., 2013)

Disposer d'un indicateur d'identifiabilité similaire pour des données de nature différentes (topographie), voire d'un seuil d'acceptabilité, permettrait une comparaison des études entre elles et serait un guide précieux pour la conception d'une expérience assurant une solution stable : choix des géométries de pointes à utiliser dans une approche multi-indenteurs, choix des

sollicitations temporelles pour l'extraction de propriétés visqueuses, choix des orientations relatives indenteur/cristal pour l'identification des interactions entre les dislocations :

“Above all, there may be enough information in measures topographies to estimate some components of the interaction matrix.” (Renner et al., 2016)

2.2.3. Stratégie d'amélioration

Quand j'ai commencé à travailler sur l'analyse de la courbe d'indentation en 2000, le Laboratoire de Mécanique Appliquée Raymond Chaléat³⁴ (LMARC) venait tout juste d'acquérir un nanoindenteur (Ils Nano Instruments). La nanoindentation était une technique nouvelle pour nous, tant du point de vue expérimental que numérique, tout était à apprendre.

Tandis que Patrick Delobelle prenait en main le côté expérimental, la nécessité d'utiliser la simulation numérique pour exploiter les données obtenues s'est tout de suite imposée. J'ai donc élaboré des modèles de simulation numérique. En l'absence de solutions analytiques, les différents modèles EF ont permis des validations croisées et une évaluation des capacités des solveurs d'une part à surmonter les difficultés numériques et d'autre part à simuler l'essai en un temps de calcul acceptable pour envisager une analyse inverse.

L'analyse inverse s'est dans un premier temps limitée à la recherche d'une solution par recalage des modèles numériques, puis les problèmes d'unicité et de stabilité des propriétés obtenues m'ont amené à travailler à l'élaboration d'indices d'identifiabilité paramétrique capables de quantifier le caractère plus ou moins bien posé du problème inverse et ainsi guider la conception des essais à effectuer pour obtenir une solution fiable.

2.2.3.1. Modèles de simulation de l'essai

En 2000, alors que certaines équipes maîtrisaient déjà les modèles d'indentation et confrontaient les simulations numériques et observations expérimentales depuis plus de 10 ans (A.K. Bhattacharya and Nix, 1988), nous partions de peu de chose. J'ai élaboré des modèles de simulation 2D-axisymétrique et 3D pour différentes configurations d'échantillon (homogène, à gradient, multicouches, ...), d'indenteur (sphérique, conique, Berkovich), de comportement (isotrope, anisotrope, élastique, élastoplastique, viscoélastique, ...) et testé les différents solveurs EF disponibles au laboratoire (Ansys, Lsdyna, Cast3m). On retrouve ces différents modèles optimisés pour le recalage dans les thèses que j'ai co-encadrées : Mounir Qasmi (Qasmi, 2005) et Mylène Villars (Villars, 2011) et les publications associées à ces thèses.

Le modèle 2D-axisymétrique élaboré sous le code Lsdyna (Figure 50) est le premier modèle que j'ai utilisé dans un algorithme de recalage. La méthode d'intégration explicite du code permettait de résoudre les difficultés liées aux fortes non linéarités qui se traduisaient parfois par une impossibilité de convergence lors de l'utilisation d'une méthode d'intégration implicite. C'est ce modèle qui a permis d'obtenir les premiers résultats marquants de la thèse de Mounir Qasmi (2004). La première publication date de 2004 et concerne l'étude par nanoindentation du gradient

³⁴ Depuis 2008 Département Mécanique Appliquée de l'institut FEMTO-ST

de propriétés viscoélastiques d'un polypropylène modifié soit par implantation ionique, soit par irradiation électronique [ACL04](Qasmi et al., 2004). La Figure 50 illustre le maillage et la forme du gradient de propriétés viscoélastiques pris en compte dans le modèle.

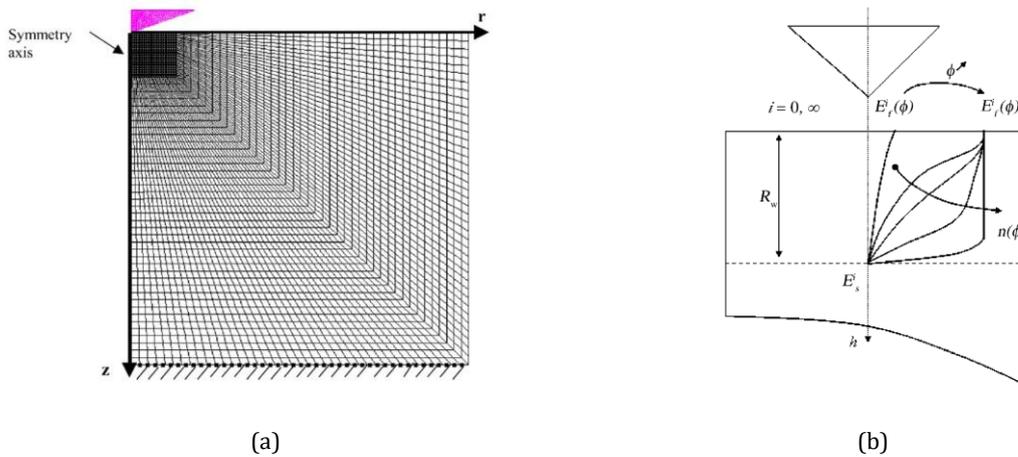


Figure 50 : (a) Maillage EF et conditions aux limites (b) Forme du gradient de propriétés viscoélastiques. E^0 et E^∞ modules instantané et relaxé (s : substrat, f : film). ϕ est la fluence et R_w l'épaisseur modifiée par le traitement. n définit la forme du gradient. (Qasmi et al., 2004)

La deuxième publication, parue en 2006, concerne l'étude de l'effet des contraintes résiduelles sur la courbe d'indentation élastoplastique et sur la détermination du module d'Young par la méthode de Oliver et Pharr. Le matériau considéré est une couche mince de tungstène déposée par pulvérisation cathodique magnétron sur un substrat SiO_2/Si [ACL05](Qasmi et al., 2006). La Figure 51 illustre le maillage considéré.

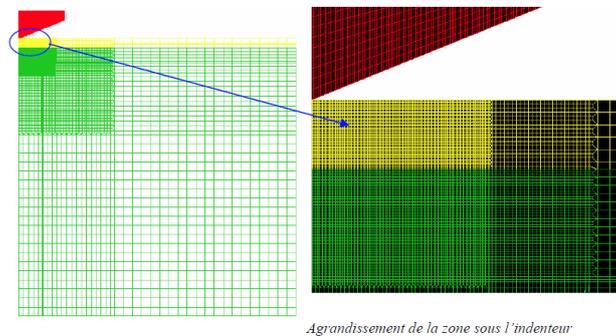


Figure 51 : Maillage 2D du système indenteur-échantillon (Lsdyna). Configuration couche mince. (Qasmi, 2005)

Les progrès du code Ansys dans les algorithmes de contact ont permis, peu de temps après, de l'utiliser également dans une boucle d'optimisation. Sa plus grande facilité d'utilisation, son langage paramétrique (APDL), son utilisation dans les formations locales (UFC et ENSMM) et par d'autres collègues chercheurs ont fait du modèle développé sous Ansys la base utilisée pour la majorité des analyses inverses depuis maintenant 10 ans. C'est notamment le cas dans la thèse de Mylène Villars (Villars, 2011) pour l'étude de l'effet de l'arthrose sur les propriétés viscoélastiques du cartilage fémoral humain par microindentation sphérique (Figure 52), publiée en 2013 [ACL09].

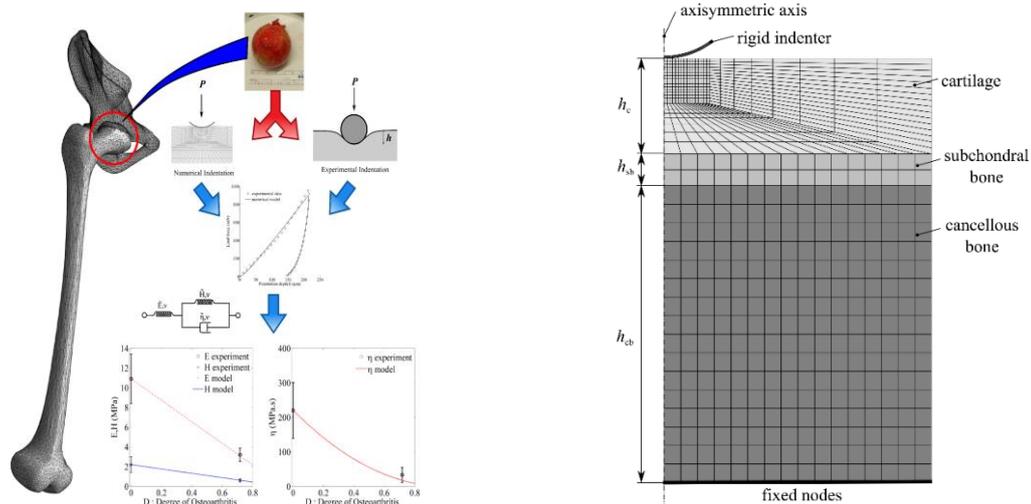


Figure 52 : Caractérisation viscoélastique du cartilage fémoral par microindentation sphérique. Positionnement du modèle EF dans la procédure d'identification des propriétés et maillage 2D de l'échantillon. (Richard et al., 2013)

Ce modèle a également été utilisé dans l'étude publiée en 2014 [ACL11] (Pac et al., 2014) de l'effet de la teneur en aluminium sur le seuil de plasticité et l'écroûssage du $Ti_{(1-x)}Al_xN$ en couche mince. Il l'est encore actuellement dans le cadre de l'exploration de l'identifiabilité de propriétés viscoélastiques-viscoplastiques (master et thèse Mohamed Cheick Barick, 2016-19).

Concernant le modèle 3D de l'essai d'indentation Berkovich, le tout premier que j'ai élaboré au début des années 2000 a permis de vérifier pour les comportements étudiés la pertinence de l'équivalence 2D-axisymétrique (Lichinchi et al., 1998; Swaddiwudhipong et al., 2006) et le faible effet du coefficient de frottement pour ce type de pointe (Harsono et al., 2008). Les moyens de calcul disponibles au laboratoire ne permettaient pas à l'époque une exploration de l'inverse de ce modèle. Ce modèle 3D (Figure 53) a ensuite servi à étudier l'effet de l'anisotropie élastique du matériau et de la géométrie de l'indenteur sur les différents champs obtenus et sur la courbe d'indentation élastique. La Figure 53 illustre l'effet de la géométrie de l'indenteur sur le champ de déplacement de la surface d'un même échantillon élastique anisotrope.

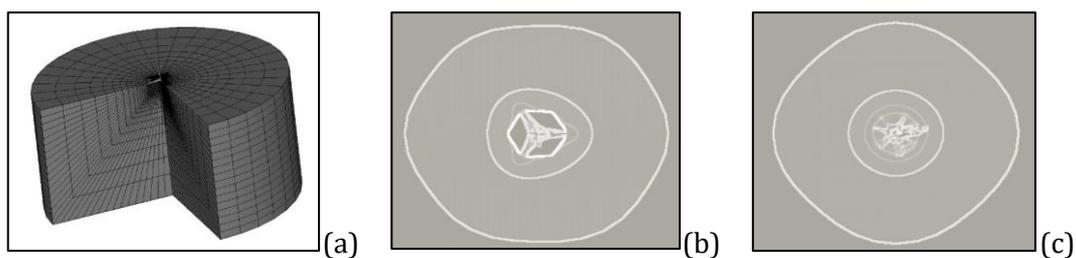


Figure 53 : (a) Vue du maillage EF 3D. Forme du champ de déplacement élastique de la surface de l'échantillon pour un cristal CFC (nickel) avec deux géométries d'indenteur : (b) Berkovich (c) conique. (Master de Samir Dali, 2010)

Il nous a été possible de valider les formulations analytiques approchées que nous avons proposées pour estimer les modules d'indentation des cristaux à symétrie cubique et hexagonale (Delobelle et al., 2011). Ce modèle a également servi de base pour une validation croisée d'un modèle d'indentation élastoplastique sous le code ZéBuLon (master d'Émile Renner, 2012), puis d'un modèle intégrant la plasticité cristalline (Renner, 2016) pour une analyse fine des résultats de nanoindentation (Figure 54).

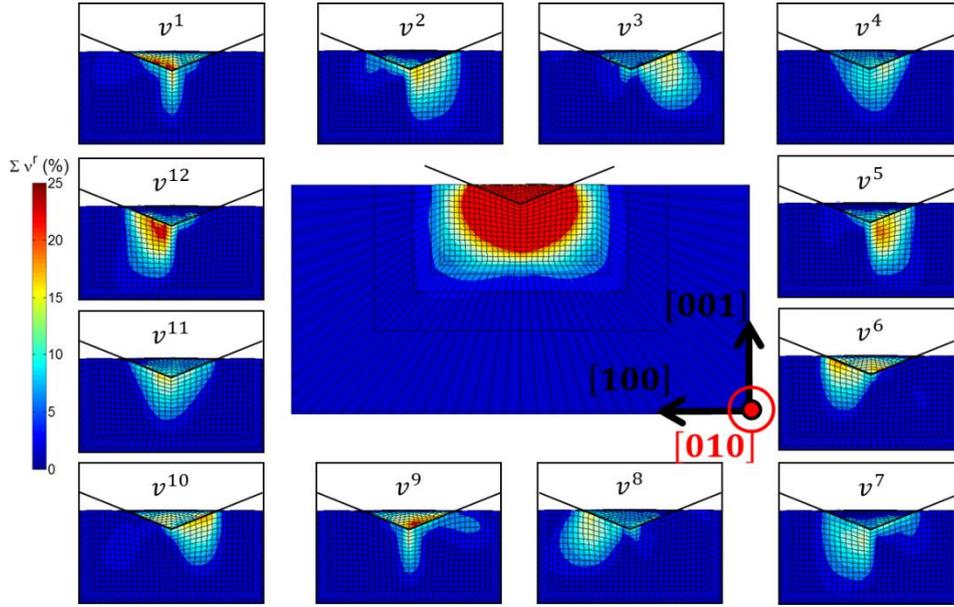


Figure 54 : Champs des déformations plastiques dans les 12 systèmes de glissement lors d'une indentation Berkovich d'un cristal CFC. (Renner, 2016)

2.2.3.2. Identifiabilité paramétrique en indentation

Les problèmes d'unicité et de stabilité des propriétés obtenues par recalage des modèles de simulation de l'essai m'ont amené à travailler à l'élaboration d'indices d'identifiabilité paramétrique capables de quantifier le caractère plus ou moins bien posé du problème inverse. En 2013, un indice scalaire I mesurant la richesse du contenu informatif des données $P(t) - h(t)$ prises en compte pour l'identification du tout ou partie des paramètres de la loi de comportement du matériau est proposée pour l'indentation sphérique continue viscoélastique (Richard et al., 2013), puis en 2014 pour la nanoindentation conique élastoplastique (Pac et al., 2014). A l'instar de celui proposé en 2013 par Phadikar et al. (Phadikar et al., 2013) pour l'approche multi-indentateurs en élastoplasticité. Ces indices d'identifiabilité donnent une mesure du conditionnement du problème inverse lorsque les données utilisées sont des courbes d'indentation.

La formulation actuelle de l'indice I , basée sur la formule (38), est utilisable pour tous les comportements anisotropes dépendants du temps et permet de prendre en compte simultanément non seulement plusieurs courbes d'indentation, mais également plusieurs topographies d'empreintes. Les coefficients du pseudo-hessien adimensionnel \bar{H} pour le calcul de l'indice I s'écrivent sous de la forme :

$$\bar{H}_{ij} = \frac{\theta_i \theta_j}{NM} \sum_{e=1}^{N_{ind}} \left[\frac{M}{(P_{max}^e)^2} \sum_{n=1}^N \frac{\partial P_n^e}{\partial \theta_i} \frac{\partial P_n^e}{\partial \theta_j} + \frac{M}{(h_{max}^e)^2} \sum_{n=1}^N \frac{\partial h_n^e}{\partial \theta_i} \frac{\partial h_n^e}{\partial \theta_j} + \frac{N}{(Z_{max}^e)^2} \sum_{m=1}^M \left(\frac{\partial Z_m^e}{\partial \theta_i} \frac{\partial Z_m^e}{\partial \theta_j} \right) \right] \quad (58)$$

Il peut prendre en compte, simultanément ou non, N_{ind} courbes d'indentation $P(t) - h(t)$ et topographies d'empreintes $Z(X, Y)$ caractérisées respectivement par N mesures temporelles t_n et M mesures spatiales XY_m .

Cet indice a permis tout récemment une première analyse de la richesse du contenu informatif des topographies d'empreintes Berkovich pour l'extraction des 9 paramètres pilotant la plasticité à l'échelle d'un cristal de nickel CFC, notamment ceux qui définissent la matrice d'interaction des dislocations (Renner, 2016). Le Tableau 5 indique les valeurs de l'indice I (bornes mini et maxi) pour un jeu de paramètres $\theta = {}^T(\theta_1, \dots, \theta_9)$ pour toutes les combinaisons paramétriques possibles en fonction des données prises en compte dans le calcul de \bar{H} de l'équation (58) :

- P^1 : courbe d'indentation dans la direction d'indentation [101]
- Z^1, Z^2, Z^3 : topographies d'empreintes obtenues pour les directions d'indentation [101], [100] et [111]

Pour rappel, plus l'indice I est faible, meilleure est le conditionnement (voir chapitre 1, § 1.2.3.3). Une valeur inférieure à 2 peut être considérée acceptable et une valeur supérieure à 3 ne permet pas l'identification.

Tableau 5 : Indice d'identifiabilité I en fonction du nombre de paramètres et des données prises en compte. $I < 2$: bon conditionnement (vert). $I > 3$: non identifiable (rouge).

Nombre de paramètres	I_{P^1} [min; max]	I_{Z^1} [min; max]	$I_{Z^1+Z^2}$ [min; max]	$I_{Z^1+Z^2+Z^3}$ [min; max]
2	[0,1; 2,9]	[0,3; 2,4]	[0,2; 2,0]	[0,2; 1,2]
3	[1,1; 5,5]	[1,3; 3,1]	[0,5; 2,3]	[0,4; 1,6]
4	> 6	[2,1; 3,4]	[1,2; 2,3]	[0,7; 1,8]
5	> 6	[2,3; 3,5]	[1,4; 2,4]	[1,0; 1,9]
6	> 6	[2,7; 3,5]	[1,8; 2,4]	[1,2; 1,9]
7	> 6	[3,1; 3,5]	[1,9; 2,4]	[1,5; 2,0]
8	> 6	[3,3; 3,5]	[2,1; 2,4]	[1,9; 2,0]
9	> 6	3,6	2,4	2,1

On quantifie ici clairement la pauvreté de l'information contenue dans la courbe d'indentation (P^1) qui ne permet pas d'assurer l'identification de certains couples de paramètres ($\max I_{P^1} = 2,9$ pour 2 paramètres), problème résolu dès que deux topographies (Z^1 et Z^2) sont prises en compte simultanément ($\max I_{Z^1+Z^2} = 2,0$ pour 2 paramètres). La prise en compte simultanée des trois topographies (Z^1, Z^2 et Z^3) permet de conditionner correctement le problème jusqu'à 8 paramètres recherchés ($\max I_{Z^1+Z^2+Z^3} = 2,0$ pour 8 paramètres). Reste à trouver une quatrième topographie afin d'espérer identifier les 9 paramètres et à explorer le caractère global de ce résultat en faisant les mêmes calculs pour d'autres valeurs de θ .

2.3. Résultats significatifs

Une sélection de cinq publications dans le domaine de l'indentation clôt ce chapitre :

- **[ACL04]** (Qasmi et al., 2004)
Gradient de propriétés viscoélastiques d'un polymère,
Progress in Organic Coating, 2004
- **[ACL05]** (Qasmi et al., 2006)
Effet des contraintes résiduelles sur la détermination du module
d'Young, *Surface and coatings technology*, 2006
- **[ACL09]** (Richard et al., 2013)
Viscoélasticité du cartilage fémoral humain normal et arthrosique,
Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 2013
- **[ACL11]** (Pac et al., 2014)
Influence de la teneur en aluminium sur les propriétés plastiques du
TiAlN, *Thin Solid Films*, 2014
- **[ACL12]** (Renner et al., 2016)
Sensibilité des empreintes Berkovich à la plasticité d'un cristal CFC,
International Journal of Plasticity, 2016



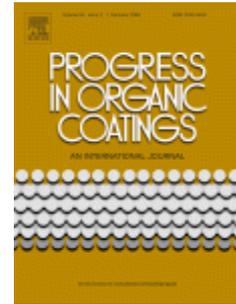
La Figure 55 illustre la localisation géographique des équipes de recherches ayant cité ces publications.



Figure 55 : Localisation des équipes de recherche ayant cité ces cinq publications.

2.3.1. Gradient de propriétés viscoélastiques d'un polymère

[ACL04] M. Qasmi, P. Delobelle, F. Richard, C. Brun, and M. Fromm, "Viscoelastic mechanical properties determined by nanoindentation tests and its numerical modelling of polypropylene modified by He+ particle implantation and e(-) irradiation", *Progress in Organic Coatings*, vol. 51, no. 3, pp. 195–204, 2004.



Cet article de 2004 est ma première publication dans le domaine de l'analyse inverse de l'essai de nanoindentation. Les résultats concernent non seulement l'identification des paramètres d'une loi viscoélastique, mais aussi les paramètres définissant le champ de ces paramètres en fonction de la fluence. C'est la première publication de la première thèse que j'ai co-encadré (M. Qasmi, 2005). Une publication toujours d'actualité.

Exemples de citations :

- Girard, M., Gaillard, Y., Burr, A., Darque-Ceretti, E., Felder, E., 2014. Nanoindentation of bio-sourced adhesive 75% rosin/25% beeswax: Experimental results and modelisation. *Mechanics of Materials* 69, 185–194.

"This kind of material necessitates taking into account plasticity laws to describe fully their behaviour under nanoindentation. In this aim, numerous authors have shown that coupling experiment with finite element simulation and inverse analysis is a very powerful method in order to assess plasticity parameters but also viscous and adhesive properties (Qian et al., 2008; Qasmi et al., 2004; Keerthika et al., 2009)."

- Powles, R.C., McKenzie, D.R., Meure, S.J., Swain, M.V., James, N.L., 2007. Nanoindentation response of PEEK modified by mesh-assisted plasma immersion ion implantation. *Surface and Coatings Technology* 201, 7961–7969.

"Studies of the changes in hardness, elastic modulus and wear resistance induced by beamline ion implantation have been performed on ultra high molecular weight polyethylene (UHMWPE) [2,3], polypropylene [4], polymethyl methacrylate (PMMA) [5], tefzel [6], polycarbonate [7], PTFE [8] and polyethersulfone [9]"

2.3.2. Effet des contraintes résiduelles sur la détermination du module d'Young

[ACL05] M. Qasmi, P. Delobelle, F. Richard, and A. Bosseboeuf, "Effect of the residual stress on the determination through nanoindentation technique of the Young's modulus of W thin film deposit on SiO₂/Si substrate", *Surface and coatings technology*, vol. 200, no. 14, pp. 4185–4194, 2006.



Cet article de 2006 condense une partie des résultats de la thèse de Mounir Qasmi (premier doctorant co-encadré). Ces résultats ont contribué à enrichir les connaissances dans le domaine de la détermination par nanoindentation des propriétés mécaniques des films minces en présence de contraintes résiduelles issues du procédé d'élaboration.

Dix ans après la publication de cet article, il reste trois résultats importants :

- Les contraintes résiduelles générées lors du procédé d'élaboration d'une couche mince (ici tungstène sur substrat SiO₂/Si) provoquent sur les mesures standards du module d'indentation une surestimation en compression et une sous-estimation en tension (Fig. 3 de l'article). Ce résultat expérimental est cité en tant que tel dans des articles dédiés à la caractérisation des couches minces (Huang and Pelegri, 2006).
- Dans le récent état de l'art « *Measurement of Residual Stresses Using Nanoindentation Method* », Zhu et al. (Zhu et al., 2014) citent cette publication en tant qu'article de référence ayant montré numériquement que les contraintes résiduelles affectent significativement la courbe d'indentation (Fig. 6 de l'article) : « *The residual stresses significantly affect load-depth curves. For a fixed penetration depth, the loading curves for compressive stresses are higher than those for stress-free state, and conversely for tensile stresses* ».
- A l'aide d'une analyse basée sur le modèle de Suresh (Suresh and Giannakopoulos, 1998), on montre qu'il est possible d'estimer les contraintes résiduelles. Une analyse inverse a permis une estimation de la limite d'élasticité initiale et du niveau de saturation de l'érouissage (loi exponentielle) de la couche de tungstène. Même si ces données restent imprécises du fait de la présence probable d'un gradient de propriétés non considéré dans l'analyse, elles ont le mérite d'exister et sont peut-être encore actuellement les seules disponibles, comme semble le confirmer un état de l'art relativement récent (Pantano et al., 2012) « *Mechanical characterization of materials at small length scales* » qui cite cette publication.

2.3.3. Viscoélasticité du cartilage fémoral humain normal et arthrosique

[ACL09] F. Richard, M. Villars, and S. Thibaud, “Viscoelastic modeling and quantitative experimental characterization of normal and osteoarthritic human articular cartilage using indentation”, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, vol. 24, pp. 41–52, Aug. 2013.



Cette publication finalise le travail effectué par Mylène Villars (formation STAPS) pendant sa thèse dans le domaine de l'extraction des propriétés viscoélastiques du cartilage humain par indentation sphérique, une thèse transdisciplinaire que j'ai co-dirigée avec Sébastien Thibaud. Au final, des résultats extrêmement rares, sur du cartilage humain testé dans la journée grâce à une proximité avec le CHU de Besançon et l'identification du comportement en fonction du degré d'arthrose.

Cette publication génère un intérêt certain et pour des raisons multiples : les propriétés du cartilage obtenues, la méthode d'extraction de ces propriétés, l'indice d'identifiabilité proposé pour quantifier la richesse des données et l'outil numérique dédié au recalage du modèle.

Exemples de citations :

- Mäkelä, J.T.A., Korhonen, R.K., 2016. Highly nonlinear stress-relaxation response of articular cartilage in indentation: Importance of collagen nonlinearity. *Journal of Biomechanics* 49, 1734–1741.

“This was expected as the viscoelasticity and non linearity of the collagen fibers and strain-dependency of the permeability are typical characteristics of articular cartilage (DiSilvestro and Suh, 2001; Mow and Hayes, 1991; Pierce et al., 2015; Richard et al., 2013; vanderVoet, 1997; Wilson et al., 2004, 2005b)”

- Moshtagh, P.R., Pouran, B., van Tiel, J., Rauker, J., Zuiddam, M.R., Arbabi, V., Korthagen, N.M., Weinans, H., Zadpoor, A.A., 2016. Micro- and nano-mechanics of osteoarthritic cartilage: The effects of tonicity and disease severity. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 59, 561–571.

“Then, by assuming a Poisson's ratio of 0.5 for the cartilage sample (considering the incompressibility assumption (Jin and Lewis, 2004; Loparic et al., 2010; Richard et al., 2013; Stolz et al., 2004), Young's modulus could be calculated”

- Argatov, I., Mishuris, G., 2015. A phenomenological model of damage in articular cartilage under impact loading. *Mechanics Research Communications* 69, 87–90.

“The question of damage modeling in biological tissues was considered in a number of recent studies [20, 24, 27].”

2.3.4. Influence de la teneur en aluminium sur les propriétés plastiques du TiAlN

[ACL11] Pac, M.-J., S. Giljean, C. Rousselot, F. Richard, and P. Delobelle. "Microstructural and elasto-plastic material parameters identification by inverse finite elements method of $Ti(1-x)AlxN$ ($0 < x < 1$) sputtered thin films from Berkovich nano-indentation experiments", *Thin Solid Films*, vol. 569, pp. 81–92, 2014.



Cette publication est le résultat d'une collaboration avec le laboratoire LPMT de l'Université de Haute-Alsace. Limite d'élasticité initiale et pente d'écrouissage sont pour la première fois (à ma connaissance) estimées en fonction de la teneur en aluminium (Fig. 10 de l'article). Une publication conséquente pour l'époque et en deux parties. La partie concernant l'identifiabilité des paramètres plastiques quantifie le rôle de la déformabilité de l'indenteur, de l'émoussement de la pointe et de l'effet de substrat à l'aide de l'indice d'identifiabilité. Elle a été saluée dans la dernière révision de l'article.

Exemples de citations :

- Komarov, F.F., Konstantinov, V.M., Kovalchuk, A.V., Konstantinov, S.V., Tkachenko, H.A., 2016. The effect of steel substrate pre-hardening on structural, mechanical, and tribological properties of magnetron sputtered TiN and TiAlN coatings. *Wear* 352–353, 92–101.

" $Ti(1-x)AlxN$ ternary nitrides crystallize in metastable NaCl face-centered cubic (fcc) for the low Al contents and in ZnS hexagonal wurtzite structure (hcp) for the high Al content ($x \geq 0.65$) [20–24]. These coatings with $x \geq 0.65$ are widely used in many applications including metal machining such as drilling, cutting, milling, die casting, extrusion etc. [25–28]".

2.3.5. Sensibilité des empreintes Berkovich à la plasticité d'un cristal CFC

[ACL12] E. Renner, Y. Gaillard, F. Richard, F. Amiot, and P. Delobelle, "Sensitivity of the residual topography to single crystal plasticity parameters in Berkovich nanoindentation on FCC nickel," *International Journal of Plasticity*, vol. 77, pp. 118–140, 2016.



C'est la publication principale de la thèse d'Emile Renner (Renner, 2016). Une méthode d'analyse des topographies d'empreintes Berkovich obtenues par microscopie à force atomique (AFM) après essais de nanoindentation sur trois échantillons de nickel polycristallin cubique à faces centrées a été développée. Les distributions et dimensions des bourrelets montrent une grande sensibilité à l'orientation relative indenteur/grain et au taux d'écroissage. Les topographies obtenues se révèlent être de véritables « empreintes digitales » du mécanisme de plasticité à l'échelle du grain. L'élaboration sous le code ZéBuLon d'un modèle éléments finis 3D de l'essai de nanoindentation Berkovich, intégrant la loi de Méric-Cailletaud, permet de retrouver les observations expérimentales et confirme la sensibilité de la topographie à l'orientation relative indenteur/grain et aux paramètres plastiques, notamment aux coefficients de la matrice d'interaction des dislocations présentes sur les systèmes de glissement. Cette publication a ouvert la voie au calcul des indices d'identifiabilité capables de quantifier la richesse des topographies résiduelles pour l'identification par recalage des coefficients de la matrice d'interaction des dislocations.

Exemples de citations :

- Wang, M., Wu, J., Hui, Y., Zhang, Z., Zhan, X., Guo, R., 2017. Identification of elastic-plastic properties of metal materials by using the residual imprint of spherical indentation. *Materials Science and Engineering: A* 679, 143–154.

"Besides, the pile-up patterns were also used to the identification of the anisotropic parameters of materials, with the assistance of finite element simulation using crystal plasticity [26,35]. However, crystal plasticity model usually involves a large number of material parameters, which complicates greatly the extraction of the material properties using inverse analysis [26,35]."

- Wang, M., Wu, J., Zhan, X., Guo, R., Hui, Y., Fan, H., 2016. On the determination of the anisotropic plasticity of metal materials by using instrumented indentation. *Materials & Design* 111, 98–107.

"However, crystal plasticity model usually involves a large number of material parameters, which complicates greatly the extraction of the material properties using inverse analysis [24]."

- Petryk, H., Stupkiewicz, S., Kucharski, S., 2016. On direct estimation of hardening exponent in crystal plasticity from the spherical indentation test. International Journal of Solids and Structures.

“While indentation tests performed on single crystals have been simulated in many papers by using the crystal plasticity theory [...], the problem of identification of material parameters used in such simulations is still open [...]. Recently, [Renner et al. \(2016\)](#) have concluded, in agreement with [Chang et al. \(2010\)](#) and [Zambaldi et al. \(2012\)](#), that pile-up dimensions provide a very good strain-hardening indicator for a single crystal.”

Perspectives de recherche

La multitude et la diversité des observations quantitatives offertes par les dispositifs expérimentaux modernes imposent d'élaborer des méthodes d'analyse plus performantes. D'autres disciplines sont confrontées à des difficultés similaires et différentes stratégies se dessinent dont il faut savoir s'inspirer (Kravaris et al., 2013). L'heure n'est plus à l'hybridation d'algorithmes d'optimisation pour le recalage des modèles, mais au développement de méthodes « intelligentes » fondées sur l'identifiabilité qui génèrent automatiquement les essais de caractérisation à effectuer, voire les contrôlent en temps réel et assurent la fiabilité des propriétés extraites. La maîtrise du lien entre les mesures expérimentales et les phénomènes étudiés permettra une modélisation plus « physique », approfondira le dialogue entre mécaniciens et physiciens et donnera accès à de nouvelles connaissances sur la matière et les matériaux. Cette idée est le fil conducteur de mes travaux depuis 20 ans et mes perspectives de recherche s'inscrivent dans la continuité. Celles-ci se condensent en deux axes qui prolongent les deux chapitres de ce mémoire et se nourrissent l'un l'autre. L'un se focalise sur le développement de la méthodologie d'analyse et de contrôle des essais de caractérisation pour la détermination du comportement mécanique des matériaux, l'autre sur l'application de cette méthodologie à la nanoindentation pour l'élaboration de nouvelles connaissances sur le comportement mécanique des matériaux à l'échelle submicrométrique. L'interaction modèle-expérience y reste fondamentale, avec une volonté de relier les différentes échelles, d'identifier les longueurs et les temps caractéristiques associés au comportement des matériaux. Pour la collecte des données expérimentales, si la nanoindentation reste la technique prépondérante, d'autres seront explorées pour leur complémentarité ou à simple titre de comparaison.

AXE 1 : DE L'IDENTIFIABILITE PARAMETRIQUE A LA DETERMINATION DU COMPORTEMENT

Ce premier axe de recherche est un prolongement du chapitre 1. Il vise à améliorer l'interaction modèle-expérience et la rendre « intelligente ». L'indice d'identifiabilité élaboré est une première étape et peut d'ores et déjà servir de guide pour la sélection des paramètres identifiables et le choix des observables pertinents. Une autre étape consistera à rendre l'indice d'identifiabilité « actif » en l'intégrant dans un processus automatique de génération d'expériences assurant l'identification de paramètres particuliers. L'idéal à plus long terme serait de construire plus ou moins automatiquement les potentiels thermodynamiques dont dérivent les lois de comportements. Il faut bien sûr continuer d'explorer les possibilités des dispositifs existants (microscope, EBSD, tomographe, ...), mais également imaginer de nouveaux dispositifs de caractérisation (μ SPIF³⁵).

³⁵ μ SPIF: micro Single Point Incremental Forming (μ formage incrémental mono-point)

Le μ SPIF est un procédé de formage de tôle mince qui génère des trajets de déformation complexes et des niveaux de déformation plastique extrêmement élevés. En l'instrumentant à l'aide d'un dynamomètre mesurant en continu la force de formage (Figure 19), ce procédé devient un dispositif potentiellement très intéressant pour étudier le comportement mécanique d'échantillons d'épaisseur submillimétrique à des niveaux de déformation plastique inatteignables avec d'autres essais. L'utilisation de ce procédé comme dispositif de caractérisation de l'endommagement ductile de tôle mince a été investiguée dans la thèse de Ramzi Ben Hmida (Ben Hmida, 2014). Le modèle numérique de l'essai est un modèle éléments finis 3D développé et validé en 2012 [ACL07] ; une étude expérimentale a montré l'influence de la taille des grains sur les efforts de formage et la rupture en 2013 [ACL08]. En quantifiant la richesse informative de la force de formage F_z en fonction de la trajectoire de l'outil par un indice d'identifiabilité similaire à celui élaboré pour l'indentation continue, nous avons montré l'intérêt de cet essai pour l'identification de l'endommagement ductile [ACL13]. L'analyse de l'évolution de l'indice au cours du formage permet également de comprendre finement quelles sont les données pertinentes pour l'identification de paramètres particuliers, notamment ceux qui pilotent des phénomènes couplés. La Figure 56 montre par exemple que l'identifiabilité des paramètres pilotant le couplage plasticité-endommagement d'une loi de type Lemaitre est bonne à partir de 40% du cycle de formage ($I \approx 1$).

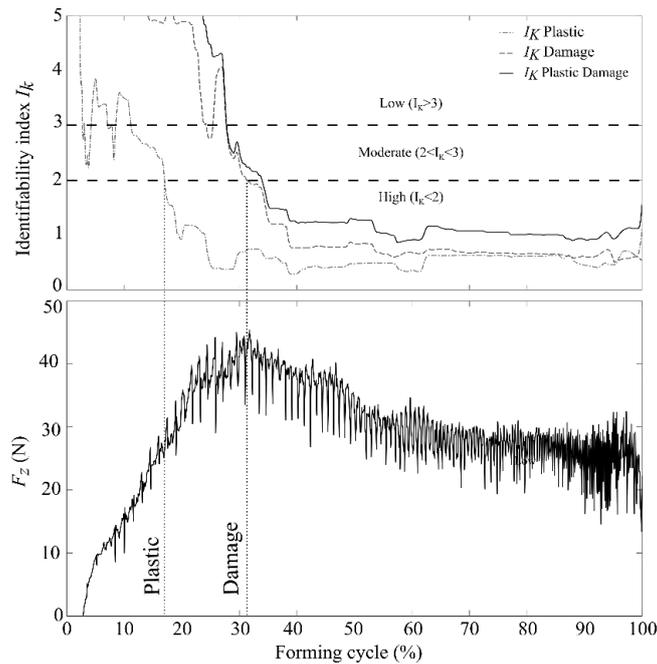


Figure 56 : Évolution de l'indice d'identifiabilité au cours du formage pour trois combinaisons de paramètres pilotant la plasticité (σ_y, Q, b), l'endommagement (p_D, S, t) et le couplage plasticité-endommagement ($\sigma_y, Q, b, p_D, S, t$). [ACL13]

Ces résultats sont encourageants quant à la possibilité de construire numériquement des courbes limites de formage [ACT119]. Ils ouvrent la voie à une analyse pertinente du lien paramètres - taille des grains, à l'identification de comportements plus « physiques » (GTN, plasticité cristalline, ...) et à la recherche automatique de la trajectoire optimale de l'outil de formage pour poser le problème inverse de la meilleure façon possible.

1B – GENERATION AUTOMATIQUE DE L'EXPERIENCE OPTIMALE

Pour concevoir une expérience qui assure une extraction fiable des propriétés intrinsèques du matériau testé, il faut tout d'abord disposer d'un modèle de l'expérience utilisable dans une boucle de recalage. Il faut ensuite être capable de mesurer la richesse des observations en fonction des propriétés recherchées pour la maximiser, éventuellement de façon automatique dans un algorithme d'optimisation.

L'indice d'identifiabilité donne une mesure scalaire de cette richesse. Il devrait pouvoir être minimisé à l'aide d'algorithmes d'optimisation standard. Si l'optimisation automatique des sollicitations est la piste principale (chargements cycliques d'un VER, cinématique d'un pénétrateur, ...), le traitement « intelligent » des réponses est également envisagé. Cette étape nécessitera probablement la construction de surfaces de réponses reliant les observations et les paramètres. Celles-ci pourraient être mises à la disposition de la communauté, à l'image des travaux de Keenan al. (Keenan et al., 2009) en indentation. A moyen terme, c'est le contrôle en temps réel de la sollicitation en fonction de la réponse de l'échantillon qui sera possible.

1C- DETERMINATION DES POTENTIELS GUIDEE PAR L'IDENTIFIABILITE

Dans le processus de détermination d'un comportement, l'identification paramétrique est centrale et plutôt bien formalisée, mais l'élaboration de l'expression de la loi de comportement reste un assemblage empirique de concepts qui pose question. Dans la pratique habituelle de la discipline, cette expression analytique porte sur les lois d'évolution dérivant de potentiels thermodynamiques et non sur les potentiels eux-mêmes. Ceci vient du fait que ces lois d'évolution mettent en relation des variables censées être plus proches de la mesure que les énergies représentées par les potentiels. Avec l'augmentation de la complexité des expériences, cette justification est cependant discutable, d'autant plus que l'analyse d'identifiabilité permet de maîtriser cet éloignement. Il est par exemple d'ores et déjà envisageable de construire de façon plus ou moins automatique des potentiels NURBS³⁶, dont le nombre de points de contrôle identifiables dépendrait de la richesse de la base expérimentale. La complexité des potentiels déterminés dépendrait de la richesse des données expérimentales disponibles et évoluerait au fur et à mesure des essais effectués.

AXE 2 : DETERMINATION DU COMPORTEMENT INELASTIQUE PAR NANOINDENTATION

Ce deuxième axe est un prolongement du chapitre 2. Il consiste à appliquer les méthodes d'analyse à l'essai de nanoindentation afin de quantifier, modéliser et comprendre les phénomènes inélastiques à différentes échelles.

³⁶ NURBS : Non-Uniform Rational Basis Splines

L'objectif est de caractériser les interactions entre les dislocations présentes au sein d'un cristal CFC avec les méthodes du mécanicien des matériaux et de relier les résultats à ceux obtenus par les physiciens des matériaux. Les travaux de thèse d'Émile Renner (Renner, 2016) ont montré expérimentalement et numériquement que la topographie résiduelle $Z(X,Y)$ de l'empreinte Berkovich (Figure 57) est très sensible à l'orientation indenteur/cristal et aux paramètres d'érouissage [ACL12].

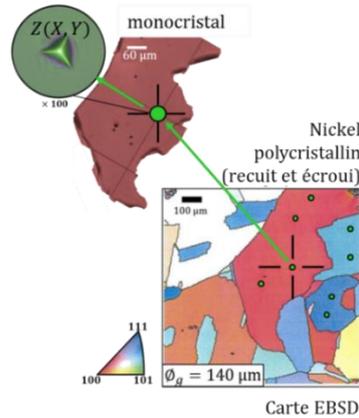


Figure 57 : Nanoindentation sur un échantillon de nickel polycristallin [ACTN21]

Dans la loi de plasticité cristalline utilisée (Méric et al., 1991) du modèle éléments finis de l'essai, trois paramètres pilotent l'érouissage sur chaque système de glissement et six paramètres sont associés aux interactions entre les dislocations présentes sur les différents systèmes. Ces six paramètres d'interaction h_{1-6} sont très difficilement accessibles aux mesures expérimentales, et leur identification est un sujet d'actualité dans la communauté « mécanique et matériaux ». Ces coefficients définissent une matrice de dimension 12x12 dont l'effet très important sur la topographie des empreintes est illustré à la Figure 58 pour six « matériaux virtuels ». Ces six matériaux ont des matrices d'interaction très différentes tout en générant une réponse force-déplacement lors d'un essai d'érouissage en traction simple sur le polycristal très proche de celle obtenue expérimentalement.

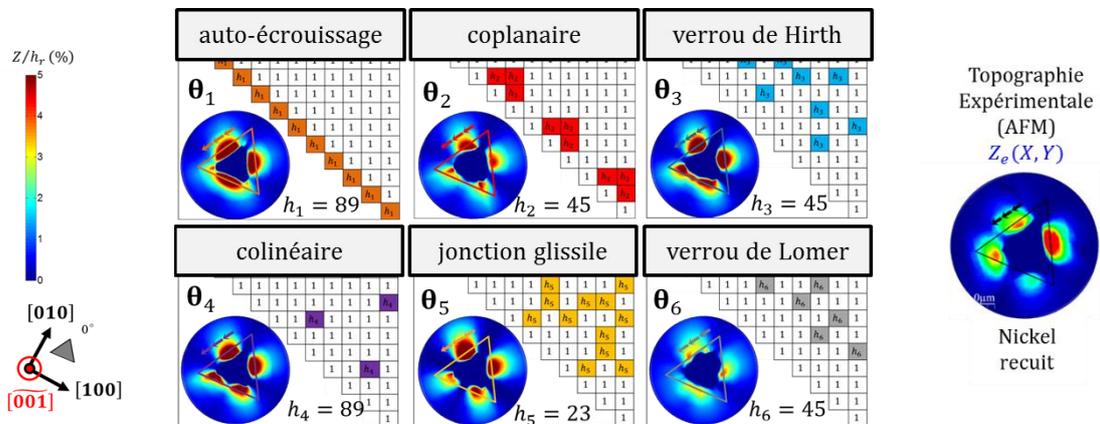


Figure 58 : Topographie numérique $Z(X,Y, h_{1-6})$ pour six matrices d'interaction différentes correspondant à la direction d'indentation [001]. [ACTN21]

Les tout derniers résultats de la thèse d'Émile Renner (Renner, 2016) ont montré que l'identification de huit paramètres sur les neuf pilotant la plasticité du cristal est envisageable en exploitant trois topographies d'empreintes Berkovich correspondant aux directions d'indentation [001], [011] et [111]. Ces conclusions, en voie de publication, nécessitent de continuer l'exploration :

- À court terme, il s'agit de déterminer si effectivement tous les paramètres pilotant le comportement plastique du cristal CFC, et particulièrement ceux définissant la matrice d'interaction, sont identifiables par un recalage simultané de plusieurs topographies d'empreintes. Pour ce faire, un criblage par discrétisation de l'espace des possibilités des orientations indenteur/cristal est d'ores et déjà en cours, à l'image des travaux en nanoindentation sphéroconique de Zambaldi et Raabe (Zambaldi and Raabe, 2010). L'objectif est de disposer, non seulement de la topographie numérique en chaque point, mais également des vecteurs de sensibilité de ces topographies aux paramètres plastiques du cristal. A partir de cette base de données numériques, le calcul des indices d'identifiabilité guidera la recherche d'une combinaison optimale d'orientations indenteur/cristal pour l'identification d'un maximum de paramètres.
- À moyen terme, un recalage à partir de la combinaison optimale trouvée et des topographies de la base expérimentale devra être tenté. La réalisation de cette action est évidemment intimement liée à l'évolution des possibilités de calcul.
- A plus long terme, l'ajout dans la loi de comportement du cristal de la courbure de la matière (second gradient du déplacement), doit permettre d'exploiter le champ de rotation de la surface de l'échantillon (partiellement accessible par EBSD autour de l'empreinte) et peut-être ainsi d'extraire des caractéristiques de type longueurs internes.

2B- MODELISATION ET ANALYSE DE L'INDENTATION DE MULTICOUCHES

Il s'agit de poursuivre la collaboration initiée en 2011 avec le laboratoire de Physique et Mécanique Textiles (LPMT) de l'Université de Haute-Alsace. Ce travail a d'ores et déjà permis une meilleure compréhension de la plasticité de revêtements ternaires $Ti_{(1-x)}Al_xN$ en fonction de la teneur en aluminium [ACL11]. Nous avons extrait les valeurs des paramètres pilotant l'érouissage (limité d'élasticité et coefficient d'érouissage linéaire) et notamment montré la nécessité pour ces revêtements extrêmement durs de prendre en compte la déformabilité de la pointe Berkovich dans l'analyse inverse de la courbe d'indentation pour identifier correctement l'érouissage (Figure 59).

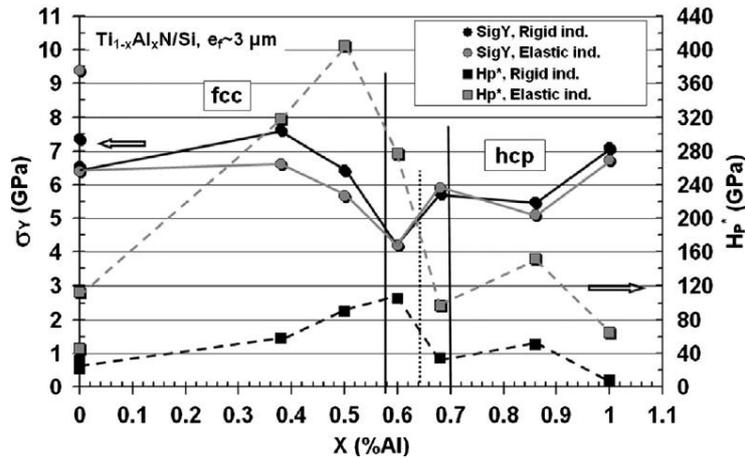


Figure 59 : Limité d'élasticité (σ_Y) et coefficient d'érouissage linéaire (H_p^*) en fonction de x (%Al).
Effet de la déformabilité de la pointe de l'indenteur sur la solution de l'inversion. [ACL12]

Bien que ces revêtements durs $Ti_{(1-x)}Al_xN$ trouvent de nombreuses applications, particulièrement dans les outils de coupe, il reste des perspectives de progrès. Les revêtements multicouches par exemple, combinent non seulement les propriétés attractives de chaque couche (dureté, résistance à l'usure, ...), mais en présentent aussi de nouvelles lorsque la densité des interfaces devient importante (typiquement $10^6 \text{ mm}^2/\text{mm}^3$).

Des multicouches $Ti_{0,54}Al_{0,46}/Ti_{0,54}Al_{0,46}N$ ayant des périodes d'empilement Λ comprises entre 4 et 50 nm ont été réalisées par pulvérisation cathodique magnétron radio fréquence avec modulation du flux d'azote à température ambiante. Des essais de nanoindentation sur ces multicouches ont montré un effet de la période sur la courbe d'indentation (Figure 60).

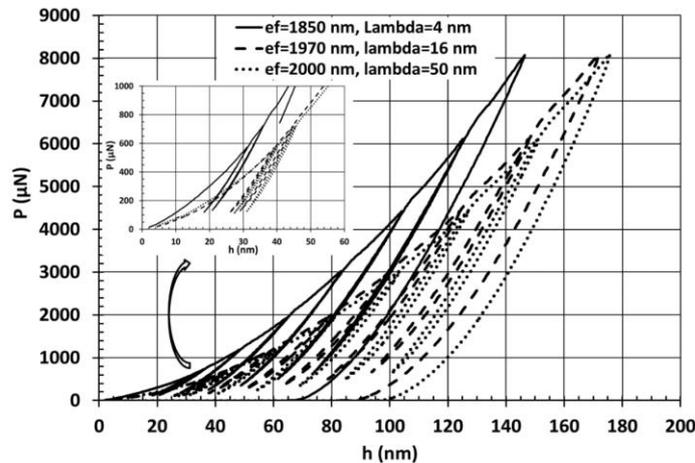


Figure 60 : Effet de la période d'empilement d'un multicouche $Ti_{0,54}Al_{0,46}/Ti_{0,54}Al_{0,46}N$ sur la courbe d'indentation expérimentale. (Pac et al., 2016)

L'analyse des courbes d'indentation par la méthode standard (Oliver and Pharr, 1992) a mis en évidence que la dureté d'indentation est plus élevée que la plus dure des couches (Pac et al., 2016). Outre cet effet (dit de super réseau) sur la dureté, il a également été observé que celle-ci suit une évolution de type Hall et Petch, et, résultat plus étonnant, que le module d'indentation suit lui-aussi ce type d'évolution (Figure 61).

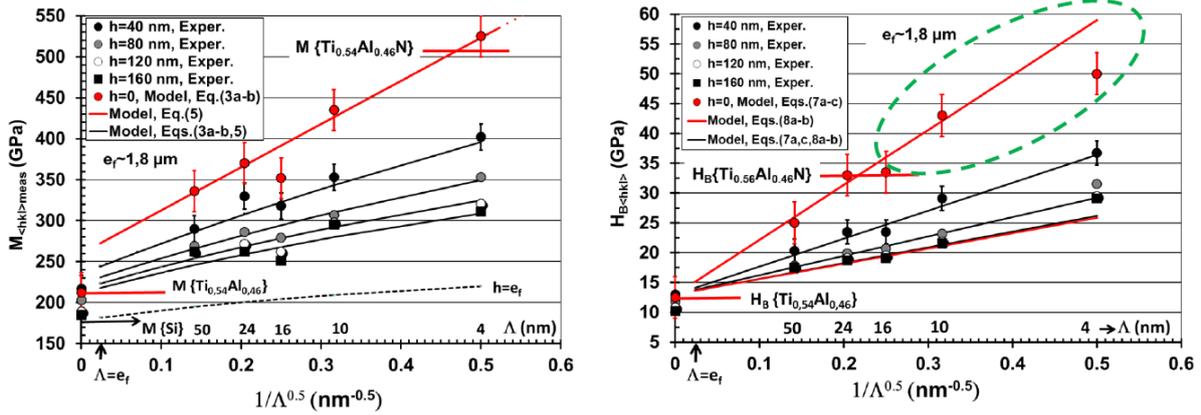


Figure 61 : Module $M_{(hkl)}$ et dureté $H_{B(hkl)}$ d'indentation mesurés sur des multicouches $Ti_{0,54}Al_{0,46}/Ti_{0,54}Al_{0,46}N$ d'épaisseur $e_f = 1,8 \mu m$ (substrat Silicium) en fonction la période Λ et de la profondeur h . (Pac et al., 2016)

L'objectif est de comprendre les mécanismes mis en jeu afin d'expliquer ces observations expérimentales. Il s'agit donc de modéliser, par éléments finis, l'indentation de ces multicouches TiAl/TiAlN. La première étape consiste à calculer numériquement les évolutions du module et de la dureté avec des hypothèses fortes (isotropie, plasticité parfaite, continuité des déplacements aux interfaces), à l'image des travaux de (Tan and Shen, 2005), et les comparer à celles observées expérimentalement. C'est l'objet du stage de Master de Denis Quilliot (mars-juillet 2017). Des conclusions de ce stage dépendra la stratégie de poursuite dans cette voie (modélisation des interfaces, ...).

2C- COMPREHENSION DU COMPORTEMENT VEVP DE POLYMERES ET COMPOSITES

Si la nanoindentation s'impose comme une technique majeure pour la caractérisation mécanique à l'échelle submicrométrique, de nombreuses questions se posent concernant la méthode d'analyse de l'évolution temporelle de la force d'appui $P(t)$ et de la profondeur d'enfoncement de la pointe de l'indenteur $h(t)$ lorsque le comportement exhibé est visqueux.

L'objectif est de mettre au point une méthode de caractérisation thermo-hydro-mécanique de polymères à l'échelle submicrométrique. Le laboratoire dispose d'un ultra-nanoindenteur (Anton Paar) permettant depuis 2014 des mesures en température et humidité contrôlées et offre l'opportunité d'aborder la problématique de l'effet de l'environnement sur le comportement viscoélastique (VE) et/ou viscoplastique (VP) du point de vue expérimental.

A court terme, il s'agit d'élaborer une méthodologie d'extraction de propriétés VEVP intrinsèques du matériau testé, qu'il soit sous forme massive ou en couche mince. Le problème de non-unicité des propriétés extraites par indentation, provoquée par la pauvreté de l'information de la courbe $P - h$, est bien connu en indentation élastoplastique (EP), il est en revanche mal connu dès que le comportement est VE et/ou VP comme cela peut être le cas pour bon nombre de polymères. La tendance actuelle consistant à utiliser des modèles sur-paramétrés de l'essai et/ou analogiques (rhéologiques), dans lesquels les paramètres ne sont que des coefficients de recalage d'un système, rend l'analyse du lien paramètres-microstructure-procédé hasardeuse.

Basée sur celle élaborée pour un composite lin-époxyde [ACL10] et étendue au cas multiaxial, une loi VEVP a été écrite dans le cadre thermodynamique des matériaux standard généralisés (Halphen and Son Nguyen, 1975). Cette loi vient d'être implémentée dans le cas 2D-axisymétrique pour la simulation de l'essai d'indentation conique par l'intermédiaire d'une sous-routine UserMat

Ansys [ACL14]. Ce modèle paramétré permet, en fonction des besoins, de simuler l'essai dans différentes configurations (VE, VP, V EVP...) et en des temps de calcul acceptables pour l'exploration de l'inverse (Master M.C. Barick, 2016). Des recalages du modèle de l'essai dans la configuration VE à 4 paramètres (E, ν, c_1, η) ont été réalisés à partir de données $P(t) - h(t)$ obtenues avec différents polymères (PP, PMMA). Les premiers résultats sur le polypropylène montrent l'existence de quasi-solutions multiples (Figure 62), lorsqu'une seule charge-décharge (à $|\dot{h}|$ constant) est utilisée dans la fonction coût [ACTN23]. La quantification de la richesse de ces données par l'indice d'identifiabilité développé dans mes travaux précédents [ACL09] vient d'être réalisée. Les résultats corroborent le fait que la non-unicité des propriétés VE est une conséquence de la grande sensibilité aux données $P(t) - h(t)$. Il s'agit maintenant d'étudier l'identifiabilité en fonction du comportement (VE, VP, V EVP...), des données prises en compte (essais à différentes vitesses, avec temps de maintien, ...) et de comparer sur des exemples les propriétés extraites selon cette méthode avec celles obtenues avec d'autres méthodes existantes.

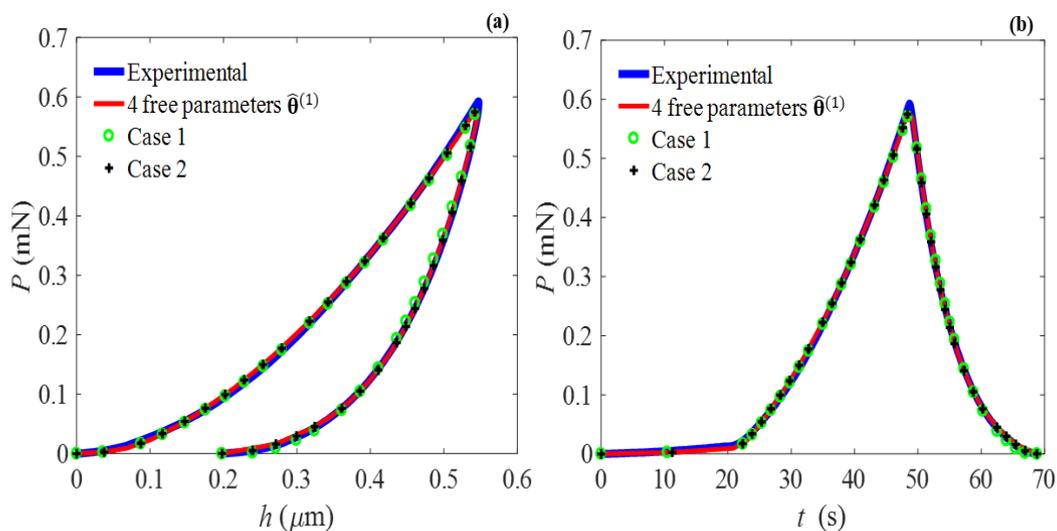


Figure 62 : Non-unicité des propriétés viscoélastiques du polypropylène extraites par nanoindentation conique lors d'un essai charge-décharge à $|\dot{h}|$ constant.

(a) réponse $P - h$ et (b) réponse $P - t$. [ACTN23]
 ${}^T\hat{\theta}^{(1)} = (E, c_1, \nu, \eta) = (1,63 \text{ GPa } 1,05 \text{ GPa } 0,13 \text{ } 18,56 \text{ GPa.s})$
 cas 1 : (1,50 GPa 0,96 GPa 0,02 22,87 GPa.s)
 cas 2 : (1,47 GPa 0,94 GPa 0,40 17,08 GPa.s)

Afin de comparer les propriétés obtenues par les différentes méthodes, j'ai initié une collaboration en 2016 avec des collègues de l'Université de Haute-Alsace. Le revêtement polymère étudié est un polyuréthane à base aqueuse aux vertus autocicatrisantes. Pour ce vernis, la microstructure dépend principalement du rapport stœchiométrique NCO/OH (fonctions isocyanate/hydroxyle) du mélange résine + durcisseur. L'influence de ce rapport sur les propriétés de retour élastique (S_{IT}) et de fluage (C_{IT}) d'un polyuréthane vitreux a déjà été quantifiée en microindentation (Figure 63).

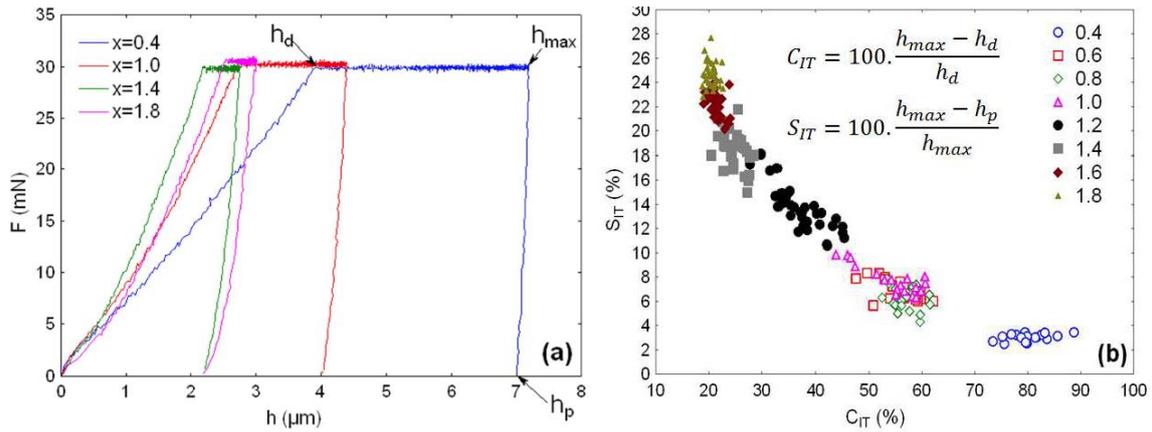


Figure 63 : Courbes d'indentation Vickers et propriétés de retour élastique (S_{IT}) et de fluage (C_{IT}) en fonction du rapport stœchiométrique NCO/OH (noté x). (Chagnon et al., 2013)

Un modèle analogique de l'essai (Fischer-Cripps, 2004), illustré sur la Figure 64, a également été recalé sur les données d'enfoncement $h(t)$ correspondant à la phase de fluage. Il s'agit d'un modèle de type Burgers à 4 paramètres constitué de deux cellules en série : Maxwell (E_M, η_M) et Voigt (E_V, η_V). Les résultats montrent que le comportement du système évolue avec le rapport stœchiométrique NCO/OH d'un comportement quasi-fluide vers un comportement de solide viscoélastique (Giljean et al., 2016). La Figure 64 présente l'évolution de la constante de temps τ_V de la cellule de Voigt.

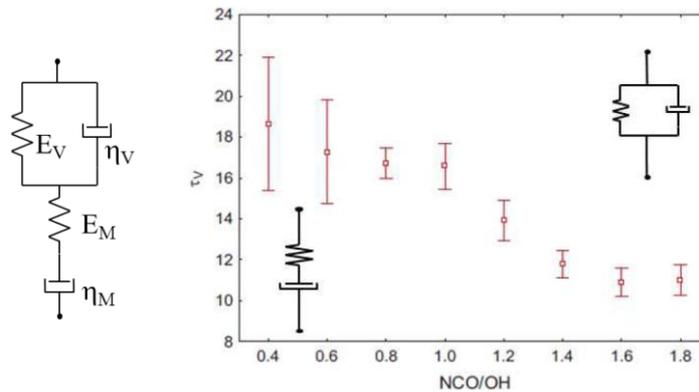


Figure 64 : Évolution de la constante de temps $\tau_V = \eta_V/E_V$ de la cellule de Voigt du modèle analogique de l'essai d'indentation (4 paramètres : E_M, η_M, E_V, η_V). (Giljean et al., 2016)

Dans ce modèle analogique de l'essai, les 4 paramètres (E_M, η_M, E_V, η_V) sont des paramètres du modèle du système indenteur-échantillon et ne représentent pas des propriétés intrinsèques du matériau. Pour identifier des propriétés intrinsèques, il s'agit maintenant de recalé le modèle EF de l'essai d'indentation intégrant le comportement viscoélastique-viscoplastique (VEVP) du matériau [ACL14], d'analyser l'identifiabilité, puis le lien propriétés-microstructure. Une comparaison des propriétés du matériau ainsi obtenues et des propriétés du système estimées par l'approche précédente sera intéressante, notamment pour une meilleure compréhension de l'effet du coefficient de Poisson en présence de déformations visqueuses non déviatoriques (Liu et al., 2016). L'échelle de longueur caractéristique des films minces sera ensuite investiguée, ainsi que l'effet de l'environnement (température et hygrométrie). Ce travail, qui contribuera à améliorer la compréhension des mécanismes de déformations inélastiques à l'échelle

submicrométrique est un des objectifs de la thèse de Mohamed Cheikh Barick (contrat doctoral UFC, 2016-19).

À moyen terme, j'envisage l'application des méthodes d'extraction des propriétés VEVP par nanoindentation aux composites à renfort lin. C'est une suite naturelle vers l'échelle nanométrique de la collaboration initiée en 2012 à l'échelle méso-macro avec des collègues de l'Université de Caen Normandie. Ce travail a abouti en 2014 à une loi de comportement VEVP d'un composite unidirectionnel (UD) lin-époxyde [ACL10]. Cependant, cette loi ne représente pas correctement le comportement à vitesse faible et température élevée. Dans ces conditions, on observe à l'échelle de l'UD une rigidification en traction cyclique (Figure 65). Ce phénomène, probablement dû à une réorientation des microfibrilles de cellulose et/ou des fibres de l'UD, est encore mal compris et nécessite des recherches complémentaires [ACTI20].

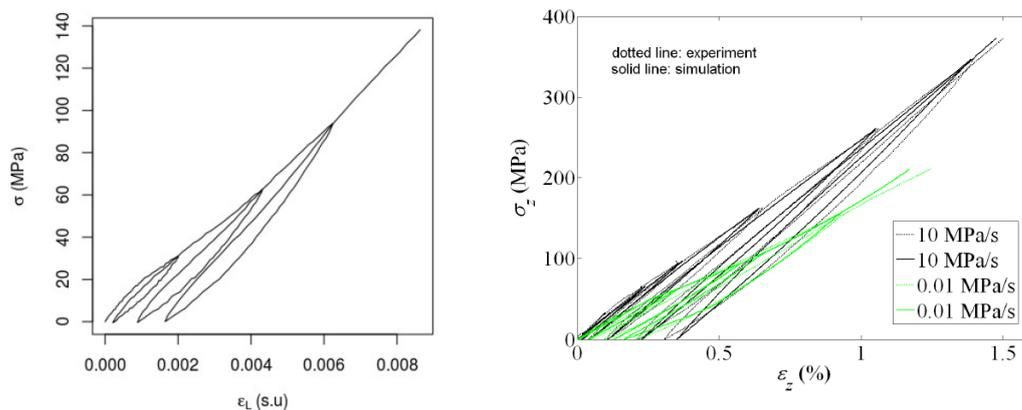


Figure 65 : Expérience d'érouissage en traction cyclique sur un UD lin-époxyde :
 (a) Essai à faible vitesse (0,1 MPa/s) et température élevée (80°C)
 (b) Comparaison modèle-expérience à l'ambiante. [ACTI20]

Des essais de nanoindentation au niveau des différents constituants de la fibre et de l'UD, conjugués à l'utilisation de la méthode d'analyse développée, pourraient donner des éléments de compréhension des liens nano-micro (Keryvin et al., 2015), mais plus globalement un éclairage sur les relations entre les comportements aux différentes échelles. En particulier, la relation entre le comportement macro et la cinématique des microfibrilles de cellulose n'est pas établie. Ce dernier point est une voie de collaboration possible avec des collègues du laboratoire (DMA/FEMTO-ST) qui rencontrent des difficultés connexes dans l'étude des composites à renfort chanvre (Placet et al., 2012).

Bibliographie

- Acton, Q.A., 2012. *Advances in Nanotechnology Research and Application: 2012 Edition*. ScholarlyEditions.
- Ahn, J.-H., Kwon, D., 2001. Derivation of plastic stress–strain relationship from ball indentations: Examination of strain definition and pileup effect. *J. Mater. Res.* 16, 3170–3178. doi:10.1557/JMR.2001.0437
- Alkorta, J., Martínez-Esnaola, J.M., Sevillano, J.G., 2005. Absence of one-to-one correspondence between elastoplastic properties and sharp-indentation load–penetration data. *J. Mater. Res.* 20, 432–437. doi:10.1557/JMR.2005.0053
- Andrade-Campos, A., Thuillier, S., Pilvin, P., Teixeira-Dias, F., 2007. On the determination of material parameters for internal variable thermoelastic–viscoplastic constitutive models. *Int. J. Plast.* 23, 1349–1379. doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.ijplas.2006.09.002
- Åström, K.J., Eykhoff, P., 1971. System identification—A survey. *Automatica* 7, 123–162. doi:10.1016/0005-1098(71)90059-8
- Atkins, A.G., Tabor, D., 1965. Plastic indentation in metals with cones. *J. Mech. Phys. Solids* 13, 149–164. doi:10.1016/0022-5096(65)90018-9
- Avril, S., Bonnet, M., Bretelle, A.-S., Grédiac, M., Hild, F., Ienny, P., Latourte, F., Lemosse, D., Pagano, S., Pagnacco, E., Pierron, F., 2008. Overview of Identification Methods of Mechanical Parameters Based on Full-field Measurements. *Exp. Mech.* 48, 381–402. doi:10.1007/s11340-008-9148-y
- Ben Hmida, R., 2014. *Modélisation et simulation du comportement thermomécanique des matériaux en micro-forgeage (Thèse de doctorat)*. Université de Franche-Comté, Besançon, France.
- Ben Hmida, R., Thibaud, S., Gilbin, A., Richard, F., 2013. Influence of the initial grain size in single point incremental forming process for thin sheets metal and microparts: Experimental investigations. *Mater. Des.* 45, 155–165. doi:10.1016/j.matdes.2012.08.077
- Berkovich, E.S., 1951. Three-faceted diamond pyramid for micro-hardness testing. *Ind Diam. Rev* 11, 129–133.
- Berkovich, E.S., 1950. Three-faceted diamond pyramid for studying microhardness by indentation. *Zavod Lab* 345–347.
- Bhattacharya, A.K., Nix, W.D., 1988. Finite element simulation of indentation experiments. *Int. J. Solids Struct.* 24, 881–891. doi:10.1016/0020-7683(88)90039-X
- Bhushan, B., Kulkarni, A.V., Bonin, W., Wyrobek, J.T., 1996. Nanoindentation and picondentation measurements using a capacitive transducer system in atomic force microscopy. *Philos. Mag. A* 74, 1117–1128. doi:10.1080/01418619608239712
- Blanchard, S., 2009. *Caractérisation du comportement non-linéaire des matériaux à partir d'essais statiquement indéterminés et de champs de déformation fortement hétérogènes*. Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis.
- Bocciarelli, M., Bolzon, G., Maier, G., 2005. Parameter identification in anisotropic elastoplasticity by indentation and imprint mapping. *Mech. Mater.* 37, 855–868. doi:10.1016/j.mechmat.2004.09.001

- Bolzon, G., Buljak, V., Maier, G., Miller, B., 2011. Assessment of elastic–plastic material parameters comparatively by three procedures based on indentation test and inverse analysis. *Inverse Probl. Sci. Eng.* 19, 815–837. doi:10.1080/17415977.2011.551931
- Bolzon, G., Maier, G., Panico, M., 2004. Material model calibration by indentation, imprint mapping and inverse analysis. *Int. J. Solids Struct.* 41, 2957–2975. doi:10.1016/j.ijsolstr.2004.01.025
- Bonnans, J.F., 2006. Numerical optimization theoretical and practical aspects. Springer, Berlin; New York.
- Bonnet, M., 1995. Quelques contributions aux méthodes d'équations intégrales et à l'étude de problèmes inverses en mécanique des solides (Accreditation to supervise research). Université Pierre et Marie Curie - Paris VI.
- Bornert, M., Bretheau, T., Gilormini, P., 2001. Homogénéisation en mécanique des matériaux, Tome 1 : Matériaux aléatoires élastiques et milieux périodiques. Hermes science.
- Borodich, F.M., Keer, L.M., 2004. Contact problems and depth-sensing nanoindentation for frictionless and frictional boundary conditions. *Int. J. Solids Struct.* 41, 2479–2499. doi:10.1016/j.ijsolstr.2003.12.012
- Bourcier, R.J., Stone, C.M., Yost, F.G., 1985. Numerical and experimental study of the indentation hardness test. Sandia Rep. No SAND 85-0486.
- Boussinesq, J., 1885. Application des potentiels à l'étude de l'équilibre et du mouvement des solides élastiques: principalement au calcul des déformations et des pressions que produisent, dans ces solides, des efforts quelconques exercés sur une petite partie de leur surface ou de leur intérieur; mémoire suivi de notes étendues sur divers points de physique mathématique et d'analyse. Gauthier-Villars, Paris.
- Brinell, J., 1900. Way of determining the hardness of bodies and some applications of the same. *Tek. Tidskr.* 5, 69.
- Bruhns, O.T., Anding, D.K., 1999. On the simultaneous estimation of model parameters used in constitutive laws for inelastic material behaviour. *Int. J. Plast.* 15, 1311–1340.
- Brun, R., Reichert, P., Künsch, H.R., 2001. Practical identifiability analysis of large environmental simulation models. *Water Resour. Res.* 37, 1015–1030. doi:10.1029/2000WR900350
- Bruno, L., Felice, G., Pagnotta, L., Poggialini, A., Stigliano, G., 2008. Elastic characterization of orthotropic plates of any shape via static testing. *Int. J. Solids Struct.* 45, 908–920. doi:10.1016/j.ijsolstr.2007.09.017
- Bucaille, J., Stauss, S., Felder, E., Michler, J., 2003. Determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using different sharp indenters. *Acta Mater.* 51, 1663–1678. doi:10.1016/S1359-6454(02)00568-2
- Buckingham, E., 1914. On Physically Similar Systems; Illustrations of the Use of Dimensional Equations. *Phys Rev* 4, 345–376. doi:10.1103/PhysRev.4.345
- Bui, H., 1993. Introduction aux problèmes inverses en mécanique des matériaux. Eyrolles, Paris.
- Buljak, V., Maier, G., 2011. Proper Orthogonal Decomposition and Radial Basis Functions in material characterization based on instrumented indentation. *Eng. Struct.* 33, 492–501. doi:10.1016/j.engstruct.2010.11.006
- Bulychev, S., Alekhin, V., Shorshorov, M., Ternovskii, A., Shnyrev, G., 1975. Determining Young's modulus from the indenter penetration diagram. *Ind Lab* 41, 1409–1412.
- Bulychev, S.I., Alekhin, V.P., 1990. Testing of Materials by Continuous Impressing of an Indenter. Mashinostroenie, Moscow (in Russian). Mashinostroenie.
- Cailletaud, G., Pilvin, P., 1994. Identification and inverse problems related to material behaviour, in: Bui, H., Tanaka, M., Bonnet, M., Maigre, H., Luzzato, E., Reynier, M. (Eds.), *Inverse*

Problems in Engineering Mechanics. Presented at the Second International Symposium on Inverse Problems. ISIP'94, Balkema, Paris, France, pp. 79–86.

- Calvert, F.C., Johnson, R., 1859. XVII. On the hardness of metals and alloys. *Philos. Mag. Ser. 4* 17, 114–121. doi:10.1080/14786445908642633
- Cao, Y., Lu, J., 2004a. A new method to extract the plastic properties of metal materials from an instrumented spherical indentation loading curve. *ACTA Mater.* 52, 4023–4032. doi:10.1016/j.actamat.2004.05.018
- Cao, Y., Lu, J., 2004b. Depth-sensing instrumented indentation with dual sharp indenters: stability analysis and corresponding regularization schemes. *ACTA Mater.* 52, 1143–1153. doi:10.1016/j.actamat.2003.11.001
- Capehart, T.W., Cheng, Y.-T., 2003. Determining constitutive models from conical indentation: Sensitivity analysis. *J. Mater. Res.* 18, 827–832. doi:10.1557/JMR.2003.0113
- Carbillet, S., 2005. Contribution aux calculs fiabilistes sur des structures composites (Thèse de doctorat). Université de Franche-Comté, Besançon, France.
- Casals, O., Alcalá, J., 2005. The duality in mechanical property extractions from Vickers and Berkovich instrumented indentation experiments. *Acta Mater.* 53, 3545–3561. doi:10.1016/j.actamat.2005.03.051
- Cerruti, V., 1882. Ricerche intorno all'equilibrio de'corpi elastici isotropi, memoria del Valentino Cerruti. Salviucci, Roma.
- Chagnon, L., Arnold, G., Giljean, S., Brogly, M., 2013. Elastic recovery and creep properties of waterborne two-component polyurethanes investigated by micro-indentation. *Prog. Org. Coat.* 76, 1337–1345. doi:10.1016/j.porgcoat.2013.04.003
- Chen, H., Cai, L., 2016. Theoretical model for predicting uniaxial stress-strain relation by dual conical indentation based on equivalent energy principle. *Acta Mater.* 121, 181–189. doi:10.1016/j.actamat.2016.09.008
- Chen, X., Ogasawara, N., Zhao, M., Chiba, N., 2007. On the uniqueness of measuring elastoplastic properties from indentation: The indistinguishable mystical materials. *J. Mech. Phys. Solids* 55, 1618–1660. doi:10.1016/j.jmps.2007.01.010
- Cheng, Y.-T., Cheng, C.-M., 1999. Can stress-strain relationships be obtained from indentation curves using conical and pyramidal indenters? *J. Mater. Res.* 14, 3493–3496. doi:10.1557/JMR.1999.0472
- Cheng, Y.-T., Cheng, C.-M., 1998a. Scaling approach to conical indentation in elastic-plastic solids with work hardening. *J. Appl. Phys.* 84, 1284. doi:10.1063/1.368196
- Cheng, Y.-T., Cheng, C.-M., 1998b. Effects of “sinking in” and “piling up” on estimating the contact area under load in indentation. *Philos. Mag. Lett.* 78, 115–120. doi:10.1080/095008398178093
- Chollacoop, N., Dao, M., Suresh, S., 2003. Depth-sensing instrumented indentation with dual sharp indenters. *Acta Mater.* 51, 3713–3729. doi:10.1016/S1359-6454(03)00186-1
- Collin, J.-M., Parenteau, T., Mauvoisin, G., Pilvin, P., 2009. Material parameters identification using experimental continuous spherical indentation for cyclic hardening. *Comput. Mater. Sci.* 46, 333–338. doi:10.1016/j.commatsci.2009.03.016
- Constantinescu, A., Tardieu, N., 2001. On the identification of elastoviscoplastic constitutive laws from indentation tests. *Inverse Probl. Eng.* 9, 19–44. doi:10.1080/174159701088027751
- Cook, R.F., Oyen, M.L., 2007. Nanoindentation behavior and mechanical properties measurement of polymeric materials. *Int. J. Mater. Res.* 98, 370–378. doi:10.3139/146.101480
- Dao, M., Chollacoop, N., Vliet, K.J.V., Venkatesh, T.A., Suresh, S., 2001. Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation. *Acta Mater.* 49, 3899–3918. doi:10.1016/S1359-6454(01)00295-6

- Delobelle, P., 1993. Synthesis of the elastoviscoplastic behavior and modelization of an austenitic stainless steel over a large temperature range, under uniaxial and biaxial loadings, part II: Phenomenological modelization. *Int. J. Plast.* 9, 87–118. doi:10.1016/0749-6419(93)90015-1
- Delobelle, P., Dali, S., Richard, F., 2011. Interprétation du module d'indentation dans le cas des matériaux anisotropes et/ou actifs. *Matér. Tech.* 99, 185–196.
- Delobelle, P., Richard, F., Leclercq, S., 2003. A unified model to describe the anisotropic viscoplastic behaviour of zircaloy-4 cladding tubes between 320 °C and 400 °C from an unirradiated state to high fluence and under fast neutron flux. *J. Phys. IV Proc.* 105, 339–346. doi:10.1051/jp4:20030205
- Delobelle, P., Robinet, P., Geyer, P., Bouffieux, P., 1996. A model to describe the anisotropic viscoplastic behaviour of Zircaloy-4 tubes. *J. Nucl. Mater.* 238, 135–162. doi:10.1016/S0022-3115(96)00450-3
- DiCarlo, A., Yang, H., Chandrasekar, S., 2003. Semi-inverse method for predicting stress-strain relationship from cone indentations. *J. Mater. Res.* 18, 2068–2078. doi:10.1557/JMR.2003.0291
- Doerner, M., Nix, W., 1986. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. *J Mater Res* 1.
- Dub, S.N., Trunov, M.L., 2008. Determination of viscoelastic material parameters by step-loading nanoindentation. *J. Phys. Appl. Phys.* 41, 074024. doi:10.1088/0022-3727/41/7/074024
- Dumas, G., Baronet, C.N., 1971. Elastoplastic indentation of a half-space by an infinitely long rigid circular cylinder. *Int. J. Mech. Sci.* 13, 519–530. doi:10.1016/0020-7403(71)90039-7
- Emmens, W.C., Sebastiani, G., van den Boogaard, A.H., 2010. The technology of Incremental Sheet Forming—A brief review of the history. *J. Mater. Process. Technol.* 210, 981–997. doi:10.1016/j.jmatprotec.2010.02.014
- Farine, M., 2013. Instrumented indentation of soft materials and biological tissues. Diss., Eidgenössische Technische Hochschule ETH Zürich, Nr. 21567, 2013.
- Field, J.S., Swain, M.V., 1993. A simple predictive model for spherical indentation. *J. Mater. Res.* 8, 297–306. doi:10.1557/JMR.1993.0297
- Fischer-Cripps, A.C., 2011. *Nanoindentation, Mechanical Engineering Series.* Springer New York, New York, NY.
- Fischer-Cripps, A.C., 2006. Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data. *Surf. Coat. Technol.* 200, 4153–4165. doi:10.1016/j.surfcoat.2005.03.018
- Fischer-Cripps, A.C., 2004. A simple phenomenological approach to nanoindentation creep. *Mater. Sci. Eng. A* 385, 74–82. doi:10.1016/j.msea.2004.04.070
- Follansbee, P.S., Sinclair, G.B., 1984. Quasi-static normal indentation of an elasto-plastic half-space by a rigid sphere—I: Analysis. *Int. J. Solids Struct.* 20, 81–91.
- Furukawa, T., Yagawa, G., 1997. Inelastic constitutive parameter identification using an evolutionary algorithm with continuous individuals. *Int. J. Numer. Methods Eng.* 40, 1071–1090. doi:10.1002/(SICI)1097-0207(19970330)40:6<1071::AID-NME99>3.0.CO;2-8
- Futakawa, M., Wakui, T., Tanabe, Y., Ioka, I., 2001. Identification of the constitutive equation by the indentation technique using plural indenters with different apex angles. *J. Mater. Res.* 16, 2283–2292.
- Gaillard, Y., 2004. *Initiation de la plasticité sous nanoindentation dans MgO et LiF : étude de l'organisation des dislocations et des contraintes associées (Thèse doctorat).* Université de Poitiers.
- Galín, L.A., 1946. Spatial contact problems of the theory of elasticity for punches of circular shape in planar projection. *J. Appl. Math. Mech. (PMM)* 10, (in Russian). 10, 425–448.

- Gavrus, A., Massoni, E., Chenot, J., 1994. Computer aided rheology for non linear large strain thermo-viscoplastic behaviour formulated as an inverse problem, in: Bui, H., Tanaka, M., Bonnet, M., Maigre, H., Luzzato, E., Reynier, M. (Eds.), *Inverse Problems in Engineering Mechanics*. Presented at the Second International Symposium on Inverse Problems. ISIP'94, Balkema, Paris, France, pp. 123–130.
- Gavrus, A., Massoni, E., Chenot, J.L., 1996. An inverse analysis using a finite element model for identification of rheological parameters. *J. Mater. Process. Technol.* 60, 447–454. doi:10.1016/0924-0136(96)02369-2
- Gelin, J.C., Ghouati, O., 1995. An inverse method for material parameters estimation in the inelastic range. *Comput. Mech.* 16, 143–150.
- Gelin, J.C., Ghouati, O., 1994. An inverse method for determining viscoplastic properties of aluminium alloys. *J. Mater. Process. Technol.* 45, 435–440. doi:10.1016/0924-0136(94)90378-6
- Ghouati, O., Gelin, J.C., 1998. Identification of material parameters directly from metal forming processes. *J. Mater. Process. Technol.* 80–81, 560–564. doi:10.1016/S0924-0136(98)00159-9
- Giannakopoulos, A.E., Larsson, P.-L., 1997. Analysis of pyramid indentation of pressure-sensitive hard metals and ceramics. *Mech. Mater.* 25, 1–35. doi:10.1016/S0167-6636(96)00051-8
- Giannakopoulos, A.E., Larsson, P.-L., Vestergaard, R., 1994. Analysis of Vickers indentation. *Int. J. Solids Struct.* 31, 2679–2708.
- Giannakopoulos, A.E., Suresh, S., 1999. Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation. *Scr. Mater.* 40, 1191–1198. doi:http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6462(99)00011-1
- Gibson, R.F., 2014. A review of recent research on nanoindentation of polymer composites and their constituents. *Compos. Sci. Technol.* 105, 51–65. doi:10.1016/j.compscitech.2014.09.016
- Giljean, S., Arnold, G., Chagnon, L., Brogly, M., 2016. Etude du comportement viscoélastique de polyuréthanes à base aqueuse par micro-indentation et rayure. Presented at the Indentation 2016, Lille, France.
- Girard, M., Gaillard, Y., Burr, A., Darque-Ceretti, E., Felder, E., 2014. Nanoindentation of bio-sourced adhesive 75% rosin/25% beeswax: Experimental results and modelisation. *Mech. Mater.* 69, 185–194. doi:10.1016/j.mechmat.2013.10.005
- Golovin, Y.I., 2008. Nanoindentation and mechanical properties of solids in submicrovolumes, thin near-surface layers, and films: A Review. *Phys. Solid State* 50, 2205–2236. doi:10.1134/S1063783408120019
- Gouldstone, A., Chollacoop, N., Dao, M., Li, J., Minor, A.M., Shen, Y.-L., 2007. Indentation across size scales and disciplines: Recent developments in experimentation and modeling. *Acta Mater.* 55, 4015–4039. doi:10.1016/j.actamat.2006.08.044
- Grédiac, M., Hild, F., 2011. *Mesures de champs et identification en mécanique des solides*. Hermes science publications : Lavoisier, Paris.
- Grodzinski, P., 1953. Hardness testing of plastics. *Plastics* 18.
- Gujarati, D.N., 1988. *Basic econometrics*, Economics series. McGraw-Hill.
- Hadamard, J., 1902. Sur les problèmes aux dérivés partielles et leur signification physique. *Princet. Univ. Bull.* 13, 49–52.
- Halphen, B., Son Nguyen, Q., 1975. Sur les matériaux standard généralisés. *J. Mécanique* 14, 39–63.
- Hardy, C., Baronet, C.N., Tordion, G.V., 1971. The elasto-plastic indentation of a half-space by a rigid sphere. *Int J Numr Meth Engng* 3, 451–462.

- Harsono, E., Swaddiwudhipong, S., Liu, Z.S., 2008. The effect of friction on indentation test results. *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.* 16, 065001. doi:10.1088/0965-0393/16/6/065001
- Herbert, E.G., Oliver, W.C., Lumsdaine, A., Pharr, G.M., 2009. Measuring the constitutive behavior of viscoelastic solids in the time and frequency domain using flat punch nanoindentation. *J. Mater. Res.* 24, 626–637. doi:10.1557/jmr.2009.0089
- Herbert, E.G., Oliver, W.C., Pharr, G.M., 2008. Nanoindentation and the dynamic characterization of viscoelastic solids. *J. Phys. Appl. Phys.* 41, 074021. doi:10.1088/0022-3727/41/7/074021
- Herbert, E.G., Sudharshan Phani, P., Johanns, K.E., 2015. Nanoindentation of viscoelastic solids: A critical assessment of experimental methods. *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.* doi:10.1016/j.cossms.2014.12.006
- Hertz, H., 1882. Ueber die Berührung fester elastischer Körper. *J. Für Reine Angew. Math. Crelles J.* 1882. doi:10.1515/crll.1882.92.156
- Hill, R., Storakers, B., Zdunek, A.B., 1989. A Theoretical Study of the Brinell Hardness Test. *Proc. R. Soc. Math. Phys. Eng. Sci.* 423, 301–330. doi:10.1098/rspa.1989.0056
- Huang, X., Pelegri, A.A., 2006. Mechanical Characterization of Thin Film Materials with Nanoindentation Measurements and FE Analysis. *J. Compos. Mater.* 40, 1393–1407. doi:10.1177/0021998305059728
- Huber, N., Tsakmakis, C., 1999. Determination of constitutive properties from spherical indentation data using neural networks. Part I: the case of pure kinematic hardening in plasticity laws. *J. Mech. Phys. Solids* 47, 1569–1588. doi:10.1016/S0022-5096(98)00109-4
- Hutchings, I.M., 2009. The contributions of David Tabor to the science of indentation hardness. *J. Mater. Res.* 24, 581–589. doi:10.1557/jmr.2009.0085
- Huygens, C., 1690. *Traité de la lumière, où sont expliquées les causes de ce qui luy arrive dans la réflexion et dans la réfraction et particulièrement dans l'étrange réfraction du cristal d'Islande, avec un Discours de la cause de la pesanteur.* <http://catalogue.bnf.fr/ark:/12148/cb30631295b>.
- Ivanov, V.K., 1963. On ill-posed problems (in Russian). *Mat Sb NS* 61, 211–223.
- Jeswiet, J., Micari, F., Hirt, G., Bramley, A., Dufloy, J., Allwood, J., 2005. Asymmetric single point incremental forming of sheet metal. *CIRP Ann.-Manuf. Technol.* 54, 88–114.
- Johnson, K.L., 1985. *Contact mechanics.* Cambridge Univ. Press, Cambridge.
- Johnson, K.L., Kendall, K., Roberts, A.D., 1971. Surface Energy and the Contact of Elastic Solids. *Proc. R. Soc. Math. Phys. Eng. Sci.* 324, 301–313. doi:10.1098/rspa.1971.0141
- Kalei, G.N., 1968. Some results of microhardness test using the depth of impression. *Mashinovedenie* 105–107.
- Kavanagh, K., 1972. Extension of classical experimental techniques for characterizing composite-material behavior. *Exp. Mech.* 12, 50–56. doi:10.1007/BF02320791
- Kavanagh, K.T., Clough, R.W., 1971. Finite element applications in the characterization of elastic solids. *Int. J. Solids Struct.* 7, 11–23.
- Keenan, K.E., Kourtis, L.C., Besier, T.F., Lindsey, D.P., Gold, G.E., Delp, S.L., Beaupre, G.S., 2009. New resource for the computation of cartilage biphasic material properties with the interpolant response surface method. *Comput. Methods Biomech. Biomed. Engin.* 12, 415–422. doi:10.1080/10255840802654319
- Keryvin, V., Lan, M., Bourmaud, A., Parenteau, T., Charleux, L., Baley, C., 2015. Analysis of flax fibres viscoelastic behaviour at micro and nano scales. *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 68, 219–225. doi:10.1016/j.compositesa.2014.10.006

- Khan, M.Y., Brown, L.M., Chaudhri, M.M., 1992. The effect of crystal orientation on the indentation cracking and hardness of MgO single crystals. *J. Phys. Appl. Phys.* 25, A257.
- Kim, J.-Y., Lee, K.-W., Lee, J.-S., Kwon, D., 2006. Determination of tensile properties by instrumented indentation technique: Representative stress and strain approach. *Surf. Coat. Technol.* 201, 4278–4283. doi:10.1016/j.surfcoat.2006.08.054
- King, R.B., 1987. Elastic analysis of some punch problems for a layered medium. *Int. J. Solids Struct.* 23, 1657–1664. doi:http://dx.doi.org/10.1016/0020-7683(87)90116-8
- Kleinnemann, J.-P., 2000. Identification paramétrique et optimisation des procédés de mise à forme par problèmes inverses. Liège, Belgique.
- Knoop, F., Peters, C.G., Emerson, W.B., 1939. A sensitive pyramidal-diamond tool for indentation measurements. *J. Res. Natl. Bur. Stand.* 23, 39–61. doi:10.6028/jres.023.022
- Kravaris, C., Hahn, J., Chu, Y., 2013. Advances and selected recent developments in state and parameter estimation. *Comput. Chem. Eng.* 51, 111–123. doi:10.1016/j.compchemeng.2012.06.001
- Kublik, F., Steck, E., 1992. Comparison of two constitutive models with one- and multiaxial experiments, in: *Finite Inelastic Deformations—Theory and Applications*. Springer, pp. 37–46.
- Kunkel, R., Kollmann, F.G., 1997. Identification of constants of a viscoplastic constitutive model for a single crystal alloy. *Acta Mech.* 124, 27–45.
- Kwon, D., Chaudhri, M.M., Cheng, Y.-T., Kraft, O., 2012. Introduction. *J. Mater. Res.* 27, 1. doi:10.1557/jmr.2011.419
- Lam, Y.C., Khoddam, S., Thomson, P.F., 1998. Inverse computational method for constitutive parameters obtained from torsion, plane-strain and axisymmetric compression tests. *J. Mater. Process. Technol.* 83, 62–71.
- Lan, H., Venkatesh, T.A., 2007. Determination of the elastic and plastic properties of materials through instrumented indentation with reduced sensitivity. *Acta Mater.* 55, 2025–2041. doi:10.1016/j.actamat.2006.11.012
- Larsson, P.-L., Giannakopoulos, A.E., Söderlund, E., Rowcliffe, D.J., Vestergaard, R., 1996. Analysis of Berkovich indentation. *Int. J. Solids Struct.* 33, 221–248. doi:10.1016/0020-7683(95)00033-7
- Laursen, T.A., Simo, J.C., 1992. A study of the mechanics of microindentation using finite elements. *J. Mater. Res.* 7, 618–626.
- Le Bourhis, E., 2008. Indentation mechanics and its application to thin film characterization. *Vacuum* 82, 1353–1359. doi:10.1016/j.vacuum.2008.03.077
- Le, M.-Q., 2009. Material characterization by dual sharp indenters. *Int. J. SOLIDS Struct.* 46, 2988–2998. doi:10.1016/j.ijsolstr.2009.03.027
- Le, M.-Q., 2008. A computational study on the instrumented sharp indentations with dual indenters. *Int. J. Solids Struct.* 45, 2818–2835. doi:10.1016/j.ijsolstr.2007.12.022
- Lee, C.H., Masaki, S., Kobayashi, S., 1972. Analysis of ball indentation. *Int. J. Mech. Sci.* 14, 417–426.
- Lee, E.H., Radok, J.R.M., 1960. The Contact Problem for Viscoelastic Bodies. *J. Appl. Mech.* 27, 438–444. doi:10.1115/1.3644020
- Lemaitre, J., Chaboche, J.-L., 1996. *Mécanique des matériaux solides*. Dunod, Paris.
- Lemaitre, J., Desmorat, R., 2005. *Engineering damage mechanics ductile, creep, fatigue and brittle failures*. Springer, Berlin; New York.
- Leotoing, L., 2015. *Caractérisation et modélisation de comportements mécaniques limites de matériaux (Accreditation to supervise research)*. Université de Rennes 1.

- Levenberg, K., 1944. A method for the solution of certain non-linear problems in least squares. *Q. J. Appl. Mathematics* II, 164–168.
- Li, X., Bhushan, B., 2002. A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications. *Mater. Charact.* 48, 11–36.
- Lichinchi, M., Lenardi, C., Haupt, J., Vitali, R., 1998. Simulation of Berkovich nanoindentation experiments on thin films using finite element method. *Thin Solid Films* 312, 240–248. doi:10.1016/S0040-6090(97)00739-6
- Liu, C.-K., Lee, S., Sung, L.-P., Nguyen, T., 2006. Load-displacement relations for nanoindentation of viscoelastic materials. *J. Appl. Phys.* 100, 1–9. doi:10.1063/1.2220649
- Liu, E., Xiao, G., Wang, H., Yang, X., Shu, X., 2016. Determination of the Poisson's ratio of viscoelastic materials based on the linear rheological model using instrumented indentation. *Soft Mater.* 14, 38–45. doi:10.1080/1539445X.2015.1116447
- Liu, L., Ogasawara, N., Chiba, N., Chen, X., 2009. Can indentation technique measure unique elastoplastic properties? *J. Mater. Res.* 24, 784–800. doi:10.1557/jmr.2009.0100
- Lockett, F.J., 1963. Indentation of a rigid/plastic material by a conical indenter. *J. Mech. Phys. Solids* 11, 345–355. doi:10.1016/0022-5096(63)90035-8
- Loubet, J., Georges, J.M., Marchesini, O., Meille, G., 1984. Vickers indentation curves of magnesium oxide (MgO), *Journal of lubrication technology*. American Society of Mechanical Engineers, New York, NY, ETATS-UNIS.
- Loubet, J.L., Lucas, B.N., Oliver, W.C., 1995. Some Measurements of Viscoelastic Properties with the Help of Nanoindentation. *NIST Spec. Publ.* 89631 31–34.
- Love, A., 1939. Boussinesq's problem for a rigid cone. *Q. J. Math.* 161–175.
- Lucas, B., Oliver, W., Swindeman, J., 1998. The dynamics of frequency-specific, depth-sensing indentation testing. *MRS Proc.* 522, 3.
- Lucca, D.A., Herrmann, K., Klopstein, M.J., 2010. Nanoindentation: Measuring methods and applications. *CIRP Ann. - Manuf. Technol.* 59, 803–819. doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.cirp.2010.05.009
- Ludwik, P., 1908. *Die Kegeldruckprobe, ein neues Verfahren zur Härtebestimmung von Materialien*. Springer, Berlin.
- Luo, J., Lin, J., 2007. A study on the determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using two sharp indenters. *Int. J. Solids Struct.* 44, 5803–5817. doi:10.1016/j.ijsolstr.2007.01.029
- Luo, S.-N., Swadener, J.G., Ma, C., Tschauner, O., 2007. Examining crystallographic orientation dependence of hardness of silica stishovite. *Phys. B Condens. Matter* 399, 138–142. doi:10.1016/j.physb.2007.06.011
- Ma, Z.S., Zhou, Y.C., Long, S.G., Zhong, X.L., Lu, C., 2012. Characterization of stress-strain relationships of elastoplastic materials: An improved method with conical and pyramidal indenters. *Mech. Mater.* 54, 113–123. doi:10.1016/j.mechmat.2012.07.006
- Mahnken, R., 2000. A comprehensive study of a multiplicative elastoplasticity model coupled to damage including parameter identification. *Comput. Struct.* 74, 179–200.
- Mahnken, R., 1999. Aspects on the finite-element implementation of the Gurson model including parameter identification. *Int. J. Plast.* 15, 1111–1137.
- Mahnken, R., Stein, E., 1997. Parameter identification for finite deformation elasto-plasticity in principal directions. *Comput Methods Appl Mech Engrg* 147, 17–39.
- Mahnken, R., Stein, E., 1996a. Parameter identification for viscoplastic models based on analytical derivatives of a least-squares functional and stability investigations. *Int. J. Plast.* 12, 451–479. doi:10.1016/S0749-6419(95)00016-X

- Mahnken, R., Stein, E., 1996b. A unified approach for parameter identification of inelastic material models in the frame of the finite element method. *Comput. Methods Appl. Mech. Eng.* 136, 225–258.
- Mahnken, R., Stein, E., 1994. The identification of parameters for visco-plastic models via finite-element methods and gradient methods. *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.* 2, 597.
- Marquardt, D., 1963. An Algorithm for Least-Squares Estimation of Nonlinear Parameters. *J. Soc. Ind. Appl. Math.* 11, 431–441. doi:10.1137/0111030
- Marteau, J., Bigerelle, M., Bouvier, S., Iost, A., 2014. Reflection on the measurement and use of the topography of the indentation imprint: Reflection on the measurement and use of imprints. *Scanning* 36, 115–126. doi:10.1002/sca.21107
- Marteau, J., Bouvier, S., Bigerelle, M., 2015. Review on Numerical Modeling of Instrumented Indentation Tests for Elastoplastic Material Behavior Identification. *Arch. Comput. Methods Eng.* 22, 577–593. doi:10.1007/s11831-014-9134-8
- Martens, A., 1898. *Handbuch der Materialienkunde für den Maschinenbau*, Springer. ed. Berlin.
- Mazeran, P.-E., Beyaoui, M., Bigerelle, M., Guigon, M., 2012. Determination of mechanical properties by nanoindentation in the case of viscous materials. *Int. J. Mater. Res.* 103, 715–722. doi:10.3139/146.110687
- Meijer, R., Douven, L.F.A., Oomens, C.W.J., 1999. Characterisation of Anisotropic and Non-linear Behaviour of Human Skin *In Vivo*. *Comput. Methods Biomech. Biomed. Engin.* 2, 13–27. doi:10.1080/10255849908907975
- Meng, L., Breitkopf, P., Le Quilliec, G., 2017. An insight into the identifiability of material properties by instrumented indentation test using manifold approach based on P-h curve and imprint shape. *Int. J. Solids Struct.* 106–107, 13–26. doi:10.1016/j.ijsolstr.2016.12.002
- Méric, L., Poubanne, P., Cailletaud, G., 1991. Single crystal modeling for structural calculations: part 1—model presentation. *J. Eng. Mater. Technol.* 113, 162–170.
- Meuwissen, M.H.H., Oomens, C.W.J., Baaijens, F.P.T., Petterson, R., Janssen, J.D., 1998. Determination of the elasto-plastic properties of aluminium using a mixed numerical-experimental method. *J. Mater. Process. Technol.* 75, 204–211.
- Meyer, E., 1908. Investigations of hardness testing and hardness. *Phys Z* 9, 66.
- Mohs, F., 1825. *Treatise on Mineralogy*.
- Mohs, F., Haidinger, A., 1822. Hardness, in: *Treatise on Mineralogy or the Natural History of the Mineral Kingdom*. Edinburgh, pp. 300–307.
- Moussa, C., Hernot, X., Bartier, O., Delattre, G., Mauvoisin, G., 2014. Identification of the hardening law of materials with spherical indentation using the average representative strain for several penetration depths. *Mater. Sci. Eng. A* 606, 409–416. doi:10.1016/j.msea.2014.03.123
- Moussa, C., Hernot, X., Bartier, O., Delattre, G., Mauvoisin, G., 2013. Evaluation of the tensile properties of a material through spherical indentation: definition of an average representative strain and a confidence domain. *J. Mater. Sci.* 49, 592–603. doi:10.1007/s10853-013-7739-1
- Müller, D., Hartmann, G., 1989. Identification of Materials Parameters for Inelastic Constitutive Models Using Principles of Biologic Evolution. *J. Eng. Mater. Technol.* 111, 299. doi:10.1115/1.3226470
- Myers, S.M., Knapp, J.A., Follstaedt, D.M., Dugger, M.T., 1998. Mechanical properties of nickel ion-implanted with titanium and carbon and their relation to microstructure. *J. Appl. Phys.* 83, 1256. doi:10.1063/1.366823

- Nayebi, A., El Abdi, R., Bartier, O., Mauvoisin, G., 2002. New procedure to determine steel mechanical parameters from the spherical indentation technique. *Mech. Mater.* 34, 243–254.
- Nemecek, J., 2012. Nanoindentation Based Analysis of Heterogeneous Structural Materials, in: Nemecek, J. (Ed.), *Nanoindentation in Materials Science*. InTech.
- Neuder, M., 1980. Identification des lois de comportement de plasticité à partir de l'essai d'indentation (Thèse). Université Pierre et Marie Curie, Paris.
- Newey, D., Wilkins, M.A., Pollock, H.M., 1982. An ultra-low-load penetration hardness tester. *J. Phys. [E]* 15, 119. doi:10.1088/0022-3735/15/1/023
- Ogasawara, N., Chiba, N., Chen, X., 2009. A simple framework of spherical indentation for measuring elastoplastic properties. *Mech. Mater.* 41, 1025–1033. doi:10.1016/j.mechmat.2009.04.010
- Olaf, J.M., Scheer, C., 1993. Finite element analysis of indentation experiments in surfaces and surface coated materials. *Comput. Mater. Sci.* 1, 276–282. doi:10.1016/0927-0256(93)90021-E
- Oliver, W.C., Pethica, J.B., 1989. Method for continuous determination of the elastic stiffness of contact between two bodies. US Patent 4,848,141.
- Oliver, W.C., Pharr, G.M., 2004. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *J. Mater. Res.* 19, 3–20.
- Oliver, W.C., Pharr, G.M., 1992. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.* 7, 1564–1583. doi:10.1557/JMR.1992.1564
- Oomens, C.W.J., Ratingen, M.R. v., Janssen, J.D., Kok, J.J., Hendriks, M.A.N., 1993. A numerical-experimental method for a mechanical characterization of biological materials. *J. Biomech.* 26, 617–621. doi:10.1016/0021-9290(93)90024-9
- Oyen, M., Taylor, D., 2009. Special issue on nanoindentation of biological materials. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 2, 311.
- Oyen, M.L. (Ed.), 2011. *Handbook of nanoindentation with biological applications*. Pan Stanford Publ, Singapore.
- Oyen, M.L., Cook, R.F., 2003. Load–displacement behavior during sharp indentation of viscous–elastic–plastic materials. *J. Mater. Res.* 18, 139–150. doi:10.1557/JMR.2003.0020
- Pac, M.-J., Giljean, S., Pinot, Y., Rousselot, C., Delobelle, P., 2016. Dureté et module d'indentation de films minces de nitrures de titane et d'aluminium architecturés en multicouches nanométriques. Presented at the Indentation 2016, Lille, France.
- Pac, M.-J., Giljean, S., Rousselot, C., Richard, F., Delobelle, P., 2014. Microstructural and elasto-plastic material parameters identification by inverse finite elements method of $Ti(1-x)AlxN$ ($0 < x < 1$) sputtered thin films from Berkovich nano-indentation experiments. *Thin Solid Films* 569, 81–92. doi:10.1016/j.tsf.2014.07.037
- Pantano, M.F., Espinosa, H.D., Pagnotta, L., 2012. Mechanical characterization of materials at small length scales. *J. Mech. Sci. Technol.* 26, 545–561. doi:10.1007/s12206-011-1214-1
- Parenteau, T., 2009. Modélisation micromécanique de composites thermoplastiques élastomères à matrice polypropylène. Université de Bretagne Sud.
- Parenteau, T., Bertevas, E., Ausias, G., Stocck, R., Grohens, Y., Pilvin, P., 2014. Characterisation and micromechanical modelling of the elasto-viscoplastic behavior of thermoplastic elastomers. *Mech. Mater.* 71, 114–125. doi:10.1016/j.mechmat.2013.06.010

- Pelletier, H., Krier, J., Cornet, A., Mille, P., 2000. Limits of using bilinear stress strain curve for finite element modeling of nanoindentation response on bulk materials. *Thin Solid Films* 379, 147–155. doi:10.1016/S0040-6090(00)01559-5
- Pethica, J.B., Hutchings, R., Oliver, W.C., 1983. Hardness measurement at penetration depths as small as 20 nm. *Philos. Mag. A* 48, 593–606. doi:10.1080/01418618308234914
- Phadikar, J.K., Bogetti, T.A., Karlsson, A.M., 2013. On the uniqueness and sensitivity of indentation testing of isotropic materials. *Int. J. Solids Struct.* 50, 3242–3253. doi:10.1016/j.ijsolstr.2013.05.028
- Pharr, G.M., Oliver, W.C., Brotzen, F.R., 1992. On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation. *J. Mater. Res.* 7, 613–617. doi:10.1557/JMR.1992.0613
- Pilvin, P., 1990. Approches multiéchelles pour la prévision du comportement anélastique des métaux. (Thèse). Université Paris VI.
- Pilvin, P., 1988. Identification des paramètres de modèles de comportement, in: *International Seminar on the Inelastic Behaviour of Solids: Models and Utilization*. Presented at the MECAMAT seminar, Besançon, France.
- Pilvin, P., 1985. Identification objective de lois de comportement. Presented at the Association Universitaire de Génie Civil, Lyon, France.
- Pilvin, P., 1983. Modélisation du comportement d'assemblages des structures à barres. Thèse, Université Paris VI, Paris, France. (Thèse). Université Paris VI.
- Pilvin, P., Cailletaud, G., 1993. Material parameter estimation for modern constitutive equations, in: *Identification and Inverse Problems: A Modular Approach*, Presented at the 1993 ASME Winter Annual Meeting, New Orleans, Louisiana, November 28-December 3, 1993.
- Placet, V., Trivaudey, F., Cisse, O., Gucheret-Retel, V., Boubakar, M.L., 2012. Diameter dependence of the apparent tensile modulus of hemp fibres: A morphological, structural or ultrastructural effect? *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 43, 275–287. doi:10.1016/j.compositesa.2011.10.019
- Poilâne, C., Cherif, Z.E., Richard, F., Vivet, A., Ben Doudou, B., Chen, J., 2014. Polymer reinforced by flax fibres as a viscoelastoplastic material. *Compos. Struct.* 112, 100–112. doi:10.1016/j.compstruct.2014.01.043
- Pottier, T., 2010. Identification paramétrique par recalage de modèles éléments finis couplée à des mesures de champs cinématiques et thermiques (Thèse de doctorat). Université de Savoie.
- Qasmi, M., 2005. La nanoindentation simulée par la méthode des éléments finis associée aux algorithmes d'analyse inverse un outil pour accéder aux propriétés mécaniques locales des matériaux. Quelques applications (Thèse doctorat). Université de Franche-Comté, Besançon, France.
- Qasmi, M., Delobelle, P., Richard, F., Bosseboeuf, A., 2006. Effect of the residual stress on the determination through nanoindentation technique of the Young's modulus of W thin film deposit on SiO₂/Si substrate. *Surf. Coat. Technol.* 200, 4185–4194. doi:10.1016/j.surfcoat.2004.12.020
- Qasmi, M., Delobelle, P., Richard, F., Brun, C., Fromm, M., 2004. Viscoelastic mechanical properties determined by nanoindentation tests and its numerical modelling of polypropylene modified by He⁺ particle implantation and e⁻ irradiation. *Prog. Org. Coat.* 51, 195–204. doi:10.1016/j.porgcoat.2004.07.012
- Randall, N.X., Consiglio, R., 2000. Nanoscratch tester for thin film mechanical properties characterization. *Rev. Sci. Instrum.* 71, 2796. doi:10.1063/1.1150695
- Rauchs, G., Bardon, J., 2011. Identification of elasto-viscoplastic material parameters by indentation testing and combined finite element modelling and numerical optimization. *Finite Elem. Anal. Des.* 47, 653–667.

- Réaumur, 1722. L'Art de convertir le fer forgé en acier et l'Art d'adoucir le fer fondu, ou de faire des ouvrages de fer fondu aussi finis que de fer forgé. M. Brunet.
- Reichert, P., Vanrolleghem, P., 2001. Identifiability and uncertainty analysis of the river water quality model no. 1 (RWQM1). *Water Sci. Technol. J. Int. Assoc. Water Pollut. Res.* 43, 329–338.
- Renner, E., 2016. Vers l'identification d'une loi de plasticité monocristalline par analyse topographique d'empreintes Berkovich (Thèse de doctorat). Université de Franche-Comté, Besançon, France.
- Renner, E., Gaillard, Y., Richard, F., Amiot, F., Delobelle, P., 2016. Sensitivity of the residual topography to single crystal plasticity parameters in Berkovich nanoindentation on FCC nickel. *Int. J. Plast.* 77, 118–140. doi:10.1016/j.ijplas.2015.10.002
- Richard, F., 1999. Identification du comportement et évaluation de la fiabilité des composites stratifiés (Thèse de doctorat). Université de Franche-Comté, Besançon, France.
- Richard, F., Delobelle, P., Leclerc, S., Bouffioux, P., Rousselier, G., others, 2003. Modeling of the cold worked stress relieved Zr-4 cladding tubes mechanical behavior under PWR operating conditions. Presented at the International Conference on Structural Mechanics in Reactor Technology (SMiRT 17), Prague, Czech Republic.
- Richard, F., Villars, M., Thibaud, S., 2013. Viscoelastic modeling and quantitative experimental characterization of normal and osteoarthritic human articular cartilage using indentation. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 24, 41–52. doi:10.1016/j.jmbbm.2013.04.012
- Robinet, P., 1995. Étude expérimentale et modélisation du comportement viscoplastique anisotrope du zircaloy 4 dans deux états métallurgiques (Thèse de doctorat). Université de Franche-Comté.
- Rockwell, H.M., Rockwell, S.P., 1919. Hardness-tester. US Patent 1,294,171.
- Schäffler, I., 1997. Modélisation du comportement élasto-viscoplastique anisotrope des tubes de gaine du crayon combustible entre zéro et quatre cycles de fonctionnement en réacteur à eau pressurisée (Thèse de doctorat). Université de Franche-Comté, Besançon, France.
- Schäffler, I., Geyer, P., Bouffioux, P., Delobelle, P., 2000. Thermomechanical Behavior and Modeling Between 350°C and 400°C of Zircaloy-4 Cladding Tubes From an Unirradiated State to High Fluence (0 to $85 \cdot 10^{24}$ nm⁻²), E \geq 1 MeV). *J. Eng. Mater. Technol.* 122, 168. doi:10.1115/1.482783
- Schiffmann, K.I., 2006. Nanoindentation creep and stress relaxation tests of polycarbonate: Analysis of viscoelastic properties by different rheological models. *Int. J. Mater. Res.* 97, 1199–1211. doi:10.3139/146.101357
- Schnur, D.S., Zabaraz, N., 1992. An inverse method for determining elastic material properties and a material interface. *Int. J. Numer. Methods Eng.* 33, 2039–2057.
- Schwiedrzik, J.J., Zysset, P.K., 2015. Quantitative analysis of imprint shape and its relation to mechanical properties measured by microindentation in bone. *J. Biomech.* 48, 210–216. doi:10.1016/j.jbiomech.2014.12.001
- Senseny, P.E., Brodsky, N.S., DeVries, K.L., 1993. Parameter Evaluation for a Unified Constitutive Model. *J. Eng. Mater. Technol.* 115, 157–162. doi:10.1115/1.2904201
- Shore, A.F., 1907. An instrument for testing hardness. *Am Mach* 747–751.
- Smith, R., Sandly, G., 1922. An Accurate Method of Determining the Hardness of Metals, with Particular Reference to Those of a High Degree of Hardness*. *Proc. Inst. Mech. Eng.* 102, 623–641.
- Sneddon, I.N., 1965. The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *Int. J. Eng. Sci.* 3, 47–57. doi:10.1016/0020-7225(65)90019-4

- Sneddon, I.N., 1948. Boussinesq's problem for a rigid cone. *Math. Proc. Camb. Philos. Soc.* 44, 492. doi:10.1017/S0305004100024518
- Stelmashenko, N.A., Walls, M.G., Brown, L.M., Milman, Y.V., 1993. Microindentations on W and Mo oriented single crystals: An STM study. *Acta Metall. Mater.* 41, 2855–2865. doi:10.1016/0956-7151(93)90100-7
- Storåkers, B., Larsson, P.-L., 1994. On Brinell and Boussinesq indentation of creeping solids. *J. Mech. Phys. Solids* 42, 307–332. doi:10.1016/0022-5096(94)90012-4
- Suresh, S., Giannakopoulos, A.E., 1998. A new method for estimating residual stresses by instrumented sharp indentation. *Acta Mater.* 46, 5755–5767. doi:10.1016/S1359-6454(98)00226-2
- Swaddiwudhipong, S., Hua, J., Tho, K.K., Liu, Z.S., 2006. Equivalency of Berkovich and conical load-indentation curves. *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.* 14, 71–82. doi:10.1088/0965-0393/14/1/006
- Swaddiwudhipong, S., Tho, K.K., Liu, Z.S., Hua, J., Ooi, N.S.B., 2005. Material characterization via least squares support vector machines. *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.* 13, 993–1004. doi:10.1088/0965-0393/13/6/013
- Syed Asif, S.A., Wahl, K.J., Colton, R.J., Warren, O.L., 2001. Quantitative imaging of nanoscale mechanical properties using hybrid nanoindentation and force modulation. *J. Appl. Phys.* 90, 1192. doi:10.1063/1.1380218
- Tabor, D., 1951. *The hardness of metals*. Clarendon Press.
- Tabor, D., 1948. A Simple Theory of Static and Dynamic Hardness. *Proc. R. Soc. Math. Phys. Eng. Sci.* 192, 247–274. doi:10.1098/rspa.1948.0008
- Tan, X.H., Shen, Y.-L., 2005. Modeling analysis of the indentation-derived yield properties of metallic multilayered composites. *Compos. Sci. Technol.* 65, 1639–1646. doi:10.1016/j.compscitech.2004.12.051
- Tarantola, A., 1987. *Inverse problem theory: methods for data fitting and model parameter estimation*. Elsevier, Amsterdam.
- Thibaud, S., Ben Hmida, R., Richard, F., Malécot, P., 2012. A fully parametric toolbox for the simulation of single point incremental sheet forming process: Numerical feasibility and experimental validation. *Simul. Model. Pract. Theory* 29, 32–43. doi:10.1016/j.simpat.2012.07.004
- Tho, K.K., Swaddiwudhipong, S., Liu, Z.S., Zeng, K., Hua, J., 2004. Uniqueness of reverse analysis from conical indentation tests. *J. Mater. Res.* 19, 2498–2502. doi:10.1557/JMR.2004.0306
- Tichonov, A.N., Arsenin, V.Y., 1977. *Solutions of ill-posed problems*, Scripta series in mathematics. Winston-Wiley, Washington, D.C.
- Tiwari, A., 2016. *Applied Nanoindentation in Advanced Materials, Microsystem and Nanotechnology Series (ME20) Series*. John Wiley & Sons, Limited.
- Todhunter, I., 1893. *A History of the Theory of Elasticity and of the Strength of Materials: From Galilei to the Present Time*, Pearson. ed, *A History of the Theory of Elasticity and of the Strength of Materials: From Galilei to the Present Time*. University Press.
- Van Groenou, A.B., Kadijk, S.E., 1989. Slip patterns made by sphere indentations on single crystal MnZn ferrite. *Acta Metall.* 37, 2613–2624. doi:10.1016/0001-6160(89)90294-0
- VanLandingham, M.R., 2003. Review of instrumented indentation. *J Res Natl Inst Stand Technol* 108, 249–265.
- Venkatesh, T.A., Vliet, K.J.V., Giannakopoulos, A.E., Suresh, S., 2000. Determination of elasto-plastic properties by instrumented sharp indentation: guidelines for property extraction. *Scr. Mater.* 42, 833–839. doi:10.1016/S1359-6462(00)00311-0

- Villars, M., 2011. Influence des propriétés rhéologiques et géométriques de l'articulation coxo-fémorale sur les champs de pression de contact au cours de différentes activités de la vie quotidienne (Thèse de doctorat). Université de Franche-Comté, Besançon, France.
- Wade, W., 1856. Hardness of metals, in: Reports on Experiments on the Strength and Other Properties of Metals for Cannon with a Description of the Machines for Testing Metals, and of the Classification of Cannon in Service. Henry Carey Baird, Philadelphia, pp. 259–275, 313–314.
- Walley, S.M., 2012. Historical origins of indentation hardness testing. *Mater. Sci. Technol.* 28, 1028–1044. doi:10.1179/1743284711Y.0000000127
- Wang, H.F., Bangert, H., 1993. Three-dimensional finite element simulation of Vickers indentation on coated systems. *Mater. Sci. Eng. A* 163, 43–50. doi:10.1016/0921-5093(93)90576-Z
- Wang, M., Wu, J., Zhan, X., Guo, R., Hui, Y., Fan, H., 2016. On the determination of the anisotropic plasticity of metal materials by using instrumented indentation. *Mater. Des.* 111, 98–107. doi:10.1016/j.matdes.2016.08.076
- Woïrgard, J., 2006. Some results on the indentation of an elastic half space. *Philos. Mag.* 86, 5199–5217. doi:10.1080/14786430600651970
- Yang, F., Li, J.C.M., Nix, W.D., 2008. Micro and nano mechanical testing of materials devices. Springer, New York (N.Y.).
- Yang, S., Zhang, Y.-W., Zeng, K., 2004. Analysis of nanoindentation creep for polymeric materials. *J. Appl. Phys.* 95, 3655–3666. doi:10.1063/1.1651341
- Zambaldi, C., Raabe, D., 2010. Plastic anisotropy of γ -TiAl revealed by axisymmetric indentation. *Acta Mater.* 58, 3516–3530. doi:10.1016/j.actamat.2010.02.025
- Zhao, M., Ogasawara, N., Chiba, N., Chen, X., 2006. A new approach to measure the elastic-plastic properties of bulk materials using spherical indentation. *Acta Mater.* 54, 23–32. doi:10.1016/j.actamat.2005.08.020
- Zhu, L.-N., Xu, B.-S., Wang, H.-D., Wang, C.-B., 2014. Measurement of Residual Stresses Using Nanoindentation Method. *Crit. Rev. Solid State Mater. Sci.* 40, 77–89. doi:10.1080/10408436.2014.940442

Annexes

Table des annexes

1. Notice biographique.....	175
2. Synthèse de la carrière.....	177
2.1. Animation d'une nouvelle formation (2001-05).....	177
2.2. Développement d'une nouvelle école d'ingénieurs (2005-12).....	177
2.3. Renforcement des activités de recherche (2012->).....	178
3. Activités scientifiques.....	179
3.1. Axes de recherche.....	179
3.1.1. Identification du comportement et fiabilité probabiliste (2000-05).....	179
3.1.2. Analyse inverse d'essais d'indentation et de formage (2000->).....	179
3.2. Encadrement et animation de la recherche.....	181
3.2.1. Responsabilité d'animation.....	181
3.2.2. Encadrement de thèses.....	181
3.2.3. Encadrement de masters.....	182
3.3. Valorisation de la recherche.....	182
3.3.1. Responsabilité de contrats industriels.....	182
3.3.2. Participations à des projets.....	182
3.4. Rayonnement.....	183
3.4.1. Expert.....	183
3.4.2. Reviewer.....	183
3.4.3. Membre de jurys de thèse (hors co-encadrement).....	183
3.4.4. Diffusion.....	183
4. Activités pédagogiques.....	185
4.1. Service d'enseignement.....	185
4.2. Responsabilités d'animation.....	186
4.2.1. Responsable de diplôme.....	186
4.2.2. Responsable d'année et d'option d'école d'ingénieur.....	186
4.2.3. Responsable des stages.....	186
4.2.4. Responsable de modules.....	186
4.3. Création d'enseignement.....	187
4.3.1. Niveau Licence.....	187
4.3.2. Niveau Master.....	187

4.3.3.	Pédagogie par projets.....	188
4.3.4.	Contenu et activité pédagogique en ligne	189
4.4.	Encadrement de stages	189
4.5.	Rayonnement et activités internationales.....	189
5.	Responsabilités Collectives	191
5.1.	Administratives	193
5.2.	Membre de commissions de spécialistes et comités de sélection	193
5.3.	Membre de jurys divers (hors LMD et Ing.).....	193
6.	Production scientifique.....	194
6.1.	Articles dans des revues à comités de lecture	194
6.1.1.	[ACL] Articles dans des revues internationales à comité de lecture (Rang A)	194
6.1.2.	[ACLN] Articles dans des revues nationales à comité de lecture	195
6.2.	Communications avec actes	195
6.2.1.	[ACTI] Conférences avec actes dans des congrès internationaux.....	195
6.2.2.	[ACTN] Conférences avec actes dans des congrès nationaux.....	197
6.3.	Autres	198
6.3.1.	[COM] Communications sans actes.....	198
6.3.2.	[INV] Conférences données à l'invitation du Comité d'organisation.....	199
6.3.3.	[OS] Ouvrages et chapitres d'ouvrage	199
6.3.4.	[AP] Rapports scientifiques	199
6.3.5.	Création et développement logiciel.....	199
6.4.	Quelques indicateurs bibliométriques.....	200
6.4.1.	Quantité (ACL et ACT).....	200
6.4.2.	Indices divers.....	200

Production scientifique

6.1. Articles dans des revues à comités de lecture

6.1.1. [ACL] Articles dans des revues internationales à comité de lecture (Rang A)

[ACL12] E. Renner, Y. Gaillard, F. Richard, F. Amiot, and P. Delobelle, Sensitivity of the residual topography to single crystal plasticity parameters in Berkovich nanoindentation on FCC nickel, *International Journal of Plasticity*, vol. 77, pp. 118–140, 2016.

[ACL11] Pac, M.-J., S. Giljean, C. Rousselot, F. Richard, and P. Delobelle, Microstructural and elastoplastic material parameters identification by inverse finite elements method of $Ti(1-x)AlxN$ ($0 < x < 1$) sputtered thin films from Berkovich nano-indentation experiments, *Thin Solid Films*, vol. 569, pp. 81–92, 2014.

[ACL10] C. Poilâne, Z. E. Cherif, F. Richard, A. Vivet, B. Ben Doudou, and J. Chen, Polymer reinforced by flax fibres as a viscoelastoplastic material, *Composite Structures*, vol. 112, pp. 100–112, Jun. 2014.

[ACL09] F. Richard, M. Villars, and S. Thibaud, Viscoelastic modeling and quantitative experimental characterization of normal and osteoarthritic human articular cartilage using indentation, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, vol. 24, pp. 41–52, Aug. 2013.

[ACL08] R. Ben Hmida, S. Thibaud, A. Gilbin, and F. Richard, Influence of the initial grain size in single point incremental forming process for thin sheets metal and microparts: Experimental investigations, *Materials & Design*, vol. 45, pp. 155–165, Mar. 2013.

[ACL07] S. Thibaud, R. Ben Hmida, F. Richard, and P. Malécot, A fully parametric toolbox for the simulation of single point incremental sheet forming process: Numerical feasibility and experimental validation, *Simulation Modelling Practice and Theory*, vol. 29, pp. 32–43, 2012.

[ACL06] S. Carbillet, F. Richard, and M. L. Boubakar, Reliability indicator for layered composites with strongly non-linear behaviour, *Composites Science and Technology*, vol. 69, no. 1, pp. 81–87, 2009.

[ACL05] M. Qasmi, P. Delobelle, F. Richard, and A. Bosseboeuf, Effect of the residual stress on the determination through nanoindentation technique of the Young's modulus of W thin film deposit on SiO_2/Si substrate, *Surface and coatings technology*, vol. 200, no. 14, pp. 4185–4194, 2006.

[ACL04] M. Qasmi, P. Delobelle, F. Richard, C. Brun, and M. Fromm, Viscoelastic mechanical properties determined by nanoindentation tests and its numerical modelling of polypropylene modified by He^+ particle implantation and $e(-)$ irradiation, *Progress in Organic Coatings*, vol. 51, no. 3, pp. 195–204, 2004.

[ACL03] F. Richard and D. Perreux, The safety-factor calibration of laminates for long-term applications: behavior model and reliability method, *Composites science and technology*, vol. 61, no. 14, pp. 2087–2094, 2001.

- [ACL02]** F. Richard and D. Perreux, A reliability method for optimization of +rho,-rho (n) fiber reinforced composite pipes, *Reliability Engineering & System Safety*, vol. 68, no. 1, pp. 53–59, 2000.
- [ACL01]** L. Ferry, D. Perreux, J. Rousseau, and F. Richard, Interaction between plasticity and damage in the behaviour of +phi, -phi (n) fibre reinforced composite pipes in biaxial loading (internal pressure and tension), *Composites Part B-Engineering*, vol. 29, no. 6, pp. 715–723, 1998.

6.1.2. [ACLN] Articles dans des revues nationales à comité de lecture

- [ACLN05]** M. Villars, P. Clément, S. Mith, L. Carpentier, P. Garbuio, and F. Richard, Micro-indentation et couplage essais-calculs pour l'identification par méthode inverse du comportement mécanique non linéaire du cartilage fémoral humain, *Matériaux & Techniques*, vol. 99, no. 2, pp. 253–259, 2011.
- [ACLN04]** P. Delobelle, S. Dali, and F. Richard, Interprétation du module d'indentation dans le cas des matériaux anisotropes et/ou actifs, *Matériaux & Techniques*, vol. 99, no. 2, pp. 185–196, 2011.
- [ACLN03]** P. Delobelle, F. Richard, and M. Qasmi, Quelques potentialités de l'essai de nanoindentation. Cas du nickel polycristallin et électrodéposé : interprétation du module d'indentation, de la dureté, des effets d'échelle et des paramètres d'identification inverse, *Matériaux & Techniques*, vol. 96, no. Hors-Série, pp. 83–94, 2008.
- [ACLN02]** S. Carbillet, F. Richard, D. H. Bassir, M. L. Boubakar, and F. Thiébaud, Algorithme hybride pour l'identification du comportement non linéaire d'un CMO, *Revue des composites et des matériaux avancés*, vol. 15, no. 1, pp. 71–87, 2005.
- [ACLN01]** F. Richard, J. Rousseau, L. Ferry, and D. Perreux, Optimisation du dimensionnement d'une structure composite : Prise en compte du risque de défaillance, *Revue des composites et des matériaux avancés*, vol. 8, pp. 167–188, 1998.

6.2. Communications avec actes

6.2.1. [ACTI] Conférences avec actes dans des congrès internationaux

- [ACTI20]** H. Yang, F. Richard, F. Gehring, C. Poilâne, Nonlinear behavior of flax/epoxy unidirectional composite, ICNF2017 - *3rd international conference on natural fibers*, Braga, Portugal, 2017.
- [ACTI19]** R. Ben Hmida, S. Thibaud, F. Richard, G. Hapsari, P. Malécot, Numerical prediction of the forming limit diagrams for characterizing the thin sheet formability, *17th International Conference on Sheet Metal*, SHEMET17, Palermo, Italy, 2017
- [ACTI18]** G. Hapsari, R. Ben Hmida, F. Richard, S. Thibaud, P. Malécot, A Procedure for Ductile Damage Parameters Identification by Micro Incremental Sheet Forming, *17th International Conference on Sheet Metal*, SHEMET17, Palermo, Italy, 2017
- [ACTI17]** G. Hapsari, R. Ben Hmida, F. Richard, S. Thibaud, P. Malécot, Hardening law identification by micro incremental sheet forming: a sensitivity study, Numiform, Troyes, France, 2016.
- [ACTI16]** R. Ben Hmida, G. Hapsari, F. Richard, S. Thibaud and P. Malécot, Numerical determination of the forming limit diagram for thin sheet metal foil from a ductile damage model identified via Micro-Single Point Incremental Forming tests, Numiform, Troyes, France, 2016.
- [ACTI15]** E. Renner, Y. Gaillard, F. Richard, P. Delobelle and F. Amiot, On the identifiability of the slip system interaction matrix from residual topography left by nanoindentation in Nickel, *in European Solid Mechanics Conference (ESMC9)*, Madrid, Spain, 2015.

- [ACTI14]** R. Ben Hmida, F. Richard, S. Thibaud, P. Malécot, Elastic-plastic damage behavior identification in micro scale length from instrumented micro-single point incremental forming, in *International conference on Micromanufacturing (ICOMM2015)*, Milan, Italy, 2015.
- [ACTI13]** R. Ben Hmida, S. Thibaud, F. Richard, and P. Malécot, 3D finite element simulation study of micro single point incremental forming, in *International conference on COmputational methods in Manufacturing Processes (ICOMP'14)*, Saint-Étienne, France, 2014.
- [ACTI12]** E. Renner, P. Delobelle, Y. Gaillard, F. Richard, Anisotropy and crystal plasticity analysis of a FCC nickel polycrystal by nanoindentation and numerical modeling, in *European Mechanics of Materials Conference (EMMC14)*, Gothenburg, Sweden, 2014.
- [ACTI11]** R. Ben Hmida, S. Thibaud, F. Richard, and P. Malécot, Simulation et validation expérimentale de procédé de formage incrémental mono-point des tôles en faibles épaisseurs, in *International Congress Design and Modelling of Mechanical Systems (CMSM'2013)*, Djerba, Tunisie, 2013.
- [ACTI10]** P. Clément, M. Villars, S. Mith, L. Carpentier, P. Garbuio, and F. Richard, Micro-indentation and coupling test-calculations for identification by inverse method of nonlinear mechanical behaviour of human femoral head cartilage, in *Human Biomechanics 2010*, Sychrov, Czech Republic, 2010.
- [ACTI09]** C. Barbier, S. Thibaud, F. Richard, and P. Picart, "Size effects on material behavior in microforming", in *International Journal of Material Forming*, Netherlands, ESAFORM 2009, vol. 2, pp. 625–628.
- [ACTI08]** S. Carbillet, F. Richard, and L. Boubakar, "Reliability indicator for laminates with strongly non-linear behavior", in *Shell Structures: Theory and Application*, Gdansk, Poland, 2005, vol. 3.
- [ACTI07]** M. Qasmi, P. Delobelle, and F. Richard, "Elasto-plastic Properties of Electroplated and Polycrystalline Nickel using Numerical Modelling of the Nanoindentation Test Coupled with an Inverse Method", in *Technical Proceedings of the 2004 NSTI Nanotechnology Conference and Trade Show*, Boston, Massachusetts, USA, 2004, vol. 3, pp. 417–420.
- [ACTI06]** S. Carbillet, D. H. Bassir, F. Richard, and M. L. Boubakar, "Identification of non-linear model's parameters for composite laminates", in *European Congress on Computational Methods in Applied Sciences and Engineering (ECCOMAS 2004)*, Jyväskylä, Finland, 2004.
- [ACTI05]** F. Richard, P. Delobelle, S. Leclercq, P. Bouffieux, G. Rousselier, and others, "Modeling of the cold worked stress relieved Zr-4 cladding tubes mechanical behavior under PWR operating conditions", in *SMIRT 17, Div. C*, Prague, Czech Republic, 2003.
- [ACTI04]** P. Delobelle, F. Richard, and S. Leclercq, "A unified model to describe the anisotropic viscoplastic behaviour of zircaloy-4 cladding tubes between 320°C and 400°C from an unirradiated state to high fluence and under fast neutron flux", in *Journal de Physique IV (Proceedings EMMC6)*, Liege, Belgium, 2003, vol. 105, pp. 339–346.
- [ACTI03]** F. Richard and D. Perreux, "The design of composite shells for long term applications by a reliability method", in *Proceedings of the Fifth International Conference on Durability Analysis of Composite Systems-DURACOSYS 2001*, Tokyo, Japan, 2002.
- [ACTI02]** F. Richard and D. Perreux, "About the First Order Reliability Method to design composite shells", in *EMMC4*, Metz, France, 2000.
- [ACTI01]** F. Richard and D. Perreux, "Damage strength optimization of laminates by a reliability-based method", in *Proceedings of the 12th International Conference on Composite Materials (ICCM12)*, 1999, p. 345.

6.2.2. [ACTN] Conférences avec actes dans des congrès nationaux

[ACTN23] M.C. Barick, Y. Gaillard, A. Lejeune, F. Richard, F. Amiot, « Non-unicité des propriétés viscoélastiques déterminées par nanoindentation conique. Cas du polypropylène », *23ème Congrès Français de Mécanique*, Lille, France, 2017.

[ACTN22] Gehring, F., Haomiao, Y., Richard, F., Poilâne, C., « Aspect inélastique des composites lin/époxy », *20ème Journées Nationales sur les Composites (JNC20)*, Champs-sur-Marne, France, 2017.

[ACTN21] E. Renner, Y. Gaillard, F. Richard, F. Amiot et P. Delobelle, « Sur la caractérisation des interactions entre dislocations dans un cristal CFC de Nickel par analyse de la topographie des empreintes Berkovich », *Indentation 2016*, Lille, France, 2016.

[ACTN20] F. Richard, R. Ben Hmida, S. Thibaud, « Identifiabilité des paramètres d'une loi élastoplastique endommageable d'une tôle mince : indentation versus formage incrémental », *Indentation 2014*, Strasbourg, France, 2014.

[ACTN19] E. Renner, Y. Gaillard, F. Richard, P. Delobelle, « Analyse expérimentale et numérique de l'anisotropie et de la plasticité cristalline d'un polycristal de Ni par nanoindentation », *Indentation 2014*, Strasbourg, France, 2014.

[ACTN18] F. Richard, M. Villars, and S. Thibaud, « Comportement viscoélastique endommageable du cartilage articulaire humain normal et arthrosique : modélisation et caractérisation à l'aide d'essais d'indentation instrumenté. Vers une quantification des effets de l'arthrose et de la viscosité du cartilage », *21ème Congrès Français de Mécanique*, Bordeaux, France, 2013.

[ACTN17] E. Renner, P. Delobelle, Y. Gaillard, and F. Richard, « Étude de l'anisotropie et de la plasticité cristalline sur monocristaux de type cfc via la nanoindentation », *21ème Congrès Français de Mécanique*, Bordeaux, France, 2013.

[ACTN16] R. Ben Hmida, S. Thibaud, F. Richard, and P. Malécot, « Modélisation numérique de l'endommagement en formage incrémental des tôles en faibles épaisseurs : Procédures d'identification et Validation », *21ème Congrès Français de Mécanique*, Bordeaux, France, 2013.

[ACTN15] R. Ben Hmida, S. Thibaud, F. Richard, and P. Malécot, « Influence de la taille de grain initiale sur le procédé de formage incrémental des tôles en faibles épaisseurs », *21ème Congrès Français de Mécanique*, Bordeaux, France, 2013.

[ACTN14] M. Pac, S. Giljean, C. Rousselot, F. Richard, and P. Delobelle, « Analyse des propriétés mécaniques de films minces $Ti_{1-x}Al_xN$ ($0 < x < 1$) par nanoindentation et méthode inverse », *Indentation 2012*, Lyon, France, 2012.

[ACTN13] M. Villars, E. Fournier, F. Richard, and S. Thibaud, "Identification of geometrical parameters of femoral heads for hip joint mechanical model", *Computer Methods in Biomechanics and Biomedical Engineering*, vol. 14, no. sup1 (Proceeding SB2011, Besançon, France), pp. 247–248, 2011.

[ACTN12] M. Villars, E. Fournier, and F. Richard, "Identification of material parameters of cartilage for hip joint mechanical model", *Computer Methods in Biomechanics and Biomedical Engineering*, vol. 14, no. sup1 (Proceeding SB2011, Besançon, France), pp. 249–251, 2011.

[ACTN11] C. Barbier, S. Thibaud, F. Richard, and P. Picart, « Modélisation des effets d'échelle sur des structures volumiques », *19ème Congrès Français de Mécanique*, Marseille, France, 2009.

[ACTN10] F. Richard, P. Delobelle, and M. Qasmi, « Propriétés viscoélastiques déterminées par nanoindentation et analyse inverse d'un polypropylène modifié par l'implantation de particules He+ et irradiation aux électrons », *Indentation 2008*, Rennes, France, 2008.

- [ACTN09]** P. Delobelle, F. Richard, and M. Qasmi, « Nanoindentation du nickel polycristallin et électrodéposé. Interprétation du module d'indentation, de la dureté, des effets d'échelle et des paramètres d'identification inverse », *Indentation 2008*, Rennes, France, 2008.
- [ACTN08]** V. Guicheret-Retel, F. Richard, and L. Boubakar, "Reliability for composite structures by using stochastic finite elements methods", *14èmes Journées Nationales sur les Composites (JNC 14)*, Compiègne, France, 2005.
- [ACTN07]** S. Carbillet, F. Richard, and L. Boubakar, « Estimateur de fiabilité pour composites stratifiés à comportement fortement non linéaire », *14èmes Journées Nationales sur les Composites (JNC 14)*, Compiègne, France, 2005.
- [ACTN06]** M. Qasmi, P. Delobelle, and F. Richard, « Influence des contraintes résiduelles sur la détermination du module d'Young des films minces par nanoindentation. Cas du tungstène », *Journée Matière Condensée 9 : Micro et nano indentation, nouveaux matériaux et matériaux durs*, Nancy, France, 2004.
- [ACTN05]** F. Thiébaud, O. Guillon, F. Richard, and D. Perreux, « Etude de l'interface céramique / résine d'un piézocomposite à connectivité 1-3 », *Matériaux 2002*, Tours, France, 2002.
- [ACTN04]** F. Richard, P. Delobelle, and S. Leclerc, « Modélisation des effets de l'irradiation neutronique sur les propriétés mécaniques du Zr-4 en fonction de la température », *Matériaux 2002*, Tours, France, 2002.
- [ACTN03]** M. L. Boubakar, D. Perreux, F. Richard, F. Thiébaud, and F. Trivaudey, « CMO : modélisation, identification, calcul de structures et fiabilités », *Journal de Physique IV (Proceedings Interaction Modèle Expérience)*, Besançon, France, 2002, vol. 12, pp. 227-234.
- [ACTN02]** F. Richard and D. Perreux, « Un modèle de comportement visco-élastoplastique endommagé pour le calibrage des coefficients de sécurité de stratifiés », *12èmes Journées Nationales sur les Composites (JNC 12)*, Cachan, France, 2000.
- [ACTN01]** F. Richard, L. Ferry, D. Perreux, and J. Rousseau, « Probabilité de défaillance d'une structure composite. Optimisation du dimensionnement à fiabilité fixée », *11ème Journées Nationales sur les Composites (JNC 11)*, Arcachon, France, 1998.

6.3. Autres

6.3.1. [COM] Communications sans actes

- [COM08]** H. Yang, F. Richard, F. Gehring, C. Poilâne, "Nonlinear behavior of flax/epoxy unidirectional composite", International Workshop « Dynamic behaviour of green composites », Poitiers, France, 2016
- [COM07]** F. Richard « MIC2M, « Un logiciel d'analyse inverse pour l'identification des propriétés mécaniques des matériaux », Séminaire « Informatique Scientifique », Besançon, France, 2015
- [COM06]** E. Renner, Y. Gaillard, F. Richard, P. Delobelle, "On the identifiability of the slip system interaction matrix from residual topography left by nanoindentation in Nickel", GDRi CNRS MECANO, Marseille, France, 2015
- [COM05]** N. Hermant, X. Pelorson, F. Chouly, and F. Richard, "Finite element model of a vocal fold replica", *8th International Conference on Voice Physiology and Biomechanics (ICVPB 2012)*, Erlangen, Germany, 2012.
- [COM04]** M. Chihaoui, J. Chambert, L. Capek, F. Richard, L. Dzan, and E. Jacquet, "Numerical identification of initial stress within in vivo human skin", ISBS International Symposium - From surface to deepness, International Society for Biophysics and Imaging of the Skin (ISBS), Besançon, France, 2009.

[COM03] L. Boubakar, J. Chambert, G. Gondor, J. Lardies, F. Richard, and F. Thiébaud, "Présentation du module 'Découverte Mécanique' à l'UFR Sciences et Techniques de l'Université de Franche-Comté", Journées AUM/AFM, Mulhouse, France, 2008.

[COM02] M. Qasmi, F. Richard, and P. Delobelle, "Characterisation of mechanical properties of Nickel samples near its surface using numerical modelling of the nanoindentation test", Lausanne, Suisse, 2003.

[COM01] L. Ferry, J. Rousseau, F. Richard, D. Perreux, D. Varchon, J. Lebras, "Cracking in mixed mode of +/-55 deg wound-pipe laminates", *Annales des Composites(France)*, vol. 1, pp. 143-151, 1997. IMEC 97, Journée Scientifique et Technique, ONERA Châtillon, mai 1997.

6.3.2. [INV] Conférences données à l'invitation du Comité d'organisation

[INV01] S. Carbillet, F. Richard, S. Bourgaigne, and L. Boubakar, "Towards a reliability design of damaged composite structures", in *International Conference on Computational & Experimental Engineering and Sciences (ICCES'05) (Keynote Lecture)*, Chennai, India, 2005.

6.3.3. [OS] Ouvrages et chapitres d'ouvrage

[OS01] P. Clément, M. Villars, S. Smith, L. Carpentier, P. Garbuio, and F. Richard, "Analyse et identification du comportement mécanique du cartilage coxo-fémoral humain à l'aide d'essais d'indentation couplés à une méthode numérique inverse", *Bio reconstruction de l'os à la peau - Tome 2*, Sauramps Medical, 2010, ISBN 13 : 9782840237051.

6.3.4. [AP] Rapports scientifiques

[AP03] Etat de l'art scientifique, « Critères classiques de rupture des composites à matrice organique », AMERICO (DGA-ONERA) PEA n°0134059 "Analyse Multi Echelle : Recherche Innovante Composite à Matrice Organique", 2002.

[AP02] Etat de l'art scientifique, « Approches statistiques et fiabilistes de la défaillance des composites à matrice organique », AMERICO (DGA-ONERA) PEA n°0134059 "Analyse Multi échelle : Recherche Innovante Composite à Matrice Organique", 2002.

[AP01] Rapport final EDF-CEA, Qualification du modèle DRS. Ré-identification avec prise en compte des essais de fluage à long terme et des effets de la température. Modélisation du fluage d'irradiation, approche couplée et découplée, 2000.

6.3.5. Création et développement logiciel

Depuis 2000, développement d'un outil logiciel dédié à l'analyse inverse d'essais mécaniques et à l'identification du comportement mécanique non linéaire des matériaux : MIC2M (<http://mic2m.univ-fcomte.fr>).

Quelques dates :

- 2010 : logiciel référencé par le projet PLUME (www.projet-plume.org/relier/mic2m).
- 2012 : logiciel régi par la licence CeCiLL-B (www.cecill.info).

Sélection de 3 publications récentes (ACL) ayant nécessité l'utilisation du logiciel :

- P. Clement, S. Meille, J. Chevalier, and C. Olagnon, "Mechanical characterization of highly porous inorganic solids materials by instrumented micro-indentation", *Acta Materiala*, vol. 61, no. 18, pp. 6649–6660, Oct. 2013.
- V. Placet, F. Trivaudey, O. Cisse, V. Guicheret-Retel, and M. L. Boubakar, "Diameter dependence of the apparent tensile modulus of hemp fibres: A morphological, structural or ultrastructural effect?", *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 43, no. 2, pp. 275 – 287, 2012.
- O. Comond, D. Perreux, F. Thiebaud, and M. Weber, "Methodology to improve the lifetime of type III HP tank with a steel liner", *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 34, no. 7, pp. 3077–3090, Apr. 2009.

6.4. Quelques indicateurs bibliométriques

6.4.1. Quantité (ACL et ACT)

ACL (Rang A)	12	(IF moyen = 3,2)
ACLN	5	
ACTI	20	
ACTN	23	

6.4.2. Indices divers

Google :	h-index : 11	i10-index : 12
Researchgate :	h-index : 11	RG Score : 23
ResearcherID :	h-index : 9	

Résumé :

Le fil conducteur de ce mémoire est que l'élaboration de nouvelles connaissances sur le comportement mécanique des matériaux, particulièrement à l'échelle submicrométrique, passe par une mesure précise de la richesse de l'information expérimentale disponible pour les phénomènes à modéliser. J'ai étudié plus particulièrement l'anisotropie, la viscoélasticité et la viscoplasticité à différentes échelles spatiales et temporelles à l'aide d'expériences d'indentation ainsi que le lien avec la microstructure et le procédé d'élaboration. Que les matériaux aient été d'origine minérale ou organique, considérés homogènes ou non, les modélisations se sont toujours inscrites dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversibles en mécanique des milieux continus. Les fortes non-linéarités exhibées ont nécessité l'élaboration de modèles numériques des expériences, de méthodes d'analyse inverse et d'un logiciel dédié (MIC2M).

Le premier chapitre est centré sur une étape fondamentale dans le processus de détermination du comportement : l'identification paramétrique. Mes activités sont détaillées et positionnées par rapport à l'historique du domaine. Devant la difficulté d'interprétation des propriétés estimées par recalage des modèles et les temps de calcul souvent conséquents, j'ai proposé des indices d'identifiabilité basés sur le conditionnement du problème inverse qui donnent une mesure de la richesse des observations pour l'estimation des paramètres recherchés. Ces indices permettent d'une part de détecter si le problème est mal posé avant de tenter sa résolution et d'autre part de guider la conception des essais à réaliser afin de le poser de la meilleure façon. Quelques résultats sont présentés, les plus récents concernent l'étude d'un composite lin-époxyde et le développement d'une nouvelle technique de caractérisation : le microformage incrémental monopoint.

Le deuxième chapitre se focalise sur l'extraction des propriétés par indentation, principalement à l'échelle submicrométrique. Il retrace l'historique de la technique, puis expose les limitations des méthodes d'analyse des données à l'origine de mes activités dans le domaine. La stratégie d'amélioration est ensuite présentée, ainsi que cinq articles significatifs concernant l'étude à différentes échelles de matériaux variés : du polypropylène irradié aux interactions entre les dislocations dans un cristal CFC de nickel en passant par la viscoélasticité du cartilage fémoral humain sain et arthrosique. Cette sélection d'articles donne une vision des principaux résultats obtenus en termes de compréhension du lien comportement-microstructure-procédé et d'interprétation des données temporelles (force d'indentation, déplacement de l'indenteur) et spatiales (topographie de l'empreinte). Les derniers résultats montrent que l'identifiabilité paramétrique offre une possibilité de relecture des difficultés rencontrées depuis une vingtaine d'années lors de l'extraction des propriétés plastiques par nanoindentation et éclairent la direction à suivre pour la fiabiliser et déterminer des comportements moins rudimentaires.

Ces derniers résultats font écho au titre du mémoire et à mes perspectives de recherche. L'identifiabilité paramétrique s'avère un guide précieux. À court terme, il est envisageable de nourrir des modèles aux paramètres jusqu'à présent inaccessibles, de découpler des phénomènes à l'échelle submicrométrique, voire d'interagir avec des modèles qui sortent du cadre de la mécanique des milieux continus et de la discipline.

Abstract :

The guiding principle of this dissertation is that the development of new knowledge on the mechanical behaviour of materials, especially on the sub-micrometric scale, begins with measuring the exact amount of experimental information available for the phenomena to be modelled. This study examines, in particular, anisotropy, viscoelasticity, and viscoplasticity at different spatial and temporal scales using indentation experiments, as well as the relation to the microstructure and the elaboration process. Whether the materials are mineral or organic, or whether they are considered homogeneous or not, modelling has always been part of the thermodynamics of the irreversible processes in continuum mechanics. The strong non-linearities exhibited required the development of numerical models of the experiments, inverse analysis methods and dedicated software (MIC2M).

This study begins by focusing on a fundamental step in the process of determining the behaviour: parametric identification. It provides a detailed explanation of the author's approach, positioned in relation to the history of the field. Given the difficulty of interpreting the estimated properties through the recalibration of the models and in view of the frequently intense calculation times, the author proposes identifiability indices based on the conditioning of the inverse problem, which provide a measure of the wealth of the observations for the estimation of the parameters sought. These indices enable, on the one hand, detection of whether the problem has been poorly stated before attempting its resolution and, on the other hand, provide guidelines for the design of the tests to be carried out and its optimal presentation. A number of results are presented; the most recent relate to the study of a flax-epoxy composite and the development of a new characterization technique: single-point incremental micro-forming.

The study then describes the extraction of properties by indentation, especially on the sub-micrometric scale. After recalling the history of the technique, it exposes the limitations of the data analysis methods which led to the author's work in the field. The improvement strategy is then presented, along with five significant articles relating to the study of various materials on different scales: from irradiated polypropylene to interactions between dislocations in a nickel FCC crystal and the viscoelasticity of healthy and arthritic human femoral cartilage. This selection of articles gives an overview of the main results obtained in terms of understanding the behaviour-microstructure-process link and the interpretation of temporal data (load-displacement) and spatial data (imprint topography). The latest results show that parametric identifiability offers the possibility of reinterpreting the difficulties encountered over the past twenty years when extracting plastic properties by nanoindentation and clarify the direction to be followed to ensure greater reliability and determine less rudimentary behaviour.

These latter results are consistent with the purpose of the dissertation and the author's research perspectives. Parametric identifiability has proven to offer valuable guidelines. In the short term, it may be possible to enrich models using parameters that have been heretofore inaccessible, decouple phenomena at the sub-micrometric scale, or even interact with models that are outside of the context of continuum mechanics and of the discipline.