



Thèse

pour obtenir le grade de

Docteur de l'Université de Strasbourg

Discipline : Physique des polymères

soutenue publiquement le 16 novembre 2010

par

Thibaud Chatel

Fluage et recouvrance d'empreintes et de sillons sur surface de polymère

Directeur de thèse : Christian Gauthier

- Membres du jury -

Philippe Turek	Professeur des universités	Président du jury
Marie-Christine Baietto	Directeur de recherche	Rapporteur
Moussa Naït-Abdelaziz	Professeur des universités	Rapporteur
Eric Le Bourhis	Professeur des universités	Examineur
Christian Gauthier	Professeur des universités	Directeur de thèse
Vincent le Houerou	Maître de conférence	Membre invité

A mes parents,

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier les membres de mon jury. Mr Philippe Turek, Président, Mme Marie-Christine Baietto et Mr Moussa Naït-Abdelaziz, Rapporteurs, Eric Le Bourhis, Examineur et Vincent Le Houerou en tant que membre invité. A tous, je tiens à exprimer ma profonde gratitude pour la lecture, les corrections et bien sûr leurs remarques éclairées concernant mon travail.

Evidemment, je souhaite remercier Mr Christian Gauthier. D'abord comme enseignant, et c'est toujours avec plaisir que j'assistai à vos cours. Ensuite comme maître de stage grâce à qui j'ai pu découvrir ce monde inconnu qu'est la recherche. Enfin comme Directeur de thèse, capitaine gardant le bon cap dans les bons comme les moins bons moments. Ce travail en commun a duré 7 ans et est toujours resté un plaisir. Je vous remercie pour tout ce que vous avez pu m'apporter. Et ce "tout" est beaucoup trop long pour être écrit.

Je tiens à remercier l'ensemble des membres de l'équipe Mécanique et Physique des Polymères. Mr Robert Schirrer pour m'avoir accueilli au sein de son équipe en janvier 2006. Hervé Pelletier et Vincent Le Houerou pour leur enthousiasme, leur aide précieuse et ce petit côté hyène et chaleureux à la fois. Pour leur aide précieuse au sens large du terme : Damien Favier, ah mon Daminou, mon soutien technique, mon conseiller, mon ami ; Mathieu Solar, ah mon Larssiff, mon soutien scientifique, mon conseiller, mon ami, à quand cette ANR ? ; Guillaume Boisot, ah mon GuiGui, mon soutien "sportif", mon conseiller, mon ami. Je tiens également à remercier les personnes qui ont fait ou qui font encore partie de l'équipe MPP : Anne Rubin, je vais te copier ; Eric Charrault, à bientôt j'espère ; Katarina Visochina, une danse ? ; Mohamed Mansha, et tout les autres.

Je tiens également à remercier les formidables personnes que j'ai pu rencontrer à l'ICS durant ces 4 années. Personnes parmi lesquelles Magali Meyer bien sur, sauveteuse de panade un paquet de fois ! ; Christopher Haluska, american dream ; Céline Desvignes, people attitude ; Guillaume Klein, tient le bon bout, Christelle Vergnat, directrice maintenant ; Frédéric Niess, prix Nobel ; Diana Salem, voisine de grande qualité ; Alexandre Collard, devin ? ; Elodie Ostertag, paraît que c'est un ange ; Jean-Marie Catala, je signe où ? ; Fouzia Boulmedais, une oreille ; Christophe Contal, chasseur de maître essex ; Pierre Petit, voisin compréhensif.

Mes remerciements sincères partent également vers l'INSA de Strasbourg pour mon équilibre et le travail réalisé là bas. Joël Krier, Jacques Breuil, Thierry Roland, Leandro Jacomine et j'en oublie...

Bien sûr, il y a également la famille, sans qui je n'y serais pas arrivé.

A mes parents qui ont toujours été là pour moi : MERCI. Mon frère, ma sœur, le beauf, mes neveux et ma nièce, c'est toujours un plaisir, toujours un bonheur d'être à la maison et de "décrocher" en votre compagnie.

Un grand merci à la famille au sens plus large, pour le déplacement bien sûr mais également pour une forme de soutien dont vous ne vous êtes peut être pas rendus compte : Jean, Martine ; Bernard, Jacqueline ; Jacky, Brigitte ; Ginette ; Suzanne ; Grégory, Hélène, Cléopée, la plus cool des filleules ; Cédric ; Nausicaa ; Grégory, Hélène, Elsa, Thibaud ; Vincent ; Rachel, Benoit ; Jean-Vincent.

Un grand merci également à ma belle-famille, Agnès, Emilie, Jérémie et Antoine.

Merci à mes potes, mes amis : Gregeuss, Nahap, Seb, Grand Blond, Oliv' et Julien.

Pour terminer,

Je remercie : Zidane, la Goudale, Sofoot, la PS2, le pôle emploi, Pierre Bénichou, CJ, les Simpsons, VDM et TDM, Blako, Juninho, mon banquier, Justin Bridou, le Canard Enchaîné, le Flam's, Biolay, l'olivier, San Antonio, le café, Maurice, MegaDonner, le Courbet, la pêche sur l'Ill, Jupiter, Edvige, l'UdS, les Leffes, Luigi, Arnold, FM2002, Fersen, le Monde, Jimi, Eloie, Freezer, Doritos, la Lune, le Follereau, le babyfoot, Marylin, la clio jaune, la XT600, la Ligue des Champions, l'Equipe, le tabac Interval, wii golf, Ruquier, Kasabian, Tabor, Janis, Lisandro, Friends, Mario tennis, les sushis, Powerball, ebay, Harry Potter, BlakoII, les Helly's, les Frères Berthom, le chorizo, la Wii, Georges, la Chimay, Calvin et Hobbes, PES2008, Strasbourg, la Maredsou triple, Jacques, Saccomano, le Muscador, la 309GRX, l'IPST, Flea, Auster, AVIA, mes vélos, Crevette et deezer.

Je ne remercie pas : le temps qui passe, les idées reçues et Materazzi.

Je garde évidemment le meilleur pour la fin. Je te remercie ma Jul' de m'avoir supporté ces 4 années.

Bonne lecture.

Sommaire

<i>Nomenclature</i>	<i>xi</i>
<i>Introduction générale</i>	<i>1</i>
1. Mécanique du contact sur surface de polymère	4
1.1. Introduction	6
1.2. Comportement viscoélastique des polymères amorphes en volume	7
1.2.1. Fonctions de complaisance.....	7
1.2.1.1. Fonction de complaisance en fluage.....	7
1.2.1.2. Fonction de complaisance en relaxation.....	9
1.2.1.3. Module de fluage et module de relaxation.....	9
1.2.2. Modèles rhéologiques viscoélastiques.....	10
1.2.2.1. Modèle de Kelvin-Voigt.....	10
1.2.2.2. Modèle de Maxwell.....	11
1.2.2.3. Modèle de Maxwell généralisé.....	12
1.2.2.4. Modèle de Cunnat.....	13
1.2.3. Quelques éléments de physiques concernant la viscoélasticité des polymères.....	13
1.2.3.1. Contrainte d'écoulement plastique.....	14
1.2.3.2. Test de spectrométrie.....	15
1.2.3.3. Utilisation de l'équation d'Eyring.....	16
1.2.3.4. Evolution du module de relaxation en fonction du temps.....	19
1.2.4. Compréhension et analyse du comportement en fluage et recouvrance.....	20
1.2.4.1. Fluage.....	20
1.2.4.2. Recouvrance.....	21
1.2.5. Conclusion partielle.....	23
1.3. Comportement viscoélastique des polymères amorphes en indentation	24
1.3.1. Historique.....	24
1.3.1.1. La théorie de Hertz.....	24
1.3.1.2. Le test de dureté.....	24
1.3.1.3. Le test d'indentation instrumenté.....	25
1.3.1.4. Analogie du comportement en volume avec le comportement en indentation.....	25
1.3.1.5. Analyse quantitative d'un essai d'indentation.....	26
1.3.2. Le test de nanoindentation.....	27
1.3.2.1. Le modèle de Oliver et Pharr.....	27
1.3.2.2. Prise en compte du profil de matière autour de l'indenteur.....	29
1.3.2.3. Prise en compte de la viscoélasticité dans la réponse force / enfoncement.....	30
1.3.2.4. Fonction d'aire et défaut de pointe.....	32
1.3.3. Etude de la viscoélasticité : indenteur non sphérique.....	33
1.3.3.1. Etude du fluage de contact.....	33
1.3.3.2. Etude de la recouvrance des empreintes.....	34
1.3.4. Etude de la viscoélasticité : indenteur sphérique.....	37
1.3.4.1. Relation force / aire de contact.....	37
1.3.4.1.1. Théorie d'un contact élastique.....	37
1.3.4.1.2. Théorie d'un contact viscoélastique.....	39
1.3.4.2. Fluage d'un contact sphère / plan.....	40
1.3.4.2.1. Analyse du fluage de contact.....	40
1.3.4.2.2. Calcul de la fonction de complaisance.....	40
1.3.4.2.3. Mesure in-situ d'un contact sphère / plan.....	41
1.3.4.3. Recouvrance des empreintes résiduelles.....	43
1.3.5. Conclusion partielle.....	43
1.4. Comportement viscoélastique des polymères amorphes lors d'un essai de rayure	44
1.4.1. Définition de l'essai de rayure.....	44
1.4.2. Etude du retour viscoélastique d'un sillon.....	45
1.5. Conclusion	47

2. Matériau d'étude et dispositifs expérimentaux.....	48
2.1. Introduction.....	50
2.2. Les tests uniaxiaux utilisés	50
2.2.1. Caractéristiques de l'Instron®	50
2.2.2. Essai de compression uniaxial.....	50
2.2.3. Essai de compression en relaxation.....	51
2.2.4. Essai de cisaillement en relaxation.....	51
2.3. Un polymère : le poly(méthacrylate de méthyle)	51
2.4. Essai de microindentation	55
2.4.1. Présentation du MicroVisioScratch.....	55
2.4.1.1. Phase de fluage	56
2.4.1.2. Phase de recouvrance et interférométrie	58
2.4.2. Justification de l'emploi des indenteurs sphériques par rapport aux indenteurs Berkovich ou Vickers 60	
2.4.2.1. Présentation des indenteurs.....	61
2.4.2.2. Phase de fluage - Images obtenues et analyse possible.....	61
2.4.2.3. Phase de recouvrance – Images obtenues et analyse possible	63
2.4.2.4. Conclusion intermédiaire	64
2.4.3. Validation de l'utilisation d'un indenteur sphérique	65
2.4.3.1. Présentation de l'indenteur	65
2.4.3.2. Répétitivité de l'essai.....	65
2.4.3.3. Adimensionnalité.....	66
2.4.3.4. Influence du frottement interfacial.....	67
2.4.3.5. Validation de l'absence de bourrelet.....	68
2.4.4. Présentation du post-traitement	69
2.4.5. Paramètres d'analyse - Définition de la déformation représentative proposée (ϵ_{rp}).....	71
2.5. Essai de rayure	73
2.5.1. Procédure expérimentale	73
2.5.2. Procédure de contrôle du frottement interfacial en rayure	74
2.6. Conclusion	75

3. Fluage du contact et recouvrance des empreintes - Une étude expérimentale.....	76
3.1. Introduction.....	78
3.2. Influence de la température	79
3.2.1. Phase de fluage.....	79
3.2.2. Calcul de l'énergie et du volume d'activation.....	80
3.2.3. Phase de recouvrance	81
3.2.4. Discussions et interprétations.....	83
3.3. Influence de la déformation moyenne initiale	84
3.3.1. Phase de fluage.....	84
3.3.2. Analyse.....	85
3.3.2.1. Modèle de Lee et Radok	85
3.3.2.2. Résultats.....	85
3.3.3. Phase de recouvrance	86
3.3.4. Discussions et interprétations.....	87
3.4. Influence du temps d'application de charge.....	87
3.4.1. Phase de fluage.....	87
3.4.2. Phase de recouvrance	88
3.4.3. Discussions et interprétations.....	90
3.5. Conclusion	90

4. Simulation numérique d'un contact viscoélastique en fluage et recouvrance	94
4.1. Introduction.....	96
4.2. Méthode des éléments finis.....	96
4.3. Moyens numériques mis en œuvre	96
4.3.1. Modèles utilisés.....	96
4.3.1.1. Modèle uniaxial	96
4.3.1.2. Modèle de contact.....	97
4.3.2. Gestion du pilotage.....	98
4.3.3. Post traitement.....	98
4.3.3.1. Phase de fluage	98
4.3.3.2. Phase de recouvrance.....	99
4.3.4. Conclusion intermédiaire	100
4.4. Identification du comportement viscoélastique d'un polymère amorphe.....	100
4.4.1. Loi de comportement utilisée	100
4.4.2. Essais de relaxation	100
4.4.3. Résultats des identifications	101
4.4.4. Validation de l'identification - essais de relaxation	105
4.4.5. Essais uniaxiaux de fluage / recouvrance.....	106
4.4.5.1. Expériences réalisées	106
4.4.5.2. Résultats.....	107
4.5. Simulation numérique d'un contact viscoélastique.....	110
4.5.1. Phase de fluage d'un contact sphère / plan	110
4.5.1.1. Déformation moyenne initiale appliquée égale à 2%	110
4.5.1.2. Déformation moyenne initiale appliquée égale à 4%	111
4.5.2. Phase de recouvrance des empreintes résiduelles.....	112
4.5.2.1. Déformation moyenne initiale appliquée égale à 2%	112
4.5.2.2. Déformation moyenne initiale appliquée égale à 4%	113
4.5.3. Discussions et interprétations des résultats	114
4.5.3.1. Influence du choix de l'identification.....	114
4.5.3.2. Apparition de la plasticité lors de la phase de fluage.....	115
4.5.3.3. Etude des champs de contraintes et de déformations.....	115
4.5.3.3.1. Déformation moyenne initiale appliquée égale à 2%	115
4.5.3.3.2. Déformation moyenne initiale appliquée égale à 4%	117
4.5.3.4. Comparaison à une formulation en grande déformation.....	120
4.6. Perspectives	121
4.6.1. Un modèle élasto-viscoélastique-viscoplastique	121
4.6.2. Amélioration des propriétés viscoélastiques du maillage.....	121
4.6.3. Couches minces.....	122
4.7. Conclusion	124

5. Une première approche de la description d'une rayure viscoélastique.....	126
5.1. Introduction.....	128
5.2. Etudes expérimentales.....	128
5.2.1. Influence de la vitesse de glissement.....	128
5.2.2. Influence du rapport a/R	130
5.2.3. Influence du frottement.....	131
5.2.4. Discussions et interprétations.....	132
5.3. Simulation numérique d'une rayure viscoélastique.....	133
5.3.1. Moyens numériques mis en œuvre.....	133
5.3.1.1. Modèle utilisé	133
5.3.1.2. Identification choisie	134
5.3.1.3. Pilotage.....	134
5.3.1.4. Vitesse de déformation équivalente.....	135
5.3.2. Présentation des résultats	135
5.3.2.1. Influence de la vitesse de glissement.....	135
5.3.2.2. Influence du rapport a/R	136
5.3.2.3. Influence du frottement.....	137
5.3.3. Discussions et interprétations.....	138
5.4. Conclusion et perspectives.....	140
Conclusion générale.....	141
Références.....	144
Liste des figures.....	149
Liste des tables.....	156

Nomenclature

E	[MPa]	Module d'élasticité ou module instantané
σ_Y	[MPa]	Contrainte d'écoulement plastique
G	[MPa]	Module déviatorique
K	[MPa]	Module de compressibilité
E'	[MPa]	Module de conservation
E''	[MPa]	Module de perte
E_F	[MPa]	Module de fluage
E_R	[MPa]	Module de relaxation
ε_m	[A]	Valeur moyenne de la déformation imposée en spectrométrie
ε_0	[A]	Amplitude de déformation imposée en spectrométrie
ω	[Hz]	Fréquence de sollicitation en spectrométrie
σ_m	[MPa]	Valeur moyenne de la contrainte obtenue en spectrométrie
σ_0	[MPa]	Amplitude de contrainte obtenue en spectrométrie
E''	[MPa]	Module instantané – Modèle de Cunnat
E'	[MPa]	Module relaxé – Modèle de Cunnat
p_{0i}	[A]	Pondération de chaque branche du modèle de Cunnat
$\tan \delta$	[A]	Tangente de perte
ε_V	[A]	Déformation vraie lors d'un test de compression uniaxial
$\dot{\varepsilon}_V$	[A]	Vitesse de déformation vraie lors d'un test de compression uniaxial
σ_V	[MPa]	Contrainte vraie lors d'un test de compression uniaxial
ε_{el}	[A]	Déformation élastique
ε_{an}	[A]	Déformation anélastique ou élasticité retardé
ε_{vp}	[A]	Déformation viscoplastique
$\tilde{\sigma}$	[MPa]	Tenseur des contraintes
\tilde{s}	[MPa]	Tenseur déviatorique des contraintes
$\tilde{\varepsilon}$	[A]	Tenseur des déformations
\tilde{e}	[A]	Tenseur déviatorique des déformations
t	[s]	Temps
t_F	[s]	Temps de fluage
t_R	[s]	Temps de recouvrance
t_S	[s]	Temps de rayure
V	[$\mu m . s^{-1}$]	Vitesse de glissement lors d'un test de rayure

T	[°C]	Température
τ	[s]	Temps caractéristique
t_0, τ_0	[s]	Temps de maintien en charge
ϕ	[MPa ⁻¹]	Fonction de complaisance en fluage
ψ	[MPa ⁻¹]	Fonction de complaisance en relaxation
ν	[A]	Coefficient de Poisson
η	[m ² .s ⁻¹]	Viscosité
a	[μm]	Rayon de contact
a_R	[μm]	Rayon de contact instantanément recouvert – Modèle de Darlix et al.
h_T, δ	[μm]	Profondeur totale mesurée
h, h_C	[μm]	Profondeur de contact réelle
h_S	[μm]	Profondeur de contact lié à la part de déflexion viscoélastique
Δh	[μm]	Différence de profondeur entre deux franges d'interférence de teinte identique
λ	[μm]	Longueur d'onde du faisceau lumineux utilisée
N_i	[A]	Nombre de franges d'interférence blanches (ou noires)
h_R, h_F	[μm]	Profondeur de contact résiduelle
R	[μm]	Rayon de l'indenteur
F_n, P	[N]	Force normale appliquée
F_t	[N]	Force tangentielle
μ_{app}	[A]	Coefficient de frottement apparent
μ_{loc}	[A]	Coefficient de frottement local ou vrai
T_α	[°C]	Température de transition alpha
T_β	[°C]	Température de transition bêta
T_g	[°C]	Température de transition vitreuse
E_a	[kJ.mol ⁻¹]	Energie d'activation
R	[J.mol ⁻¹ .K ⁻¹]	Constante universelle des gaz parfaits
V_a^*	[nm ³]	Volume d'activation
ω	[Hz]	Fréquence de sollicitation
ΔH	[J]	Enthalpie
H	[Mpa]	Dureté
S	[N.m ⁻¹]	Raideur de contact
p_0	[Mpa]	Pression de contact maximum
p_m	[Mpa]	Pression moyenne de contact
ε_{rp}	[A]	Déformation représentative proposée

$\dot{\varepsilon}_{rp}$	$[s^{-1}]$	Vitesse de déformation représentative proposée
$\langle \varepsilon \rangle$	$[A]$	Déformation moyenne de contact définie par Tabor
$\dot{\varepsilon}_{eq}$	$[s^{-1}]$	Vitesse de déformation équivalente lors d'un essai de rayure
R^2	$[A]$	Coefficient de détermination
R^2_{adj}	$[A]$	Coefficient de détermination ajusté

Introduction générale

Les polymères sont, sans conteste, les matériaux dont l'utilisation s'est le plus développée depuis le début du XX^{ème} siècle. La facilité de mise en œuvre de ces matériaux, des propriétés mécaniques différentes, choisies selon l'application demandée, permet leur utilisation dans de nombreux domaines industriels. L'industrie automobile remplace des pièces mécaniques métalliques par des pièces en polymère de géométrie et de comportement mécanique identique mais dont la plus faible densité permet un meilleur rapport poids / puissance. L'industrie textile modifie les fibres par l'ajout de polymère permettant d'obtenir un comportement "anti-ampoule" à partir de l'amélioration du frottement peau / textile. Le domaine du sport est également concerné avec le désormais célèbre "Jabulani", ballon de la coupe du monde 2010. La synthèse et l'assemblage particulier des huit pièces de polymère permettent d'obtenir une sphéricité tellement bonne que les gardiens de but se sont plaints des trajectoires obtenues. De nombreux autres domaines industriels sont également concernés et il ne peut être question ici d'en dresser une liste exhaustive.

Néanmoins, si le comportement mécanique des polymères, bien connu empiriquement, rend leur utilisation toujours plus innovante et diversifiée, la compréhension des phénomènes complexes liés à la déformation des polymères soumis à une contrainte est encore à étudier. Par exemple, une couche mince déposée sur la surface d'un verre optique permet d'obtenir un comportement anti-rayure de bonne qualité, néanmoins le phénomène ne fut compris et expliqué que bien plus tard.

L'étude présentée ici concerne justement la cicatrisation des surfaces de polymère. Le matériau utilisé dans ce travail est du poly(méthacrylate de méthyle), du PMMA. Les différentes utilisations, succinctement présentées ici, ne relèvent pas de l'utilisation d'un seul et même polymère. S'il eut été intéressant de comparer le comportement cicatrisant des différentes familles de polymère existantes, il est décidé de s'intéresser ici aux phénomènes mécaniques et physiques à l'origine du comportement viscoélastique d'un polymère représentatif. Considéré comme matériau modèle, le PMMA est représentatif d'un polymère amorphe. L'étude concerne deux domaines relatifs aux polymères. Le premier domaine relève du comportement viscoélastique et le second domaine relève de la tribologie, la science des surfaces.

La première partie décrit différentes études et avancées récentes concernant la compréhension du comportement viscoélastique des polymères lorsqu'ils sont sollicités dans le volume. Les études concernant les propriétés mécaniques des polymères à partir des différents essais de surface développés à la fin du XX^{ème} siècle sont décrites et les difficultés liées à la viscoélasticité des polymères sont présentées.

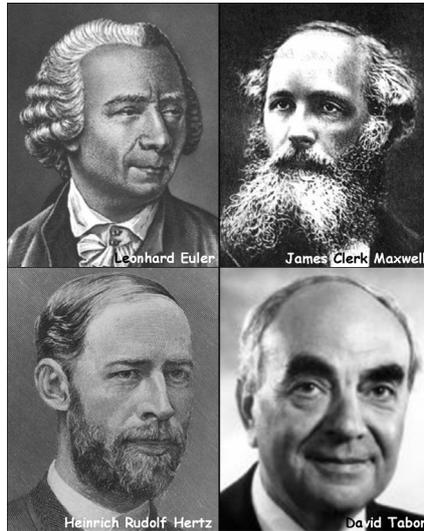
La seconde partie présente plus précisément le matériau d'étude utilisé, les dispositifs expérimentaux et les différentes procédures développées. A partir de ces outils, il est possible, d'une part, d'étudier le comportement viscoélastique à la surface d'un polymère et, d'autre part, de réaliser l'identification du comportement viscoélastique volumique afin d'analyser les résultats expérimentaux obtenus en surface.

La troisième partie présente les résultats expérimentaux obtenus lors des essais de microindentation en fluage et recouvrance. Les expériences sont réalisées pour différentes températures, différentes déformations initiales et différents temps de maintien en charge. Ces résultats permettent la mesure de l'énergie et du volume d'activation et sont ensuite confrontés à un modèle analytique du contact normal viscoélastique.

La quatrième partie présente l'analyse numérique des résultats obtenus dans le chapitre précédent. Cette partie décrit ainsi l'identification du comportement viscoélastique, la présentation du modèle utilisé et la comparaison entre les résultats numériques et les résultats expérimentaux. La description obtenue doit permettre de mieux comprendre les phénomènes complexes développés au sein du volume déformé sous l'empreinte.

Pour terminer, la cinquième partie développe les outils et l'analyse présentée pour un essai de microindentation à un essai de rayure. Les résultats expérimentaux sont comparés aux résultats numériques avec l'objectif d'avancer dans la compréhension et donc la prédiction du comportement viscoélastique d'une surface de polymère.

1. Mécanique du contact sur surface de polymère



L'art de lire, c'est l'art de penser avec un peu d'aide.
Emile Faguet (1847 - 1916)

Chapitre 1 : Mécanique du contact sur surface de polymère

1.1.	Introduction.....	6
1.2.	Comportement viscoélastique des polymères amorphes en volume.....	7
1.2.1.	Fonctions de complaisance.....	7
1.2.1.1.	Fonction de complaisance en fluage.....	7
1.2.1.2.	Fonction de complaisance en relaxation.....	9
1.2.1.3.	Module de fluage et module de relaxation.....	9
1.2.2.	Modèles rhéologiques viscoélastiques.....	10
1.2.2.1.	Modèle de Kelvin-Voigt.....	10
1.2.2.2.	Modèle de Maxwell.....	11
1.2.2.3.	Modèle de Maxwell généralisé.....	12
1.2.2.4.	Modèle de Cunnat.....	13
1.2.3.	Quelques éléments de physiques concernant la viscoélasticité des polymères.....	13
1.2.3.1.	Contrainte d'écoulement plastique.....	14
1.2.3.2.	Test de spectrométrie.....	15
1.2.3.3.	Utilisation de l'équation d'Eyring.....	16
1.2.3.4.	Evolution du module de relaxation en fonction du temps.....	19
1.2.4.	Compréhension et analyse du comportement en fluage et recouvrance.....	20
1.2.4.1.	Fluage.....	20
1.2.4.2.	Recouvrance.....	21
1.2.5.	Conclusion partielle.....	23
1.3.	Comportement viscoélastique des polymères amorphes en indentation.....	24
1.3.1.	Historique.....	24
1.3.1.1.	La théorie de Hertz.....	24
1.3.1.2.	Le test de dureté.....	24
1.3.1.3.	Le test d'indentation instrumenté.....	25
1.3.1.4.	Analogie du comportement en volume avec le comportement en indentation.....	25
1.3.1.5.	Analyse quantitative d'un essai d'indentation.....	26
1.3.2.	Le test de nanoindentation.....	27
1.3.2.1.	Le modèle de Oliver et Pharr.....	27
1.3.2.2.	Prise en compte du profil de matière autour de l'indenteur.....	29
1.3.2.3.	Prise en compte de la viscoélasticité dans la réponse force / enfoncement.....	30
1.3.2.4.	Fonction d'aire et défaut de pointe.....	32
1.3.3.	Etude de la viscoélasticité : indenteur non sphérique.....	33
1.3.3.1.	Etude du fluage de contact.....	33
1.3.3.2.	Etude de la recouvrance des empreintes.....	34
1.3.4.	Etude de la viscoélasticité : indenteur sphérique.....	37
1.3.4.1.	Relation force / aire de contact.....	37
1.3.4.1.1.	Théorie d'un contact élastique.....	37
1.3.4.1.2.	Théorie d'un contact viscoélastique.....	39
1.3.4.2.	Fluage d'un contact sphère / plan.....	40
1.3.4.2.1.	Analyse du fluage de contact.....	40
1.3.4.2.2.	Calcul de la fonction de complaisance.....	40
1.3.4.2.3.	Mesure in-situ d'un contact sphère / plan.....	41
1.3.4.3.	Recouvrance des empreintes résiduelles.....	43
1.3.5.	Conclusion partielle.....	43
1.4.	Comportement viscoélastique des polymères amorphes lors d'un essai de rayure.....	44
1.4.1.	Définition de l'essai de rayure.....	44
1.4.2.	Etude du retour viscoélastique d'un sillon.....	45
1.5.	Conclusion.....	47

1.1. Introduction

Ce chapitre expose un état de l'art des connaissances concernant les matériaux dont le comportement dépend du temps. Un matériau dont le comportement dépend du temps est caractérisé par l'évolution temporelle de sa réponse à une sollicitation mécanique donnée. On parlera ici de comportement viscoélastique. Les aciers comme les polymères admettent un comportement viscoélastique à la différence près que la viscoélasticité des polymères est un phénomène qui peut s'observer à température ambiante. De plus, dans le domaine des polymères, la plasticité doit être comprise comme de la viscoélasticité dont la cicatrisation complète tend vers l'infini. Localement, à l'inverse des métaux, il n'y a pas de dislocations ou un endommagement quelconque du matériau. L'amélioration continue des performances mécaniques des polymères est à l'origine de leur utilisation toujours plus grande dans le domaine industriel. La viscoélasticité de ces matériaux peut être un frein à leur utilisation mais peut être également d'un grand intérêt dans des cas particuliers tels que les vernis anti-rayure. La compréhension des mécanismes physiques à l'origine de la viscoélasticité passe par l'analyse mécanique de ces matériaux et le développement de tests mécaniques spécifiques.

Ce chapitre a pour but de présenter l'analyse du comportement viscoélastique des polymères lors de tests mécaniques conventionnels, c'est à dire concernant l'ensemble du volume du polymère sollicité. Lors de ces tests mécaniques conventionnels, un matériau dont le comportement mécanique dépend du temps est caractérisé par une évolution de la déformation pour une contrainte maintenue constante ; il s'agit alors d'un test de fluage. A l'inverse pour une déformation maintenue constante, une relaxation de la contrainte est observée ; il s'agit alors d'un test de relaxation.

L'objectif est également de présenter quelques études qui permettent la compréhension des phénomènes viscoélastiques lors de tests d'indentation, test mécanique réalisés sur la surface d'un matériau. Lors d'un essai de microindentation, on parlera de test de fluage lorsque la force est maintenue constante et d'un essai de relaxation lorsque le déplacement est maintenu constant. Le vieillissement des matériaux, qui peut également influencer la réponse obtenue lors d'une sollicitation mécanique, ne sera pas abordé dans ce manuscrit.

1.2. Comportement viscoélastique des polymères amorphes en volume

Il est communément admis que, soumis à une sollicitation mécanique, le comportement d'un polymère amorphe dépend du temps. La définition du comportement viscoélastique d'un polymère peut être appréhendée à partir de la réponse du modèle de Burger à un test de fluage comme le montre la Figure 1 - 1. Un modèle de Burger consiste à associer un modèle de Kelvin-Voigt en série avec un modèle de Maxwell, modèles sur lesquels nous reviendrons plus en avant dans ce chapitre. La déformation viscoélastique est composée d'une part de déformation anélastique, à l'origine de la recouvrance du matériau, et d'une part de viscoplasticité à l'origine d'une déformation permanente du matériau.

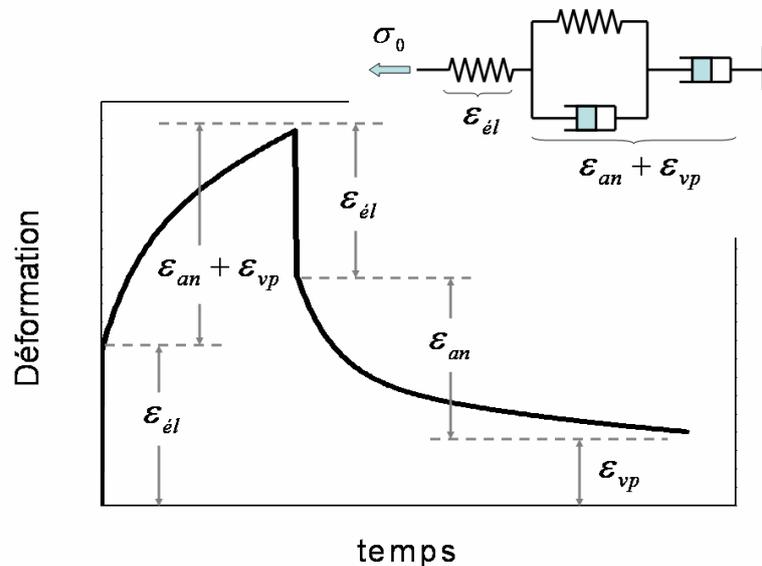


Figure 1 - 1 : Comportement viscoélastique d'un polymère amorphe

Dans un souci de clarté et tout au long de ce manuscrit nous nommerons comme comportement viscoélastique un comportement qui dépend du temps. Le terme fluage décrira également l'ensemble de la déformation viscoélastique d'un échantillon.

1.2.1. Fonctions de complaisance

Les fonctions de complaisance sont obtenues à partir des tests de fluage et de relaxation. Elles permettent de définir le comportement viscoélastique d'un matériau.

1.2.1.1. Fonction de complaisance en fluage

A partir du principe de superposition de Boltzmann considérant que la déformation totale peut être obtenue par addition de chaque déformation successive à un nouvel échelon de contrainte, la fonction de complaisance en fluage s'écrit :

$$\tilde{\varepsilon}(t) = \int_{-\infty}^t \phi(t - \tau) d\tilde{\sigma}(\tau) \quad (1-1)$$

où $\tilde{\varepsilon}$ correspond au tenseur des déformations, $\tilde{\sigma}$ au tenseur des contraintes en fin de chargement et $\phi(t - \tau)$ à la fonction de complaisance en fluage intégrant toute l'histoire du matériau comme le montre la borne inférieure de l'intégrale.

Considérant un matériau "rajeuni" (c'est-à-dire ayant une histoire vierge de toute sollicitation antérieure) et soumis à un échelon de contrainte, la fonction de complaisance en fluage se simplifie, $\phi(t - \tau)$ devient alors égale à $\phi(t)$. Macosko [1] et Ferry [2] proposent le calcul suivant pour obtenir la fonction de complaisance en fluage. Ils simplifient au maximum l'expression des tenseurs des contraintes et des déformations à partir d'un test de cisaillement en fluage. Le tenseur des contraintes s'écrit alors :

$$\tilde{\sigma} = \begin{bmatrix} 0 & \sigma_{21} & 0 \\ \sigma_{21} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (1-2)$$

Le tenseur des déformations s'écrit :

$$\tilde{\varepsilon} = \begin{bmatrix} 0 & \gamma_{21} & 0 \\ \gamma_{21} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (1-3)$$

Pour un échelon de contrainte, dans le cadre de la viscoélasticité linéaire, l'équation (1-1) peut s'écrire:

$$\phi(t) = \frac{\gamma_{21}(t)}{\sigma_{21}} \quad (1-4)$$

A noter que la fonction de complaisance en fluage est indépendante de l'échelon de contrainte appliquée tant que l'hypothèse de viscoélasticité linéaire peut être considérée vraie. Pour un essai de traction simple, en considérant le matériau comme incompressible c'est-à-dire n'admettant pas de dissipation sur la trace du tenseur des déformations, Haddad [3] propose le calcul suivant pour obtenir la fonction de complaisance en fluage pour un échelon de contrainte à partir de l'expression des tenseurs déviatoriques des contraintes et des déformations. Pour un essai de traction simple, le tenseur des contraintes s'écrit :

$$\tilde{\sigma} = \begin{bmatrix} \sigma_{11} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (1-5)$$

Le tenseur déviatorique des contraintes est égal à :

$$\tilde{s} = \begin{bmatrix} \frac{2}{3}\sigma_{11} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (1-6)$$

Le tenseur des déformations s'écrit :

$$\tilde{\varepsilon} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{22} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{22} \end{bmatrix} \quad (1-7)$$

Le tenseur déviatorique des déformations s'écrit :

$$\tilde{e} = \begin{bmatrix} \frac{2}{3}(1+\nu)\varepsilon_{11} & 0 & 0 \\ 0 & (\nu - \frac{1}{3})\varepsilon_{11} & 0 \\ 0 & 0 & (\nu - \frac{1}{3})\varepsilon_{11} \end{bmatrix} \quad (1-8)$$

Le module de complaisance en fluage peut donc s'écrire :

$$\phi(t) = \frac{\varepsilon_{11}(t)(1+\nu)}{\sigma_{11}} \quad (1-9)$$

Les équations (1-4) et (1-9) permettent l'obtention de la fonction de complaisance en fluage pour deux tests expérimentaux différents. Il est possible de d'obtenir la fonction de complaisance en relaxation de la même manière.

1.2.1.2. Fonction de complaisance en relaxation

La fonction de complaisance en relaxation est également obtenue à partir du principe de superposition de Boltzmann mais en considérant cette fois l'application d'une déformation constante et non d'une contrainte constante. La fonction de complaisance en relaxation s'écrit :

$$\tilde{\sigma}(t) = \int_{-\infty}^t \psi(t-\tau) d\tilde{\varepsilon}(\tau) \quad (1-10)$$

A partir d'un essai de cisaillement, pour un échelon de déformation donné, l'écriture de la fonction de complaisance en relaxation est simplifiée et s'écrit :

$$\psi(t) = \frac{\sigma_{21}(t)}{\gamma_{21}} \quad (1-11)$$

Pour un essai de compression uniaxial, et dans les conditions décrites dans la section 1.2.1.1 précédente, la fonction de complaisance en relaxation s'écrit :

$$\psi(t) = \frac{\varepsilon_{11}(1+\nu)}{\sigma_{11}(t)} \quad (1-12)$$

1.2.1.3. Module de fluage et module de relaxation

L'obtention des fonctions de complaisance en fluage et relaxation est parfois difficile de part la nature des tests expérimentaux à réaliser. La relaxation du coefficient de Poisson, conséquence de l'hypothèse d'incompressibilité du matériau, est une donnée expérimentale difficile d'accès par exemple. Compte tenu de ces hypothèses pouvant être fortes, et généralement choisies sur le coefficient de Poisson, plusieurs travaux [4-6] choisissent de décrire la viscoélasticité des polymères à partir des modules de fluage et de relaxation dont l'écriture découle de l'équation de Hooke. Les modules de fluage (E_F) et de relaxation (E_R) s'écrivent sous la forme suivante :

$$E_F = \frac{\varepsilon(t)}{\sigma_0} ; E_R = \frac{\varepsilon_0}{\sigma(t)} \quad (1-13)$$

Ces modules peuvent être décomposés en module déviatorique (G) et de compressibilité (K) à partir des relations suivantes :

$$G = \frac{E}{2(1+\nu)} ; K = \frac{E}{3(1-2\nu)} \quad (1-14)$$

Ces modules permettent, au même titre que les fonctions de complaisance, d'identifier le comportement viscoélastique d'un polymère. L'identification du comportement viscoélastique permet l'utilisation des modèles rhéologiques.

1.2.2. Modèles rhéologiques viscoélastiques

Comme présenté Figure 1 - 1, le modèle de Burger permet de définir la viscoélasticité des polymères, néanmoins, la mise en équation de l'évolution de la déformation pour un échelon de contrainte en fonction de paramètres rhéologiques est limitée de part l'architecture elle même de ce modèle. Le modèle de Burger consiste à additionner le modèle de Kelvin-Voigt avec le modèle de Maxwell. Ces modèles permettent de calculer la réponse en fluage de deux matériaux de rhéologie simple. Après la présentation de ces deux modèles, les limites de l'utilisation du modèle de Burger pourront mieux être appréhendées.

Les modèles, plus complexes, tels que le modèle de Maxwell généralisé et le modèle de Cunnat permettent une meilleure description que les modèles rhéologiques simples et s'approche d'une description idéalisée représenté par le modèle de Burger. Ils sont également présentés dans cette partie.

1.2.2.1. Modèle de Kelvin-Voigt

Le modèle de Kelvin-Voigt est obtenu à partir de l'association en parallèle d'un ressort et d'un amortisseur comme le montre la Figure 1 - 2 suivante :

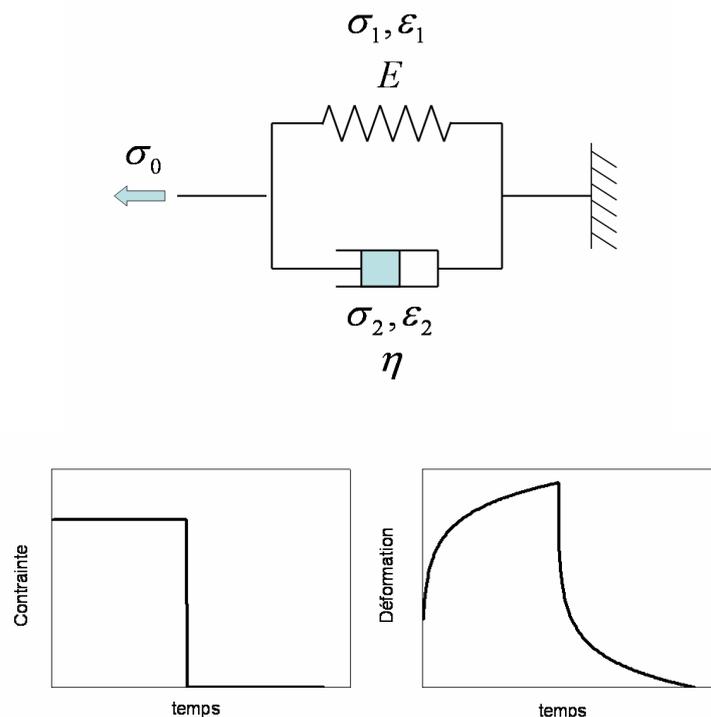


Figure 1 - 2 : Modèle de Kelvin-Voigt et réponse en déformation pour un échelon de contrainte appliquée

Les relations concernant le ressort et l'amortisseur du modèle sont les suivantes :

$$\sigma_1 = E \epsilon_1 ; \sigma_2 = \eta \dot{\epsilon}_2 \quad (1 - 15)$$

De part l'association en parallèle des deux éléments, il est possible d'écrire que $\sigma_0 = \sigma_1 + \sigma_2$ et que $\epsilon = \epsilon_1 = \epsilon_2$. A partir des équations (1 - 15) on peut écrire la relation suivante :

$$\sigma_0 = E \epsilon + \eta \dot{\epsilon} \quad (1 - 16)$$

1.2.2.2. Modèle de Maxwell

Le modèle de Maxwell est obtenu à partir de l'association en série d'un ressort et d'un amortisseur comme le montre la Figure 1 - 3 suivante :

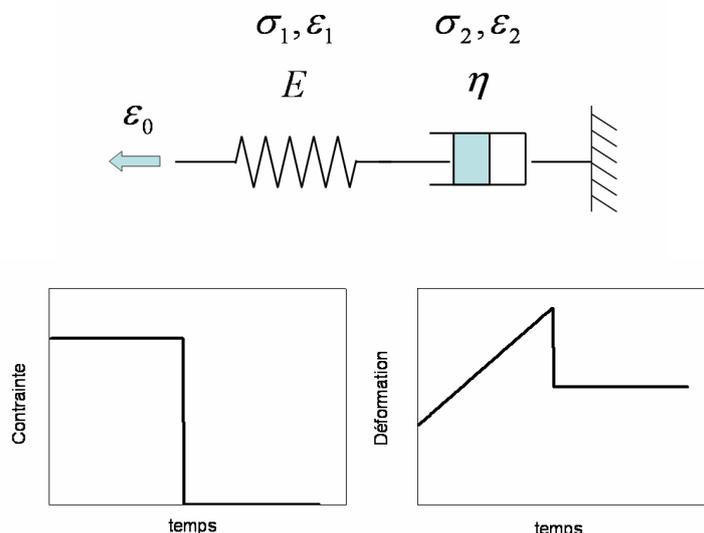


Figure 1 - 3 : Modèle de Maxwell et réponse en déformation pour un échelon de contrainte appliquée

On obtient les relations suivantes,

$$\sigma_1 = E \varepsilon_1, \quad \sigma_2 = \eta \dot{\varepsilon}_2 \quad (1 - 17)$$

De part l'association en série du ressort et de l'amortisseur nous avons $\sigma = \sigma_1 = \sigma_2$ et $\varepsilon_0 = \varepsilon_1 + \varepsilon_2$. A partir des équations (1 - 17), on peut donc écrire la relation liant la déformation totale aux différents éléments rhéologiques du modèle de Maxwell,

$$\dot{\varepsilon}_0 = \frac{1}{E} \dot{\sigma}_1 + \frac{\sigma_2}{\eta} \quad (1 - 18)$$

Lors d'un test de relaxation la déformation appliquée est constante ($\varepsilon_0 = cste$), la vitesse de déformation est donc nulle et l'équation (1 - 18) se simplifie,

$$\frac{1}{E} \dot{\sigma}_1 + \frac{\sigma_2}{\eta} = 0 \quad (1 - 19)$$

Ainsi,

$$\frac{d\sigma}{\sigma} = -\frac{E}{\eta} dt \quad (1 - 20)$$

En intégrant l'équation (1 - 20), l'évolution de la contrainte en fonction des paramètres rhéologiques est obtenue :

$$\sigma = E \varepsilon_0 \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \quad (1 - 21)$$

τ correspond à un temps caractéristique défini tel que : $\tau = \frac{\eta}{E}$.

A partir des équations présentées dans la description de ces deux modèles, on remarque que l'écriture et donc l'utilisation de ces modèles nécessitent, pour le modèle de Voigt, une contrainte appliquée constante, et pour le modèle Maxwell, une déformation appliquée constante. L'équation décrivant le modèle de Burger ne peut donc être résolue à partir d'un test

uniaxial donné. L'une des solutions permettant une description plus complète de la viscoélasticité est le modèle de Maxwell généralisé.

1.2.2.3. Modèle de Maxwell généralisé

Le modèle de Maxwell généralisé permet de décrire le comportement viscoélastique d'un polymère et son utilisation est commune comme le montre différentes études parmi lesquelles celle de Dooling *et al.* [7]. Il s'agit d'associer en parallèle différents modèles de Maxwell et un ressort simple. Présenté Figure 1 - 4, le modèle de Maxwell généralisé s'écrit à partir de l'égalité $\sigma_T = \sum_1^i \sigma_i$, avec i le nombre de branches en parallèles choisies.

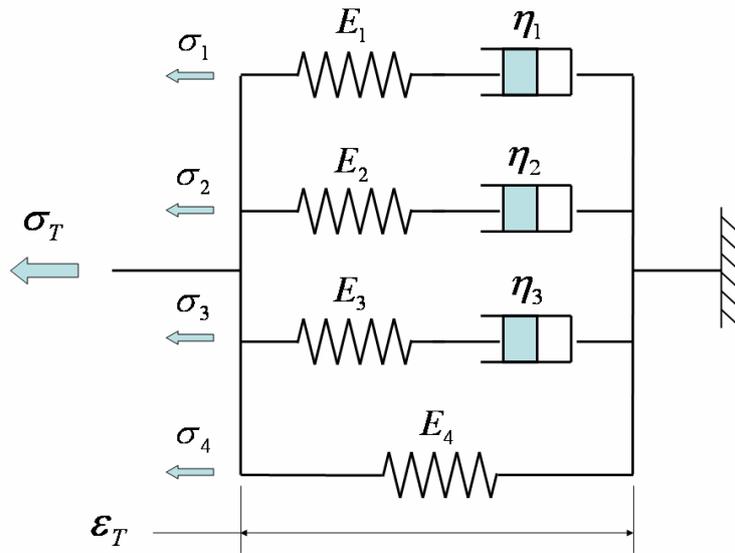


Figure 1 - 4 : Modèle de Maxwell généralisé à 4 branches

Le modèle de Maxwell généralisé pour $i=4$ s'écrit à partir des équations (1 - 15) et (1 - 16) et est de la forme :

$$\sigma_T = \sum \sigma_i = \sum_1^3 \eta_i \left[\dot{\varepsilon} - \frac{\sigma_i}{E_i} \right] + E_4 \varepsilon_4 \quad (1 - 22)$$

Les paramètres de ce type de modèle (E_i, η_i) s'obtiennent à partir d'un test de relaxation. En effet pour ce type d'essai, $\dot{\varepsilon} = 0$, et on peut écrire à partir de l'équation (1 - 20) que :

$$\sigma(t) = E_4 \varepsilon_0 + \sum_1^{i-1} E_i \varepsilon_0 \exp(-t/\tau_i) \quad (1 - 23)$$

D'une manière générale, en considérant $E_4 = E_\infty$, c'est-à-dire étant le réservoir d'énergie ne pouvant être relaxé, l'évolution du module de relaxation $(E_R(t))$ peut s'ajuster sur les résultats expérimentaux à partir de l'équation suivante,

$$E_R(t) = E_{R_\infty} + \sum_1^i E_{R_i} \exp(-t/\tau_i) \quad (1 - 24)$$

Il est généralement admis que la viscoélasticité est directement liée au cisaillement du matériau. La relaxation de contrainte observée lors d'un test de relaxation serait alors directement liée à la relaxation du module déviatorique considérant ainsi notre matériau comme incompressible. Néanmoins, plusieurs études dont celle de Samyn *et al.* [8] démontrent que la part sphérique du tenseur de rigidité peut également relaxer.

Le coefficient de Poisson peut également être considéré constant ou évoluant en fonction du temps. Le logiciel de simulation numérique choisi dans le cadre de ce doctorat utilise le modèle de Maxwell généralisé, l'hypothèse choisie est présentée en section 4.4.1

1.2.2.4. Modèle de Cunat

Le modèle de Cunat *et al.* [9, 10], appelé *Distribution of Non-Linear Approach (DNLR)* permet également de modéliser la viscoélasticité au même titre que le modèle de Maxwell généralisé. Il est possible, dans une certaine mesure, de corrélérer les paramètres d'identification du modèle de Maxwell généralisé à ceux du modèle de Cunat. Le modèle DNLR écrit sous sa forme la plus simple (DNLR1) est composé de plusieurs branches dans lesquelles sont associées un module instantané et un module relaxé tous deux identiques pour chaque branche. Une pondération et un temps de relaxation sont attribués à chaque branche et la somme des pondérations est égale à 1. Pour un test de relaxation, le modèle de Cunat permet de décrire l'évolution du module de relaxation ($E_R(t)$) en fonction du temps :

$$E_R(t) = E^r + \sum_1^i p_{0i} (E^u - E^r) \exp\left(-t/\tau_i\right) \quad (1 - 25)$$

où E^r correspond au module relaxé, p_{0i} correspond à la pondération de chaque branche i du modèle et E^u correspond au module instantané. L'écriture du modèle de Cunat sous cette forme est proche de l'écriture du modèle de Maxwell généralisé présenté équation (1 - 24). En effet, il est possible, d'une part, d'écrire que :

$$E^r = E_\infty \quad (1 - 26)$$

D'autre part, pour le modèle DNLR1, le module instantané et le module relaxé ont une valeur constante. Ainsi, pour des temps caractéristiques choisis égaux pour chaque branche i des deux modèles, c'est la pondération choisie dans le modèle de Cunat qui permet la corrélation avec le modèle de Maxwell généralisé. On peut écrire que :

$$\alpha p_{0i} = E_i \quad (1 - 27)$$

Avec :

$$\alpha = E^u - E^r \quad (1 - 28)$$

Il est donc possible, à partir d'une identification réalisée avec le modèle de Maxwell généralisé, d'obtenir les paramètres d'un ajustement réalisé avec le modèle de Cunat. Les valeurs des temps caractéristiques peuvent être ajustées ou fixées préalablement. Il est admis que dans le cadre de la viscoélasticité des polymères, le nombre de temps caractéristiques choisis pour obtenir un ajustement de bonne qualité doit être au moins égal au nombre de décades temporelles explorées lors des essais expérimentaux.

Ces différents modèles permettent de décrire analytiquement le comportement viscoélastique d'un polymère. Les quelques éléments de physique présentés montrent qu'elles peuvent être les limites de la description du comportement viscoélastique mais également qu'elles sont les informations qu'il est possible d'obtenir à partir de résultats expérimentaux.

1.2.3. Quelques éléments de physiques concernant la viscoélasticité des polymères

Un polymère amorphe est constitué d'un ensemble de macromolécules de longueur différentes, organisées en pelotes statistiques. Les mouvements moléculaires, à l'origine de la viscoélasticité d'un polymère amorphe, sont gouvernés par l'enthalpie du matériau. L'enthalpie

définie l'énergie nécessaire, la barrière de potentiel à dépasser, pour obtenir un changement de configuration locale du système. L'enthalpie du système dépend de la vitesse de sollicitation et de la température. Pour une température élevée, l'énergie thermique est grande devant la barrière de potentiel, les mouvements et réorganisations entre macromolécules sont donc plus faciles. Les mouvements moléculaires sont de trois ordres de grandeurs et sont en partie, explicités dans les travaux de Quinson *et al.* et Capaldi *et al.* [11, 12]. Le premier ordre de grandeur, ce sont des mouvements de chaînes nombreux et coopératifs. Le second consiste en de faibles mouvements des chaînes, des mouvements groupés d'atomes, voir de simples mouvements atomiques. Le troisième, ce sont des mouvements de l'ordre des angles de valence ou des mouvements entre atomes de l'ordre des distances interatomiques. Ces différents mouvements moléculaires sont liés aux températures de transition du polymère étudié.

Dans ce qui suit, la définition de la contrainte d'écoulement plastique d'un polymère sera précisée. Ensuite, l'étude d'un matériau soumis à un test de spectrométrie, l'utilisation de l'équation d'Eyring et l'étude du module de relaxation en fonction du temps ou de la fréquence seront présentées. Ces outils permettent de mieux définir et identifier les mouvements des macromolécules et leurs conséquences sur les phénomènes viscoélastiques observés. Le vieillissement physique peut également influencer la réponse viscoélastique d'un polymère sollicité mécaniquement. Ce dernier aspect, abordé dans les travaux de Chérière *et al.* [13], ne sera pas discuté dans ce manuscrit.

1.2.3.1. Contrainte d'écoulement plastique

La contrainte d'écoulement plastique (σ_y) est la contrainte à partir de laquelle de la plasticité apparaît dans l'échantillon sollicité. La courbe contrainte / déformation, présentée Figure 1 - 5 et obtenue par Arruda *et Al.* [14] à partir d'un essai de traction, rend compte de la complexité de déterminer correctement la valeur de la contrainte d'écoulement plastique.

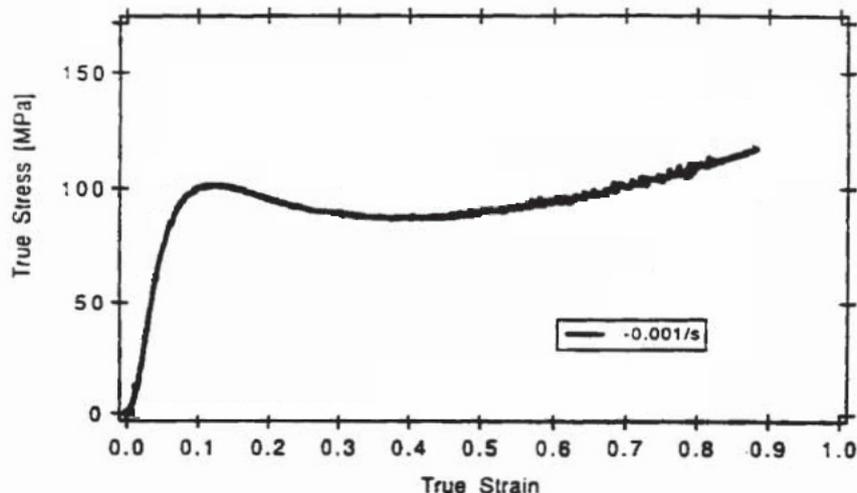


Figure 1 - 5 : Evolution de la contrainte vraie en fonction de déformation vraie du poly(méthyle de méthacrylate) pour une vitesse de déformation égale à $10^{-3} s^{-1}$ ($T = 25^{\circ}C$) [14]

Dans la majorité des cas, la contrainte d'écoulement plastique est choisie comme étant le maximum de la contrainte avant adoucissement (ici égale à 100 MPa). Une méthode permet d'obtenir des valeurs avec plus de précision et est présentée en section 1.2.4.2. La courbe contrainte / déformation admet quatre phases. La première phase correspond au domaine élastique, partie linéaire de la courbe. Le matériau est déformé de manière réversible,

localement, les mouvements interatomiques sont faibles. La seconde phase correspond au domaine viscoélastique puis plastique*. Elle débute à partir de la non linéarité de la courbe et se termine après l'adoucissement. La contrainte d'écoulement plastique est située sur cette partie de la courbe. Localement, les mouvements des chaînes de polymères sont importants et les trajets réalisés peuvent être, avec le temps, réversibles (modèle de Kelvin-Voigt), en partie réversibles (Modèle de Burger) ou permanents (modèle de Maxwell). L'adoucissement du matériau est la conséquence de ces importants mouvements moléculaires le long des bandes de cisaillement. A vitesse de déformation imposée constante, la contrainte vraie obtenue est plus faible puisque les mouvements des macromolécules "facilitent" la déformation macroscopique de l'échantillon. Les deux parties suivantes de la courbe contrainte / déformation, la stabilisation et le durcissement, correspondent à l'endommagement du matériau. Les chaînes de polymère s'alignent dans la direction de la sollicitation, elles se cassent (cavitation et blanchiment de l'échantillon) et peuvent être à l'origine de craquelures qui sont à l'origine de la rupture du matériau.

1.2.3.2. Test de spectrométrie

La viscoélasticité telle que définie Figure 1 - 1 peut être caractérisée à l'aide d'un essai de spectrométrie. Un test de spectrométrie, pour un essai de compression uniaxial par exemple, consiste à imposer une déformation alternative sinusoïdale et à observer la réponse en contrainte. Le pilotage en déformation est de la forme :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \sin \omega t + \varepsilon_m \quad (1 - 29)$$

où ω correspond à la fréquence de sollicitation, ε_m correspond à la valeur moyenne de la déformation imposée et ε_0 correspond à l'amplitude de déformation imposée. La réponse en contrainte, déphasée par l'influence du comportement viscoélastique du matériau s'écrit :

$$\sigma(t) = \sigma_0 \sin(\omega t + \delta) + \sigma_m \quad (1 - 30)$$

où δ correspond au déphasage entre la consigne en déformation et la réponse en contrainte, σ_m correspond à la valeur moyenne en contrainte obtenue et σ_0 correspond à l'amplitude de contrainte obtenue. Le module de conservation (E') et le module de perte (E'') s'écrivent à partir du déphasage δ obtenu.

$$E' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \cos \delta \quad (1 - 31)$$

$$E'' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \sin \delta \quad (1 - 32)$$

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'} \quad (1 - 33)$$

Le résultat, obtenu pour un polymère amorphe est présenté Figure 1 - 6.

* Plusieurs polymères admettent néanmoins un comportement élastique non linéaire sur cette partie de la courbe. Des essais analysant la décharge après différentes déformations vraies atteintes sont présentés Figure 2 - 5 et valident le comportement viscoélastique décrit par cette partie de la courbe pour le polymère étudié ici.

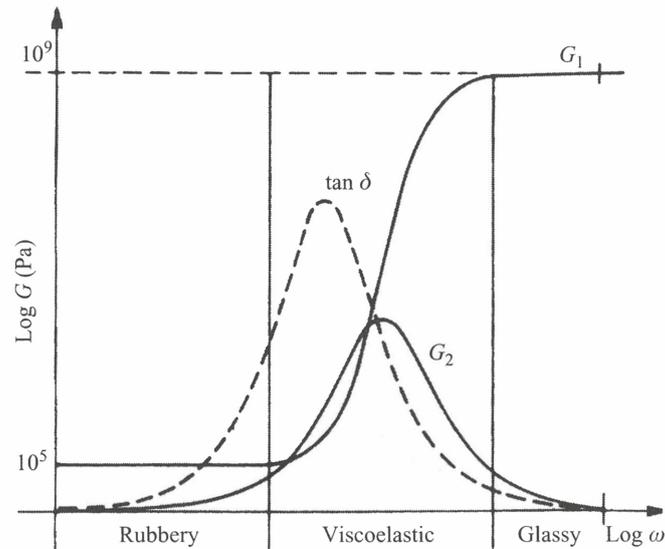


Figure 1 - 6 : Evolution des modules de perte et de conservation et du tangente de perte en fonction de la fréquence de sollicitation [15]

Pour une faible fréquence, ou pour une température élevée, le comportement d'un polymère amorphe est considéré comme caoutchoutique. Le matériau reste viscoélastique, la présence de viscoplasticité n'est pas possible. Les enchevêtrements forts entre les pelotes statistiques font office de points de réticulation (tant que la température n'est pas trop élevée) [16]. On peut définir ce matériau comme correspondant au modèle rhéologique de Kelvin-Voigt. A l'inverse, pour des fréquences de sollicitation élevées, ou une température d'essai basse, le polymère peut être considéré comme vitreux. Le matériau n'admet pas d'élasticité retardée, il correspond au modèle rhéologique de Maxwell. Dans ces deux cas extrêmes, le comportement du polymère est peu influencé par la fréquence de sollicitation ou la température. Les essais concernant l'étude de la viscoélasticité d'un polymère devront donc être réalisés dans la plage de vitesse et de température défini par les pics du facteur de perte et du module de perte. Concernant le polymère étudié ici, la plage d'étude est encadrée par les températures de transition α (T_α) et de transition β (T_β).

En première approche et à partir d'un essai de spectrométrie, on peut considérer que la température de transition α correspond à la température de transition vitreuse (T_g) d'un polymère. La température de transition vitreuse est la température à partir de laquelle un polymère passe d'un comportement viscoélastique à un comportement caoutchoutique. Cette transition est caractéristique d'une plus grande mobilité des macromolécules. A l'inverse, le passage de la transition β est caractéristique d'une diminution des mobilités entre macromolécules, typiquement des mouvements de segments ($T > T_\beta$) vers des mouvements des angles de valence des chaînes ($T < T_\beta$), le comportement viscoélastique du polymère devient vitreux.

1.2.3.3. Utilisation de l'équation d'Eyring

Le comportement des polymères amorphes est donc thermiquement activé. Le comportement viscoélastique est fortement influencé par la température et l'enthalpie (ΔH) d'un polymère, c'est-à-dire la barrière d'énergie à franchir pour obtenir un mouvement entre macromolécules, joue un rôle essentiel dans le comportement viscoélastique d'un polymère amorphe. Lorsqu'un

matériau est soumis à une contrainte, la forme de cette barrière énergétique est modifiée comme le montre la Figure 1 - 7.

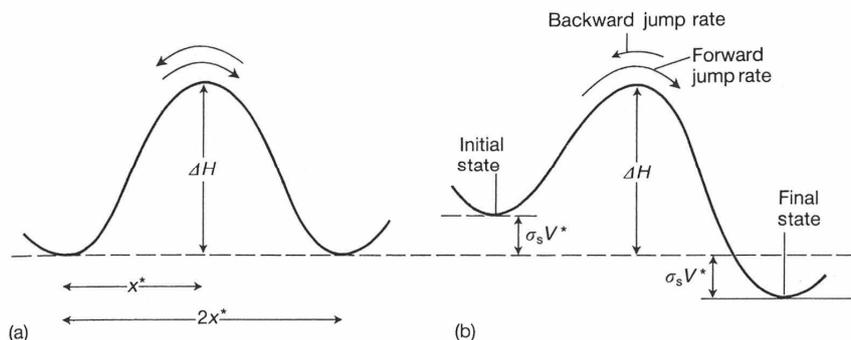


Figure 1 - 7 : Modèle de Eyring appliquée à un solide visqueux – (a) Barrière d'énergie à l'équilibre et (b) barrière d'énergie modifiée par une sollicitation mécanique [17]

On observe que l'enthalpie reste inchangée par rapport à l'état d'équilibre du matériau. Néanmoins, le passage de la position initiale vers la position finale est facilité puisque l'énergie d'activation (E_a) correspondant à l'enthalpie du matériau moins la contrainte multipliée par le volume d'activation (V^*) diminue avec la contrainte. La description de l'énergie d'activation d'un polymère permet de connaître la barrière d'énergie nécessaire pour obtenir le mouvement des macromolécules d'une position vers une autre. La description du volume d'activation permet de connaître le volume de macromolécules sollicitées lors d'un changement de configuration local. L'équation de Eyring s'écrit sous la forme suivante :

$$\frac{\partial \varepsilon}{\partial t} = A e^{-(E_a / RT)} e^{(V_a^* \sigma / RT)} \quad (1 - 34)$$

où A est une constante liée à la vitesse de déformation viscoélastique, E_a correspond à l'énergie d'activation, R est la constante universelle des gaz parfaits, V_a^* est le volume d'activation, T est la température et σ est la contrainte choisie lors des essais. Pour obtenir l'énergie d'activation et le volume d'activation, il est nécessaire de réaliser des essais expérimentaux permettant de tracer l'évolution de la vitesse de déformation en fonction de la déformation. Pour un test de compression uniaxial, la déformation s'écrit :

$$\varepsilon = \ln \left(\frac{l(t)}{l_0} \right) \quad (1 - 35)$$

où $l(t)$ correspond à l'évolution de la longueur de l'échantillon en fonction du temps et l_0 correspond à la longueur initiale de l'échantillon. La vitesse de déformation est la dérivée de la déformation par rapport au temps. Plusieurs ouvrages décrivent le calcul de l'énergie d'activation et du volume d'activation [15, 17]. Le calcul, réalisé à partir de l'évolution de la vitesse de déformation en fonction de la déformation viscoélastique, est décrit [15] à partir des courbes obtenues par Shelby et Dorn [18]. Des tests de fluage ont été réalisés pour différentes températures et une contrainte appliquée constante. Ces courbes sont présentées Figure 1 - 8.

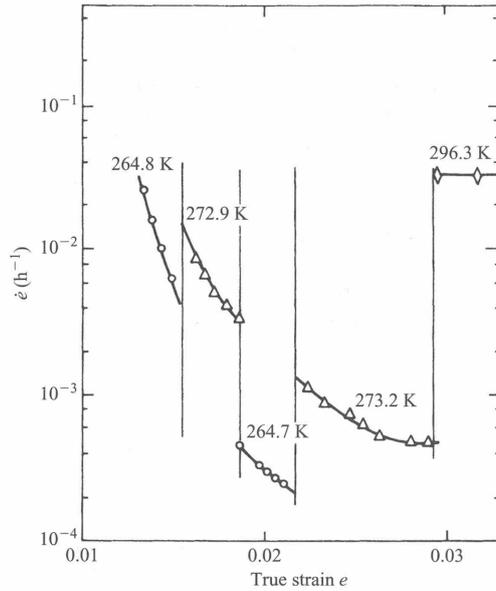


Figure 1 - 8 : Evolution de la vitesse de déformation viscoélastique en fonction de la déformation viscoélastique du poly(méthyle de méthacrylate) pour différentes températures et une contrainte appliquée de 56 MPa [18]

Les différentes courbes obtenues par Shelby et Dorn permettent de construire la courbe maîtresse de l'évolution de la vitesse de déformation viscoélastique en fonction de la déformation viscoélastique à partir de l'équivalence temps / température. La courbe présentée Figure 1 - 9 permet d'obtenir l'énergie d'activation et le volume d'activation du polymère étudié à partir de l'équation suivante :

$$\frac{\partial \varepsilon}{\partial t} = A e^{-(E_a + (\tau - \tau_i) V_a^*) / RT} \quad (1 - 36)$$

où τ correspond à un temps caractéristique.

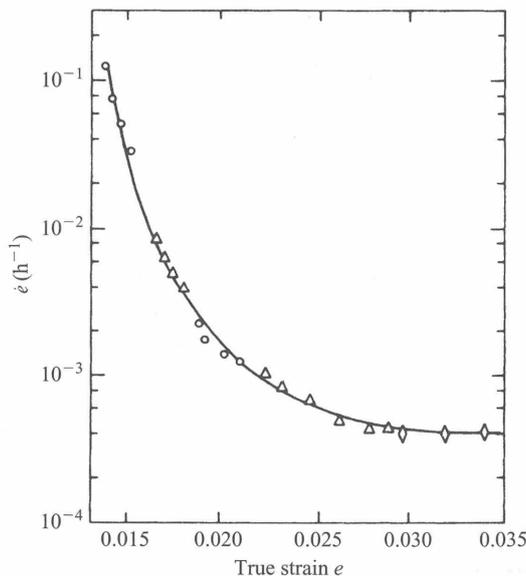


Figure 1 - 9 : Courbe maîtresse de l'évolution de la vitesse de déformation viscoélastique en fonction de la déformation viscoélastique du poly(méthyle de méthacrylate) pour une contrainte appliquée de 56 MPa [18]

Pour du poly(méthyle de méthacrilate) les valeurs généralement obtenues pour une température de 20 °C est de 0.22 nm³ pour le volume d'activation et de 80 kJ/mol pour l'énergie d'activation [19].

1.2.3.4. Evolution du module de relaxation en fonction du temps

La description du comportement viscoélastique d'un polymère amorphe est abordée dans de nombreux ouvrages et publications. De nombreux essais expérimentaux ont été utilisés pour définir les modules de complaisances en fluage et relaxation ou le module viscoélastique, quelques uns sont décrits dans l'ouvrage de Perez [16]. Nous nous astreindrons à décrire le comportement viscoélastique d'un polymère sollicité en traction et compression.

Lors d'un test de relaxation uniaxial, on peut déterminer le module de relaxation tel que défini dans l'équation (1 - 11). L'équivalence temps-température définie par Leaderman [20] permet, à partir de plusieurs essais réalisés à des températures différentes, de décrire le module de relaxation pour un large spectre de temps. En effet, pour une température de référence donnée, un facteur de translation a_T propre à chaque température d'essai permet le décalage de chaque courbe et donc la construction de la courbe maîtresse du comportement viscoélastique d'un polymère amorphe. La courbe maîtresse obtenue pour du poly(isobutylène) [21], est présentée Figure 1 - 10.

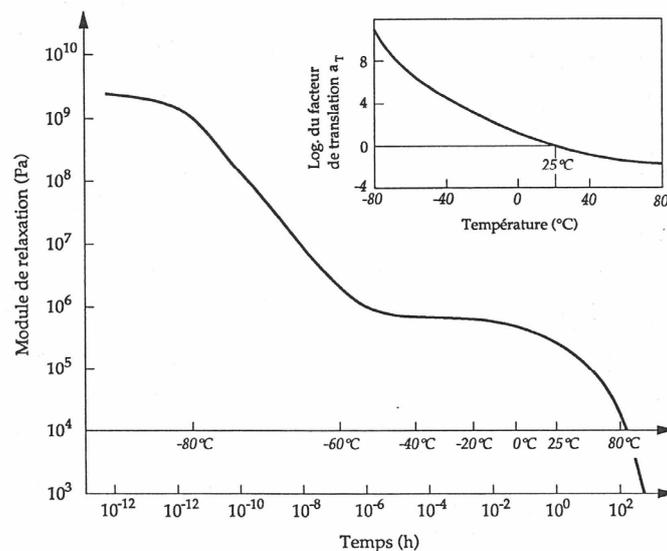


Figure 1 - 10 : Courbe maîtresse du module de relaxation pour un polymère amorphe (poly(isobutylène)) en fonction du temps [21]

On distingue sur cette courbe les différences dans le comportement viscoélastique d'un polymère amorphe. Ces différences sont directement liées aux mobilités moléculaires inhérentes au comportement du matériau à une vitesse ou une température donnée. L'interprétation de cette courbe est particulièrement bien décrite dans les ouvrages de Ward [15] et de Ferry [2].

Cette courbe maîtresse est constituée de quatre phases. Jusqu'à un temps de 10⁻¹² h, le matériau est considéré comme ayant un comportement vitreux, donc une dépendance faible à la fréquence de sollicitation et à la température. De 10⁻¹² h à 10⁻⁶ h le matériau est

viscoélastique. De 10^{-6} h à 10^{-1} h, le matériau est considéré comme caoutchoutique (c'est-à-dire viscoélastique au sens du modèle de Voigt), à partir de 10^{-1} h on obtient un écoulement du matériau.

1.2.4. Compréhension et analyse du comportement en fluage et recouvrance

La viscoélasticité des polymères a été étudiée à l'aide de diverses méthodes expérimentales. Les résultats en fluage et recouvrance des matériaux testés ont été confrontés à de nombreux modèles analytiques. Nous n'en dresserons pas ici une liste exhaustive. Généralement écrits à partir des modules de fluage ou de relaxation et des fonctions de complaisance, ces modèles permettent généralement d'obtenir de bonne corrélation avec les valeurs expérimentales. Les études concernant la recouvrance d'un échantillon après sollicitation sont plus rares car difficile à mettre en œuvre. Les travaux de ces différents groupes de recherche ont permis de mieux comprendre les différents aspects de la viscoélasticité concernant des matériaux de composition complexe. Nous nous attacherons ici à présenter les résultats obtenus à partir d'une modélisation simple des polymères amorphes. Les températures d'essais se situent entre les températures de transition α et β .

1.2.4.1. Fluage

Dans le cadre de la viscoélasticité linéaire, Dooling, Buckley et de Hinduja [7] analysent le comportement viscoélastique sous sollicitation du PMMA à partir de la description du module déviatorique. Dans un premier temps, comme illustré Figure 1 - 11(a), l'hypothèse de linéarité du comportement viscoélastique est validée. La description de la fonction de complaisance en cisaillement et du module de fluage en traction en fonction du temps sont obtenus et présentés Figure 1 - 11 (b). L'ajustement est réalisé à partir de l'équation (1 - 24), équation correspondant au modèle de Maxwell généralisé. Les auteurs préconisent de choisir deux temps caractéristiques par décade explorée.

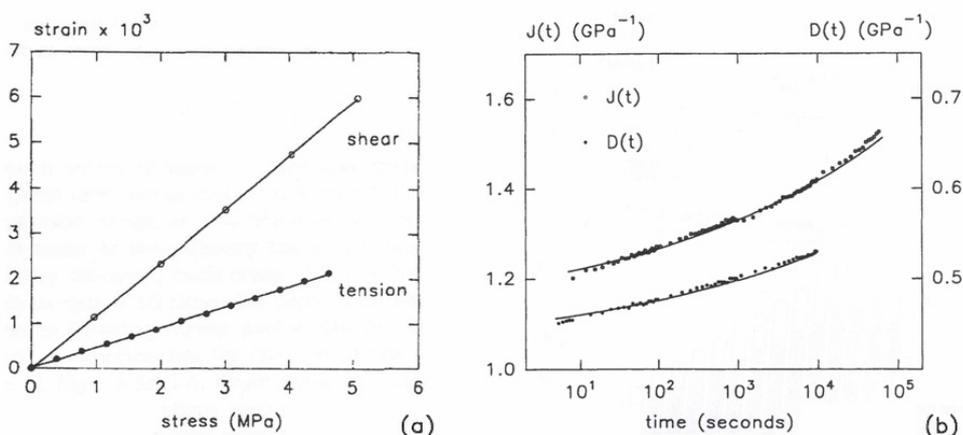


Figure 1 - 11: Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour un essai de cisaillement et de traction en fluage ($t=30$ s) (a) et évolution de la fonction de complaisance en cisaillement (J) et du module de fluage en traction (D) en fonction du temps (symbole) et ajustement réalisé (ligne) (b) [7]

Les résultats obtenus décrivent l'évolution de la déformation en cisaillement en fonction du temps pour différentes contraintes de cisaillement imposées, présentée Figure 1 - 12.

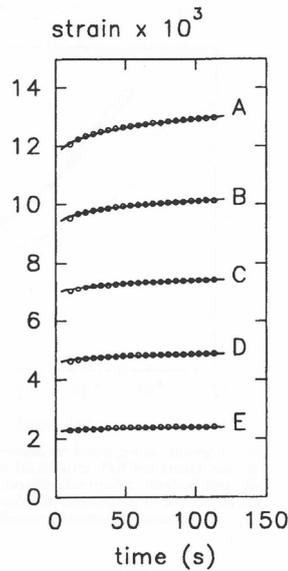


Figure 1 - 12: Evolution de la déformation en cisaillement en fonction du temps lors d'un essai de cisaillement en fluage pour différentes contraintes en cisaillement appliquées (A 10.26 MPa, B 8.20 MPa, C 6.10 MPa, D 4.05 MPa, E 2.00 MPa) [7]

Ces résultats montrent qu'il est possible de décrire numériquement le comportement viscoélastique sous chargement à partir d'une identification réalisée sur les fonctions de complaisance et le module de relaxation. Peut-on prévoir aussi facilement le retour viscoélastique d'un échantillon sollicité ?

1.2.4.2. Recouvrance

Taylor et Ferry [22] ont développés une procédure expérimentale innovante permettant de mesurer le retour viscoélastique (λ_s) d'un échantillon ayant subit préalablement un test de relaxation. Le modèle analytique de Mooney-Rivlin (M-R) et la formulation néo-Hookéenne (N-H), non développés ici, sont confrontés aux résultats expérimentaux (Figure 1 - 13). Ceux-ci permettent d'obtenir une valeur numérique du retour viscoélastique proche des résultats expérimentaux pour les tout premiers temps de recouvrance de l'échantillon. Néanmoins les auteurs montrent que la description complète de la recouvrance, dans le cadre de la viscoélasticité linéaire, nécessite de connaître le module de relaxation et la fonction de complaisance.

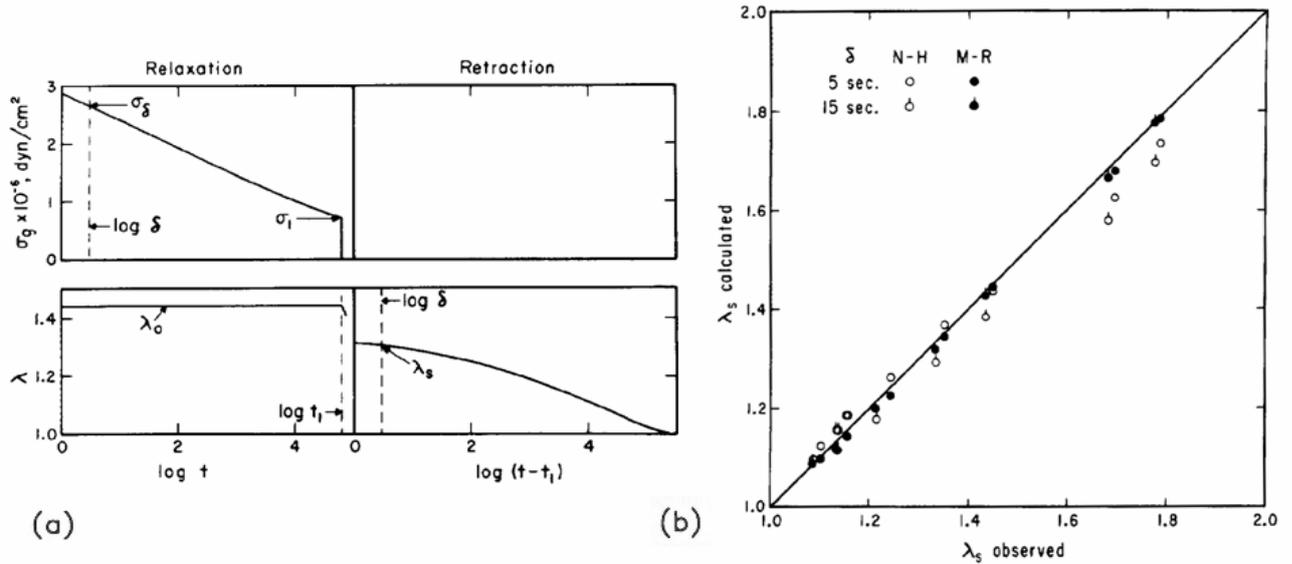


Figure 1 - 13: Procédure expérimentale (a) et évolution du retour viscoélastique calculé en fonction du retour viscoélastique mesuré et comparaison avec les modèles de Mooney-Rivlin (M-R) et la formulation néo-Hookéenne (N-H), [22]

Différents travaux ont également étudiés la recouvrance des polymères comme moyen d'obtention de la déformation plastique ou résiduelle. Parmi celles-ci, on peut citer Quinson *et al.* [23], Marano et Rink [24] et David *et al.* [25]. La procédure expérimentale utilisée permet d'obtenir la déformation résiduelle de l'échantillon après différentes déformations imposées et pour différents temps de recouvrance. Les déformations résiduelles obtenues lors des essais sont alors confrontées à la courbe contrainte / déformation complète comme le montre la Figure 1 - 14.

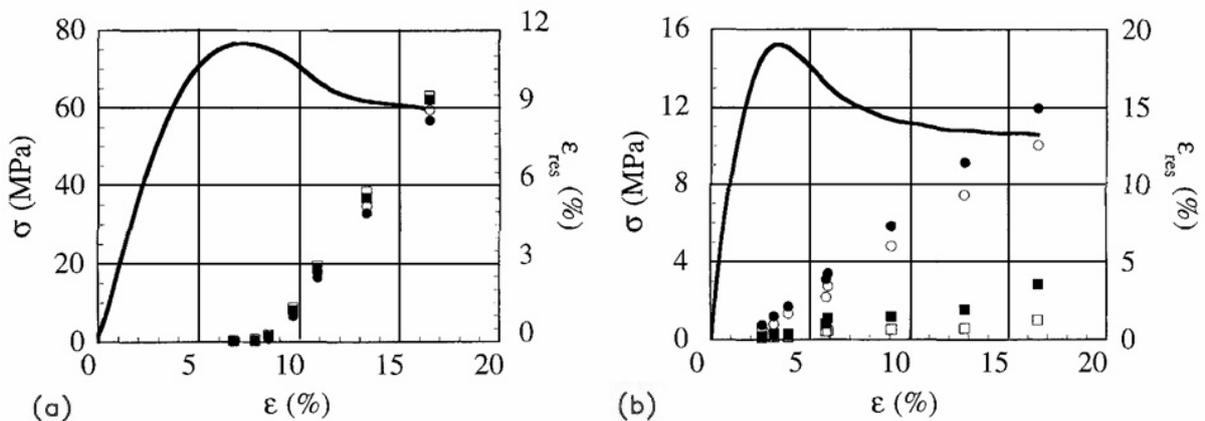


Figure 1 - 14: Evolution de la déformation résiduelle (ϵ_{res}) en fonction du temps de recouvrance (t_R) pour différents niveaux de contraintes atteints (plusieurs essais de compression uniaxiale) [25]
 (a) Poly(carbonate), $T = 20^\circ\text{C}$, $d\epsilon/dt = 0.2$, t_R : \square :10 min, \blacksquare :60 min, \circ :3600 min, \bullet :50000 min
 (b) Poly(styrène), $T = 90^\circ\text{C}$, $d\epsilon/dt = 0.2$, t_R : \bullet :5 min, \circ :60 min, \blacksquare :900 min, \square :6000 min

Les résultats montrent que la contrainte d'écoulement plastique ne doit pas être automatiquement choisie comme étant le pic maximum de la courbe contrainte / déformation. Choisir la contrainte d'écoulement plastique nécessite de réaliser des essais similaires à ces études, en effet, la déformation résiduelle peut apparaître avant le pic maximum comme après le pic maximum de la courbe contrainte / déformation selon les matériaux et les températures

des essais. L'obtention de la contrainte d'écoulement plastique peut ainsi être obtenue avec précision pour plusieurs polymères amorphes. Dans le cadre de ce manuscrit la contrainte d'écoulement plastique est néanmoins choisie comme étant le pic de la courbe contrainte / déformation compte tenu du nombre d'essais nécessaires à réaliser pour chaque courbe contrainte / déformation étudiée. Les résultats présentés dans ces études [23-25] montrent également que la recouvrance est thermiquement activée. Pour chaque essai, la phase de chargement est réalisée à température ambiante, le retour viscoélastique de l'échantillon est ensuite étudié en fonction de la température. Les auteurs montrent que la recouvrance du matériau est plus rapide et de plus grande amplitude lorsque la température de recouvrance est proche de la température de transition vitreuse. La construction d'une courbe maîtresse de la recouvrance d'un polymère, ici du poly(méthyle de méthacrylate), a été réalisée par Quinson *et al.* en 1996 [26]. Cette courbe maîtresse présentée Figure 1 - 15 a permis de mettre en évidence deux comportements viscoélastiques distincts dans le retour viscoélastique.

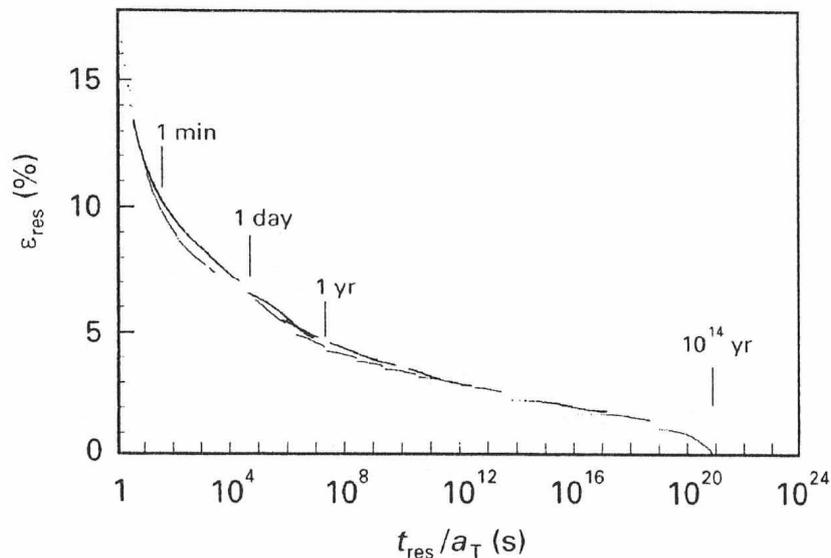


Figure 1 - 15: Courbe maîtresse de recouvrance – Evolution de la déformation résiduelle (ϵ_{res}) en fonction du temps normé par le facteur de décalage (a_T) permettant le recalage des courbes obtenues pour différentes températures d'essai [26]

Un premier retour viscoélastique se réalise sur un temps d'observation raisonnable, le second comportement en recouvrance ne peut s'obtenir que par la construction de la courbe maîtresse. En effet, le second processus débute à partir d'un téra d'années.

1.2.5. Conclusion partielle

Le comportement viscoélastique des polymères dans le volume a fait l'objet de nombreuses études. L'étude du comportement viscoélastique des polymères, à l'aide des essais de fluage et de relaxation, montre qu'il est possible d'obtenir des valeurs rendant compte de la physique du matériau. Les fonctions de complaisance et les modules de fluage et de relaxation obtenus à partir des tests conventionnels permettent une bonne description du fluage et de la relaxation des polymères sous sollicitation. La recouvrance des matériaux est plus difficile à obtenir, néanmoins plusieurs études montrent qu'il est possible de décrire la recouvrance des polymères amorphes après sollicitation.

1.3. Comportement viscoélastique des polymères amorphes en indentation

L'étude de la viscoélasticité en surface des polymères est plus récente. De part la nature d'une sollicitation mécanique réalisée sur une surface avec un objet 3D, une analogie directe entre la viscoélasticité dans le volume et la viscoélasticité en surface n'est pas possible. La triaxialité de la sollicitation, les effets dus à la pression hydrostatique ainsi que les contraintes techniques liés à l'obtention des mesures sont autant de raisons qui rendent difficile l'étude de la viscoélasticité des surfaces. La partie suivante présente les moyens expérimentaux qui permettent la caractérisation des surfaces de polymères et les études concernant la viscoélasticité du contact.

1.3.1. Historique

1.3.1.1. La théorie de Hertz

Fin du XIX^{ème} siècle, Heinrich Rudolf Hertz s'intéresse aux franges d'interférence apparaissant lors d'un contact entre deux lentilles optiques [27]. Il s'appuie sur les résultats particuliers de Boussinesq publiés deux années auparavant pour écrire la première théorie des contacts élastiques [28, 29]. Cette théorie, sur laquelle nous reviendrons plus en avant dans ce chapitre, permet de connaître la taille de l'aire de contact obtenue pour une force donnée et donc de décrire la pression de contact entre deux matériaux dont le comportement est considéré comme élastique.

1.3.1.2. Le test de dureté

Au début du XX^{ème} siècle, l'ingénieur Suédois Brinell invente le test d'indentation [30]. Le test d'indentation Brinell consiste à créer un contact entre un indenteur sphérique considéré infiniment rigide et la surface d'un matériau déformable. Le test d'indentation a donc été inventé après la description analytique d'un contact sphère / plan pour un matériau élastique. Appliquée généralement pour les matériaux métalliques, dont le comportement peut être considéré comme élasto-plastique à température ambiante, la dureté d'un matériau (H) est définie par le rapport entre la force (F) appliquée sur l'indenteur et l'aire de contact projetée de l'empreinte résiduelle obtenue :

$$H = \frac{F}{\text{Aire de contact projetée}} \quad (1 - 37)$$

La plastification du matériau est à l'origine de l'empreinte résiduelle et donc de l'aire résiduelle permettant d'obtenir la dureté. La dureté est une information qualitative des propriétés d'un matériau. Elle permet de décrire un matériau comme étant plus "dur" qu'un autre matériau. Différents tests d'indentation se sont par la suite développés à partir de l'utilisation d'indenteurs de géométries différentes et détaillées Figure 1 - 16.

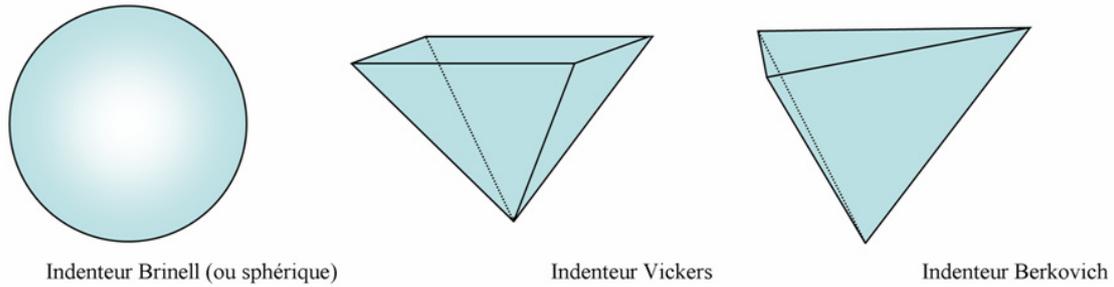


Figure 1 - 16: Différents indenteurs communément utilisés

Différentes duretés ont ainsi été définies parmi lesquelles la dureté Vickers et la dureté Berkovich. L'avantage des indenteurs Vickers et Berkovich réside dans leur forme géométrique. Il s'agit de pointe homothétique, quelle que soit la profondeur d'indentation, les champs de contraintes et de déformations obtenus sont de la même forme. Pour un matériau élasto-plastique homogène en épaisseur, la pression de contact reste constante quelque soit la profondeur d'indentation, les valeurs obtenues à partir de tests de dureté Vickers et Berkovich ne dépendent donc pas de la charge appliquée. A l'inverse, l'indenteur Brinell impose une déformation qui est d'autant plus importante que la profondeur d'indentation est importante.

1.3.1.3. Le test d'indentation instrumenté

Pour un matériau purement élastique (ou viscoélastique ayant un comportement modélisable par le modèle de Kelvin-Voigt) la valeur de la dureté du matériau tend vers l'infini puisque l'aire projetée de l'empreinte résiduelle tend vers 0. Dans le cadre de cette problématique, Grodzinski [31] en 1952, développe le test d'indentation instrumenté. On mesure dans ce cas l'évolution de la force en fonction de l'enfoncement. Le comportement mécanique des polymères en surface ne peut effectivement pas être considéré comme élasto-plastique. Le comportement mécanique d'un polymère dépend du temps, et la mesure des propriétés mécaniques en surface est plus complexe compte tenu de la part de viscoélasticité qui peut être prépondérante dans la réponse à une sollicitation mécanique, comme a pu le montrer Crawford [32]. A partir de la profondeur d'indentation et de la forme précise de l'indenteur, on peut définir la pression moyenne de contact :

$$p_m = \frac{F}{\text{Aire projetée}} \quad (1 - 38)$$

où p_m correspond à la pression moyenne de contact et l'aire projetée correspond à l'aire projetée du contact réel entre l'indenteur et la surface du matériau. A ce stade, il ne s'agit plus d'observer uniquement la réponse plastique obtenue : l'information reste purement qualitative mais permet l'étude de la réponse globale du matériau sollicité lors de l'indentation. Il faut attendre 1970 et les travaux de Tabor [33] sur le contact des solides pour obtenir une première analogie entre les propriétés mécaniques mesurées à partir de tests uniaxiaux et les résultats obtenus lors d'un test d'indentation instrumenté.

1.3.1.4. Analogie du comportement en volume avec le comportement en indentation

La contribution de Tabor avec *hardness of solids* [33] est fondatrice. Tabor montre qu'il est possible de faire l'analogie entre les informations obtenues à partir d'un essai d'indentation et

les constantes matériaux obtenues à partir d'un test uniaxial. Dans le cadre d'un contact plastique sphère / plan, la pression moyenne de contact (p_m) est liée à la contrainte (σ) :

$$p_m = k \sigma \quad (1 - 39)$$

où k correspond à un coefficient égal à ~ 3 pour les aciers et égal à ~ 2 pour les polymères [34]. Tabor montre que, pour les matériaux métalliques, la déformation obtenue lors d'un test uniaxial peut être également reliée à une déformation moyenne de contact ($\langle \varepsilon \rangle$). Lors d'un test d'indentation avec un indenteur sphérique la déformation moyenne de contact est calculée ainsi :

$$\langle \varepsilon \rangle = 0.2 \frac{a}{R} \quad (1 - 40)$$

où $\langle \varepsilon \rangle$ est la déformation moyenne de contact définie par Tabor, a correspond au rayon de contact et R correspond au rayon de l'indenteur.

Tabor montre également que lors d'un essai d'indentation la relation suivante peut s'écrire :

$$\frac{\dot{h}}{h} \alpha \frac{\dot{P}}{P} \quad (1 - 41)$$

où h correspond à la profondeur de contact, \dot{h} correspond à la dérivé par rapport au temps de l'enfoncement de l'indenteur dans le matériau, P correspond à la force appliquée et \dot{P} correspond à la dérivé par rapport au temps de la charge appliquée. Cette relation est communément utilisée dans le cadre de la gestion du pilotage lors des essais de nanoindentation. Essai sur lequel nous reviendrons plus en avant dans ce chapitre.

1.3.1.5. Analyse quantitative d'un essai d'indentation

A partir de l'approche de Tabor, plusieurs études ont validé le fait qu'il était possible d'obtenir des valeurs quantitatives telles que le module d'élasticité ou la contrainte d'écoulement plastique d'un matériau. En utilisant la théorie de Hertz (développée dans l'ouvrage sur la théorie de l'élasticité de Landau et Lifchitz [35]), Darlix, Montmitonnet et Monasse [36] calculent le module d'élasticité, à partir de la décharge d'un polymère après sollicitation. Le module d'élasticité est obtenu à partir de l'équation suivante :

$$E = \frac{3\pi(1-\nu^2)}{4} \frac{R}{a_R} p_m \quad (1 - 42)$$

avec, E le module d'élasticité, ν le coefficient de Poisson, R le rayon de l'indenteur sphérique utilisé, p_m la contrainte moyenne de contact et a_R le rayon de contact "recouvré" défini par l'équation (1 - 44) obtenu à partir de la différence de profondeur instantanée (Δh) lors du déchargement :

$$\Delta h = h_2 - h_1 \quad (1 - 43)$$

où h_1 est la profondeur d'indentation en fin de chargement et h_2 la profondeur de l'empreinte recouverte instantanément après décharge. A partir de la géométrie même du contact sphère / plan, le rayon de contact "recouvré" instantanément s'écrit :

$$a_R = (\Delta h(2R - \Delta h))^{1/2} \quad (1 - 44)$$

Les valeurs obtenues pour un poly(éthylène) à partir de l'équation (1 - 42) sont comparées, Figure 1 - 17, avec les valeurs présentées par McCrum *et al.* [37] pour des tests de spectrométrie.

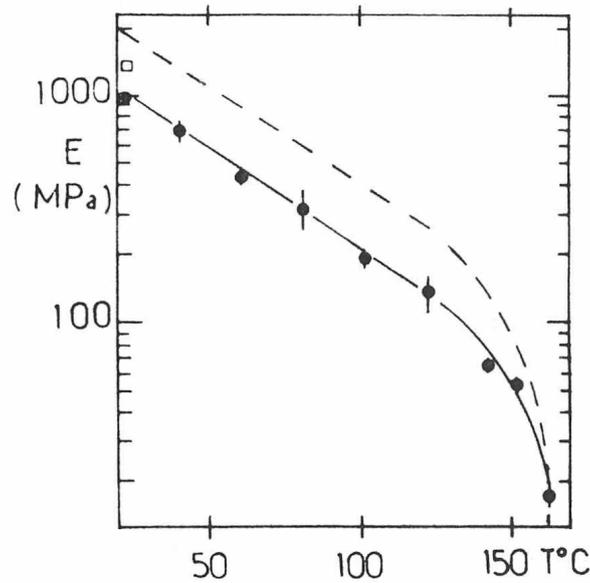


Figure 1 - 17 : Evolution du module d'élasticité du poly(éthylène) en fonction de la température— Comparaison entre les mesures obtenues à partir des tests d'indentation instrumenté (●) et les valeurs obtenues pour des tests de spectrométrie (---) [36]

On observe que les valeurs du module d'élasticité obtenues par indentation instrumentée sous-estiment les valeurs expérimentales obtenues à partir d'un test uniaxial. Les auteurs pensent que cette différence est, d'une part, liée à la différence de déformation moyenne appliquée et, d'autre part, à la différence dans la composition chimique des deux poly(éthylènes) testés. On peut ajouter à cette analyse le fait que le modèle développé par Darlix *et al.* ne prend pas en compte le rôle de la déflexion élastique au bord du contact. La mesure de déplacement est ici une mesure totale du déplacement de l'indenteur sur la surface du matériau. Cette mesure n'est donc celle de la profondeur réelle du contact. La prise en compte de la déflexion élastique autour du contact sera intégrée plus tard dans le développement du modèle permettant une analyse plus fine encore des mesures du comportement mécanique des matériaux en surface. Il s'agit du modèle de Oliver et Pharr applicable à un test de nanoindentation.

1.3.2. Le test de nanoindentation

Un test de nanoindentation consiste à appliquer un indenteur sur la surface d'un matériau pour un pilotage en force donné, il s'agit donc d'un test d'indentation instrumenté. Néanmoins les échelles ne sont pas les mêmes, les profondeurs d'indentation atteintes sont de l'ordre de la centaine voir de la dizaine de nanomètres. Les essais de nanoindentation se sont développés et généralisés dans la communauté tant scientifique qu'industrielle. Cette technique permet en effet d'obtenir des valeurs quantitatives relatives au comportement mécanique d'un matériau (ou de ses différentes phases dans le cas d'un matériau métallique), matériau souvent difficile à mettre en œuvre pour l'utilisation des tests uniaxiaux classiques.

1.3.2.1. Le modèle de Oliver et Pharr

Il est possible, à partir du modèle de Oliver et Pharr présenté en 1992 et complété en 2004 [38], d'obtenir les valeurs de la pression moyenne de contact et du module d'élasticité du matériau testé. La courbe force / déplacement obtenue lors d'un test de nanoindentation peut être schématisée comme indiqué Figure 1 - 18 :

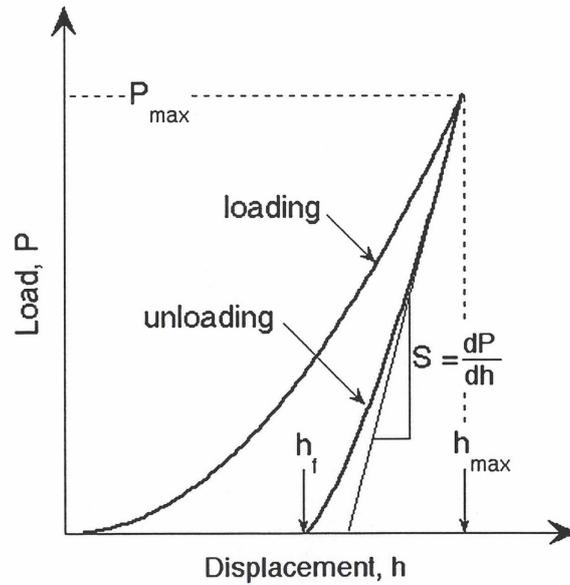


Figure 1 - 18 : Schéma représentant la courbe force / enfoncement obtenue lors d'un test de nanoindentation [38]

Lors d'une indentation réalisée avec un indenteur berkovich, la section de l'empreinte obtenue pendant le chargement peut être paramétrée comme le montre la Figure 1 - 19 :

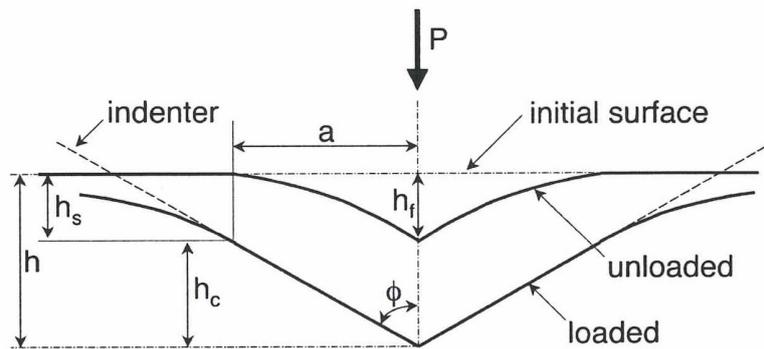


Figure 1 - 19 : Schéma décrivant les paramètres caractérisant la géométrie d'un contact lors d'une indentation Berkovich pendant la phase de charge et pendant la phase de décharge [38]

On observe que la connaissance de h_s , profondeur liée à la part de déflexion élastique aux bords du contact, est nécessaire pour estimer la profondeur réelle du contact (h_c) sous chargement. C'est à partir des équations décrites par Sneddon [39] que Oliver et Pharr écrivent que :

$$h_s = k \frac{P_{\max}}{S} \quad (1 - 45)$$

Avec k égale à une constante qui dépend de la géométrie de l'indenteur, P_{\max} correspond à la charge maximale appliquée et S la raideur de contact obtenue lors des premiers instants de décharge. Considérant le matériau comme purement élasto-plastique, l'indenteur comme infiniment rigide et en s'appuyant sur l'équation (1 - 45) et sur la fonction d'aire décrivant l'évolution de l'aire de contact en fonction de la profondeur réelle du contact $A = f(h_c)$, Oliver et Pharr décrivent la raideur de contact (S) telle que :

$$S = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E \sqrt{A} \quad (1 - 46)$$

Avec β un facteur de correction, E le module d'élasticité du matériau indenté et A l'aire réelle de contact lorsque h_{\max} est atteint. La valeur de la raideur est obtenue à partir de la courbe force / enfoncement et permet de connaître le module d'élasticité. L'estimation de h_s est importante pour identifier un module d'élasticité correctement. Il est donc nécessaire de connaître la forme du profil de matière autour du contact réalisé.

1.3.2.2. Prise en compte du profil de matière autour de l'indenteur

Plusieurs études montrent que, pour un matériau considéré comme élasto-plastique, c'est le rapport entre le module d'élasticité et la valeur de la contrainte d'écoulement plastique qui est à l'origine de la forme du profil du matériau autour de l'indenteur [38, 40]. Le rhéodurcissement du matériau en fonction de la déformation (l'écrouissage) influence également le type de profil obtenu. La courbe présentée Figure 1 - 20, résultat d'une analyse numérique, décrit l'évolution du profil autour d'un contact cône / plan pour différents rapports E/σ_y et deux matériaux dont le comportement est élasto-plastique, l'un écrouissable, l'autre non.

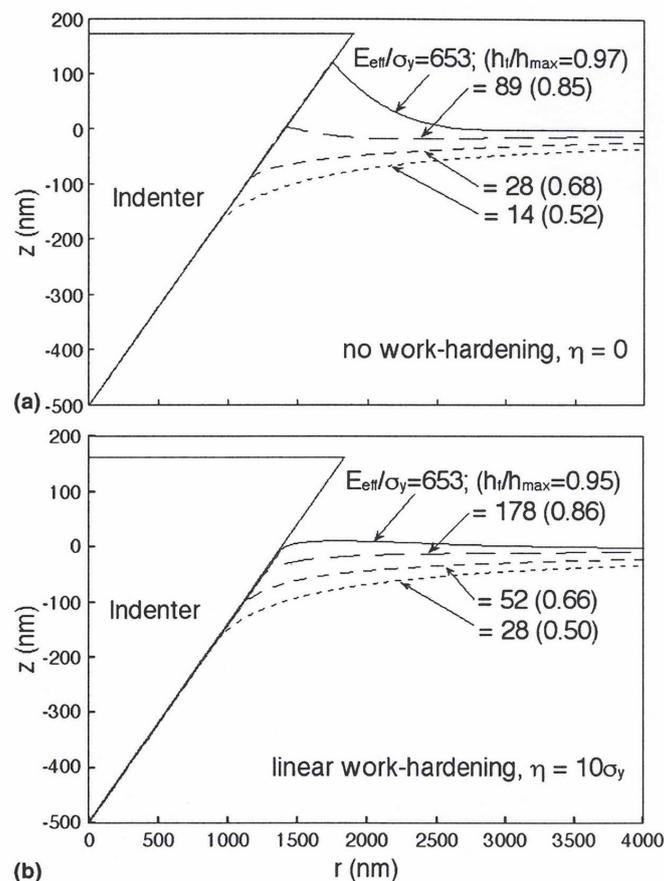


Figure 1 - 20 : Résultat numérique – Evolution du profil de matière indentée autour de l'indenteur et influence du rapport E/σ_y et de l'écrouissage du matériau [38]

On observe que la déflexion élastique autour du contact est d'autant plus marquée que le rapport E/σ_y diminue. Des modèles permettant de prédire la forme du profil obtenue lors d'un test de nanoindentation ont été développés par Bolshakov et Pharr [41] ainsi que par

McElhaney *et al.* [42]. Dans le cas des indenteurs sphériques, le problème est différent compte tenu de la géométrie de l'indenteur. Les influences du rapport E/σ_y et de l'érouissage du matériau sont toujours présentes mais la forme du profil autour d'un contact sphère / plan est également influencée par la profondeur d'indentation atteinte comme le montre la Figure 1 - 21 illustrant les résultats d'une analyse numérique réalisée par Taljat et Al [43].

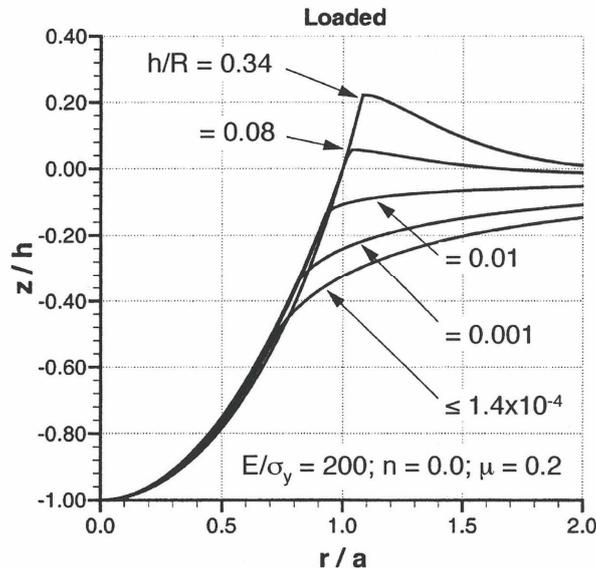


Figure 1 - 21 : Analyse numérique - Evolution du profil de matière indentée pour différentes profondeurs d'indentation atteintes pendant le chargement [43]

Tout étant égal par ailleurs, l'apparition d'un bourrelet autour du contact est conditionnée par la profondeur d'indentation atteinte. On observe que plus l'enfoncement de la sphère dans le matériau est important, plus l'apparition d'un bourrelet autour du contact devient probable. Par la prédiction du profil de matière autour de l'indenteur et considérant le matériau comme élasto-plastique, il est possible de calculer le module d'élasticité d'un matériau. Néanmoins, on ne peut pas considérer les polymères comme ayant un comportement élasto-plastique. Il est nécessaire, dans l'objectif de calculer le module d'élasticité d'un matériau élasto-viscoélastique-viscoplastique, de s'affranchir du comportement viscoélastique du matériau en gardant à l'esprit la bonne prise en compte du profil de matière autour de l'indenteur.

1.3.2.3. Prise en compte de la viscoélasticité dans la réponse force / enfoncement

Le calcul du module d'élasticité à partir d'un essai de nanoindentation pour un matériau viscoélastique nécessite de s'affranchir de la part de viscoélasticité du polymère testé. En effet, pour les matériaux dont le comportement dépend du temps, la vitesse de décharge influence le retour de matière et peut perturber fortement la mesure du module d'élasticité. On observe dans la phase de décharge, l'effet couplé du comportement élasto-viscoélastique. En effet, malgré le fait que la force diminue puisque la phase de déchargement commence, le niveau de la force encore appliquée est suffisant pour obtenir le fluage du matériau et l'indenteur s'enfonce encore dans le matériau. La Figure 1 - 22 montre l'évolution de la force en fonction du déplacement pour une vitesse de chargement constante et différentes vitesses de décharge. Ngan *et al.* [44] mettent en évidence le "nez" obtenu dans la courbe

force / enfoncement pour du poly(propylène), caractéristique des matériaux viscoélastiques. Dès lors, il est nécessaire de pouvoir s'affranchir de cet effet de vitesse lors de la décharge.

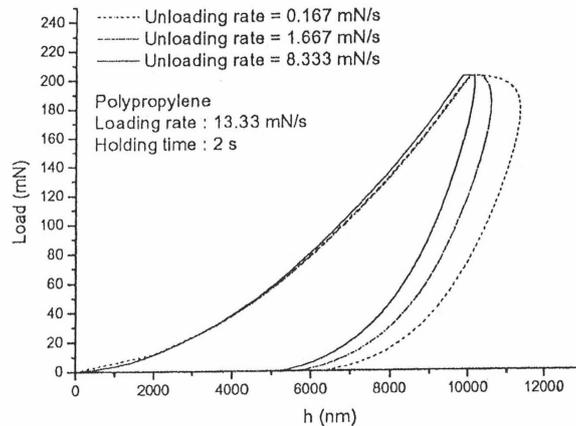


Figure 1 - 22 : Evolution de la force en fonction de l'enfoncement pour différentes vitesses de décharge [44]

La technique utilisée pour s'affranchir de cette dépendance à la vitesse est d'observer un temps de maintien sous un chargement constant comme le montrent les études de Briscoe *et al.* [45], Chuboda et Richter [46] ou encore celle de Mammeri *et al.* [47]. Sous une force maintenue constante, l'évolution du déplacement en fonction du temps (schématisée par le modèle de Kelvin-Voigt (Figure 1 - 2)) tend vers une valeur finie. La viscoélasticité du contact, la dépendance à la vitesse de déchargement, peut alors être négligée. Hochstetter *et al.* [48] montrent d'ailleurs l'influence du temps de maintien en charge sur le calcul de la pression moyenne de contact et la nécessité d'observer un temps de maintien en fluage en fin de chargement. La Figure 1 - 23 présente l'évolution de la force en fonction de l'enfoncement pour une vitesse de charge et de décharge égales et deux temps de maintien en charge différents. On observe la disparition du "nez".

THE "NOSE" PROBLEM

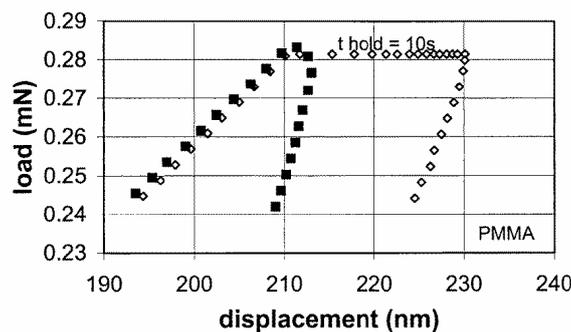


Figure 1 - 23 : Evolution de la force en fonction de l'enfoncement pour deux temps de maintien en charge différents [45]

Comme nous allons le voir, les indenteurs non sphériques tels que les indenteurs Vickers et Berkovich sont utilisés fréquemment pour obtenir une mesure du comportement mécanique des polymères. Malgré tout, l'utilisation de ces indenteurs nécessite quelques précautions comme la prise en compte du défaut de pointe.

1.3.2.4. Fonction d'aire et défaut de pointe

L'utilisation des indenteurs non sphériques comporte plusieurs avantages parmi lesquels celui de travailler à pression moyenne constante. Situé assez loin du défaut de pointe, l'indenteur peut être considéré comme ayant une géométrie homothétique. Quelle que soit la profondeur d'indentation, les champs de contraintes et de déformations restent les mêmes. Pour utiliser le modèle de Oliver et Pharr et exploiter les courbes d'indentation instrumenté, il est important de connaître précisément la forme de l'indenteur. En effet, c'est la forme de l'indenteur qui définit la fonction d'aire. L'évolution de l'aire de contact pour une profondeur connue peut être obtenue à partir de l'imagerie de l'indenteur utilisé, typiquement à l'aide d'imagerie AFM. La Figure 1 - 24 (Fischer-Cripps [40]), illustre le défaut de pointe d'un indenteur conique. Ce défaut de pointe peut être important et influencer les résultats obtenus dans l'interprétation des courbes expérimentales.

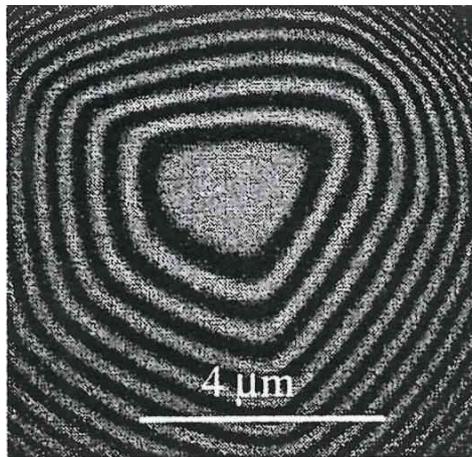


Figure 1 - 24 : Image AFM décrivant le défaut de pointe d'un indenteur "sphéro-conique" [40]

La procédure d'identification communément utilisée pour connaître la fonction d'aire reste néanmoins l'identification inverse réalisée à partir de différents essais de nanoindentation pour un matériau modèle, élasto-plastique, la Silice fondue. La connaissance précise de son module d'élasticité permet, à partir de la méthode de Oliver et Pharr de connaître la fonction d'aire d'un indenteur, cette procédure est appelée calibration de pointe.

La fonction d'aire permet également de connaître la profondeur d'indentation nécessaire pour s'affranchir du défaut de pointe. La Figure 1 - 25 montre la nécessité de s'éloigner du défaut de pointe en augmentant la profondeur d'indentation pour pouvoir considérer l'indenteur comme ayant une géométrie homothétique.

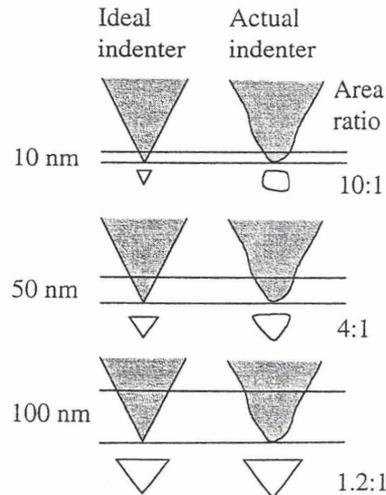


Figure 1 - 25 : Schéma décrivant la différence, lors d'une indentation, entre un indenteur cône de géométrie parfaite et un indenteur "réel" ayant un défaut de pointe [40]

Avec les précautions liées au défaut de pointe et la présence d'un bourrelet ou d'une déflexion de matière autour de l'indenteur utilisé, plusieurs auteurs proposent d'étudier la viscoélasticité des polymères à partir de test de nanoindentation.

1.3.3. Etude de la viscoélasticité : indenteur non sphérique

A partir d'un essai de fluage de contact, il est possible d'obtenir les fonctions de complaisance d'un polymère amorphe et de réaliser une analogie avec des résultats uniaxiaux. Néanmoins, en ce qui concerne l'étude de la recouvrance des polymères, la géométrie de ce type d'indenteur pose problème.

1.3.3.1. Etude du fluage de contact

Plusieurs études du comportement viscoélastique des polymères ont été réalisées à partir de tests de nanoindentation [49-51]. Gerberich *et al.* [52] ont étudié le fluage de contact entre un indenteur de type poinçon plat et une surface considérée semi-infini. Dans le cadre de la viscoélasticité linéaire Gerberich *et al.* montrent qu'il est possible, à partir d'un modèle simple de type Kelvin-Voigt, de décrire le comportement viscoélastique d'un polymère, ici du poly(styrène), soumis à une sollicitation de contact. La Figure 1 - 26 présente l'évolution du déplacement de l'indenteur en fonction du temps pour une force imposée constante et la comparaison avec le modèle analytique de Kelvin-Voigt ajusté sur le résultat expérimental.

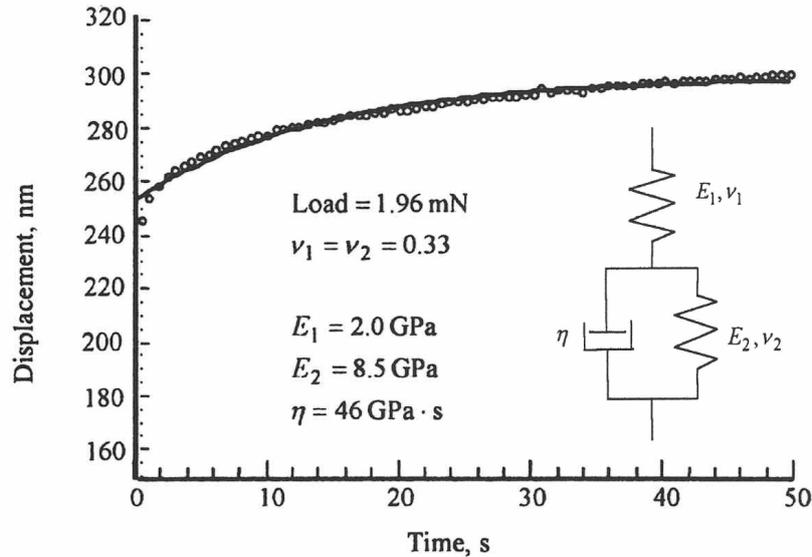


Figure 1 - 26 : Evolution du déplacement de l'indenteur en fonction du temps pour une force imposée constante (indenteur de type poinçon plat sur une surface de poly(styrène)) [52]

On observe une corrélation correcte entre le résultat expérimental et le résultat du modèle. Néanmoins, on peut remarquer qu'à plusieurs endroits, les pentes des deux courbes se croisent. Il semble nécessaire d'augmenter le nombre de paramètres au modèle pour obtenir une meilleure corrélation avec le résultat expérimental. Gerberich *et al.* montrent également qu'il est possible de calculer la fonction de complaisance en fluage à partir de ce type d'essai. Le calcul de la fonction de complaisance à partir d'un essai d'indentation est particulièrement bien décrit dans l'étude de Lu *et al.* [53] pour des indenteurs de type Berkovich et sphérique.

1.3.3.2. Etude de la recouvrance des empreintes

Il est démontré qu'il est possible d'obtenir des informations décrivant le comportement viscoélastique d'un polymère à partir de tests d'indentation avec des indenteurs non-sphériques. Plusieurs études se sont intéressées à la recouvrance des empreintes obtenues à l'aide d'essais de nanoindentation avec des indenteurs Vickers et Berkovich. J-P Guin *et al.* [54] étudient la dureté du verre minéral à partir de l'empreinte résiduelle obtenue après une phase de fluage. Le profil des empreintes résiduelles est observé par AFM. Le matériau étudié est considéré comme élasto-viscoplastique tel que présenté Figure 1 - 3 et les auteurs prennent en compte l'hypothèse selon laquelle les bords de l'empreinte n'admettent pas de retour élastique. Cette hypothèse est validée par l'étude de Low [55]. Celui-ci réalise des mesures de dureté Vickers sur une résine acrylique pour différents temps de maintien en charge. Il souhaite valider que la mesure de la dureté ne varie pas lorsque la charge est retirée. Il réalise pour cela deux mesures de duretés après retrait de la charge et distantes de 100 h. Les résultats présentés Figure 1 - 27 montre le résultat obtenu.

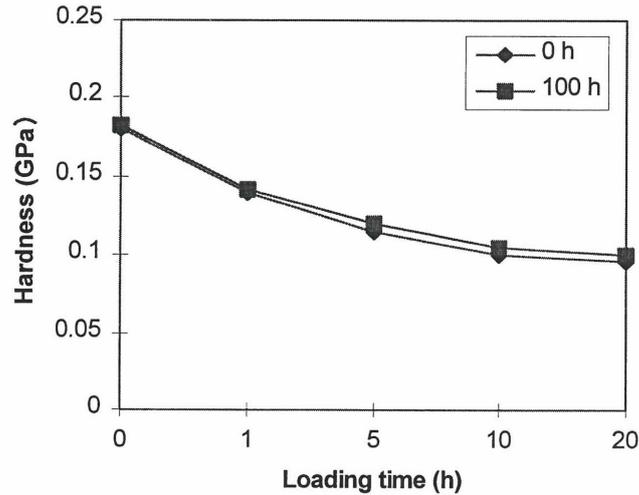


Figure 1 - 27 : Evolution de la dureté en fonction du temps d'application de la charge pour deux temps de mesure différents après décharge [55]

On observe que les concentrations de contrainte le long des arêtes bloquent les diagonales de l'empreinte résiduelle. L'aire projetée, calculée à partir de la mesure des diagonales, est peu modifiée après décharge. La dureté après décharge peut donc être considérée comme identique à la dureté en fin de fluage. L'évolution de l'empreinte résiduelle en fonction du temps n'est pas étudiée ici, l'empreinte résiduelle est considérée comme permanente, néanmoins les images AFM montrent un profil résiduel d'une grande complexité comme le montre la Figure 1 - 28.

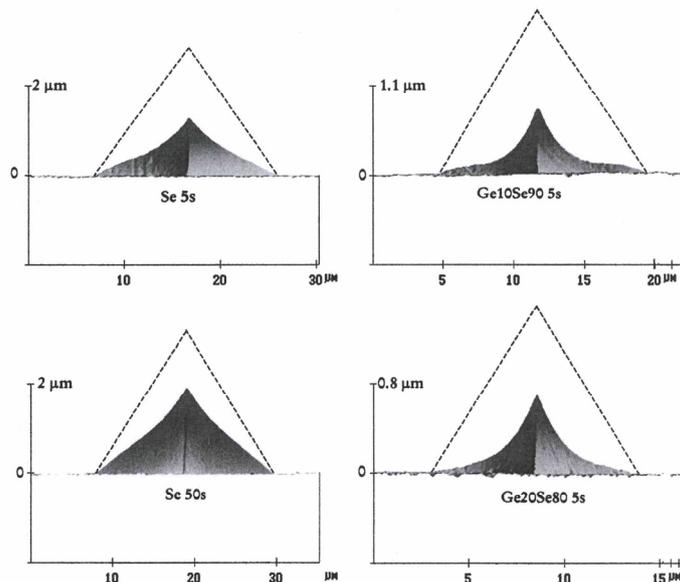


Figure 1 - 28 : Profils des empreintes résiduelles obtenues lors d'essai d'indentation avec un indenteur de type Vickers pour quatre types de verres différents. En pointillé, le profil idéal en fin de la phase de fluage [54]

Il semble difficile de caractériser la recouvrance d'une empreinte par la seule mesure de la profondeur de l'empreinte résiduelle. La mesure de la profondeur de l'empreinte résiduelle en fonction du temps n'est pas représentative de la recouvrance, de la cicatrization complète du matériau. En effet, les cinétiques de recouvrance de l'empreinte sont différentes. La matière en contact avec les faces tend à revenir, la matière sollicitée par les arêtes est bloquée puisque localement la contrainte appliquée à ces endroits est très importante.

En pratique, il existe bien un retour du fond de l'empreinte. Un retour lié à l'élasticité du matériau et un retour, lié à l'élasticité retardé, qui montre une recouvrance du matériau dans les premiers instants après décharge (de l'ordre de quelques dizaines de secondes). On peut citer les études de Johnson *et al.* [56] et de Tweedie *et al.* [57] qui ont réalisés des mesures de la profondeur d'une empreinte résiduelle après un test d'indentation de type Berkovich en fonction du temps de recouvrance. Le principe expérimental est d'appliquer, après une phase de chargement, une faible charge sur le matériau et de suivre l'évolution du fond de l'empreinte résiduelle. La Figure 1 - 29 montre le résultat obtenu pour un test de nanoindentation avec un indenteur Vickers pour un polymère amorphe modèle, le poly(méthyle de méthacrylate).

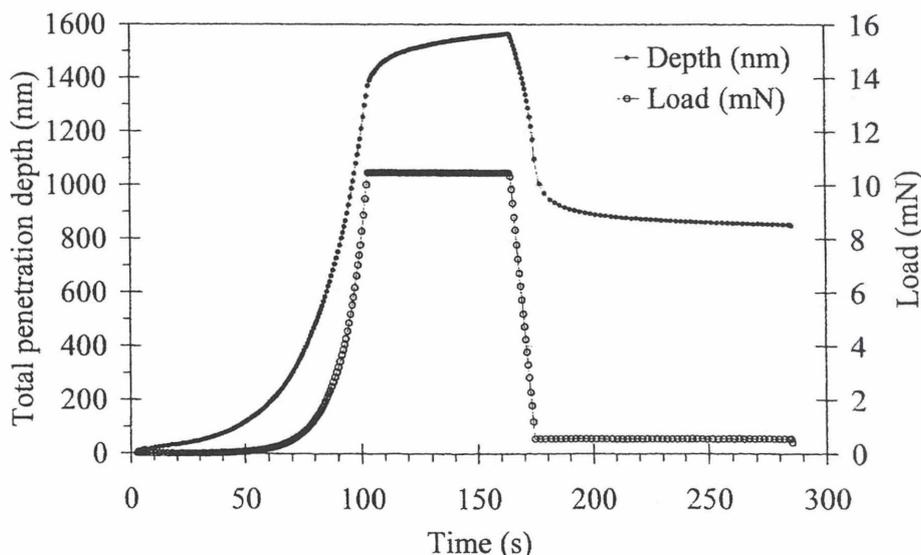


Figure 1 - 29: Evolution de la profondeur d'indentation en fonction du temps et évolution du pilotage en force réalisé en fonction du temps [56]

La part d'élasticité retardée se situe sur un temps court, lors des tous premiers temps de recouvrance. La Figure 1 - 30 montre l'évolution d'une empreinte résiduelle réalisée à l'aide d'un indenteur Berkovich sur du poly(éthylène) pour trois temps de recouvrance. Les images, superposées, sont obtenues par microscopie à balayage et présentées par Tweedie *et al.* [57]. Ces résultats montrent que, lors de la phase de chargement, la matière n'est pas sollicitée de manière identique sur toute la surface de contact entre l'indenteur et le matériau, les singularités des pointes (arêtes et extrémité de pointe) sont à l'origine de concentrations de contrainte. On sait que pour ce type d'indentation, la forme du champ de déformation est indépendante de l'enfoncement de l'indenteur dans le matériau, néanmoins la forme de ce champ de déformation est très hétérogène. Ainsi, le retour viscoélastique ne peut être simplement analysé par le retour du fond de l'empreinte mais doit prendre en compte l'évolution du volume total de l'empreinte résiduelle.

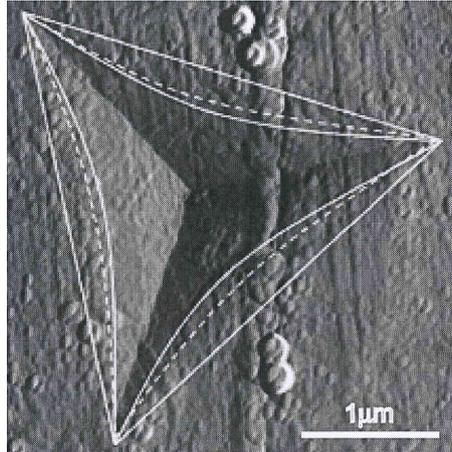


Figure 1 - 30 : Microscopie à balayage - Empreinte résiduelle pour trois temps de recouvrance (ligne droite pleine: $t_R = 0$ s ; ligne courbe pointillée : $t_R = 4$ minutes ; ligne courbe pleine : $t_R = 48$ heures) [57]

De part la forme géométrique complexe des empreintes résiduelles obtenues, la recouvrance d'une empreinte résiduelle ne peut pas être étudiée à partir de tests d'indentation réalisés avec des indenteurs ayant des arêtes. Il est donc nécessaire de restreindre le type d'indenteur utilisable dans le cadre de cette étude à un indenteur Brinell, sphérique.

1.3.4. Etude de la viscoélasticité : indenteur sphérique

Un essai d'indentation réalisé avec un indenteur sphérique permet de s'affranchir des quelques précautions à prendre lorsque l'indenteur est non-sphérique. Le calibrage de l'indenteur et la prise en compte du défaut de pointe n'est plus nécessaire. La relation entre la profondeur de contact réelle et l'aire de contact est donnée par la relation géométrique d'un contact sphère / plan. Dans cette partie, les relations force / aire de contact seront approchées à l'aide des modèles analytiques élastique et viscoélastique. Les études concernant le fluage de contact seront discutées et la recouvrance des empreintes sera abordée.

1.3.4.1. Relation force / aire de contact

1.3.4.1.1. Théorie d'un contact élastique

Dans le cadre d'un comportement considéré parfaitement élastique, la relation force / aire de contact, décrite par Hertz [28], permet d'estimer l'aire de contact obtenue entre un indenteur sphérique et la surface du matériau testé. Dans le cadre de ce manuscrit, l'indenteur sera toujours considéré comme infiniment rigide au regard des propriétés mécaniques du polymère amorphe étudié. La théorie de Hertz s'écrit de la manière suivante :

$$a^3 = \frac{3PR}{4E^*} \quad (1-47)$$

avec a le rayon de contact entre l'indenteur sphérique et la surface du matériau, P la force appliquée sur l'indenteur, R le rayon de l'indenteur et E^* le module réduit écrit, dans notre cas, de la manière suivante :

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1-\nu^2}{E} \quad (1-48)$$

avec, ν le coefficient de Poisson et E le module d'élasticité du matériau testé (le module d'élasticité de l'indenteur est considéré comme infini). La théorie de Hertz permet également

de décrire les champs des pressions sous le contact à partir de la connaissance de la pression maximum de contact (p_0). La forme parabolique de la pression de contact et la connaissance de la pression moyenne de contact (p_m) permettent d'écrire que :

$$p_0 = \frac{3}{2} \frac{P}{\pi a^2} = \left(\frac{6PE^{*2}}{\pi^3 R^2} \right)^{1/3} \quad (1 - 49)$$

A partir de l'équation (1 - 49) [58], il est possible d'écrire l'évolution des contraintes principales et de la contrainte de cisaillement :

$$\bar{\sigma}_r = p_0 \frac{1-2\nu}{3} \left(\frac{a^2}{r^2} \right) \left\{ 1 - \left(1 - \left(\frac{a^2}{r^2} \right) \right)^{3/2} \right\} - \left(1 - \left(\frac{a^2}{r^2} \right) \right)^{1/2} \quad (1 - 50)$$

$$\bar{\sigma}_\theta = -p_0 \frac{1-2\nu}{3} \left(\frac{a^2}{r^2} \right) \left\{ 1 - \left(1 - \left(\frac{a^2}{r^2} \right) \right)^{3/2} \right\} - 2\nu \left(1 - \left(\frac{a^2}{r^2} \right) \right)^{1/2} \quad (1 - 51)$$

$$\bar{\sigma}_z = -p_0 \left\{ 1 - \left(1 - \left(\frac{a^2}{r^2} \right) \right)^{3/2} \right\} \quad (1 - 52)$$

Les résultats, présentés Figure 1 - 31, montrent l'évolution des contraintes principales et du cisaillement en fonction de la distance à la surface (z) et de la distance au centre du contact (r).

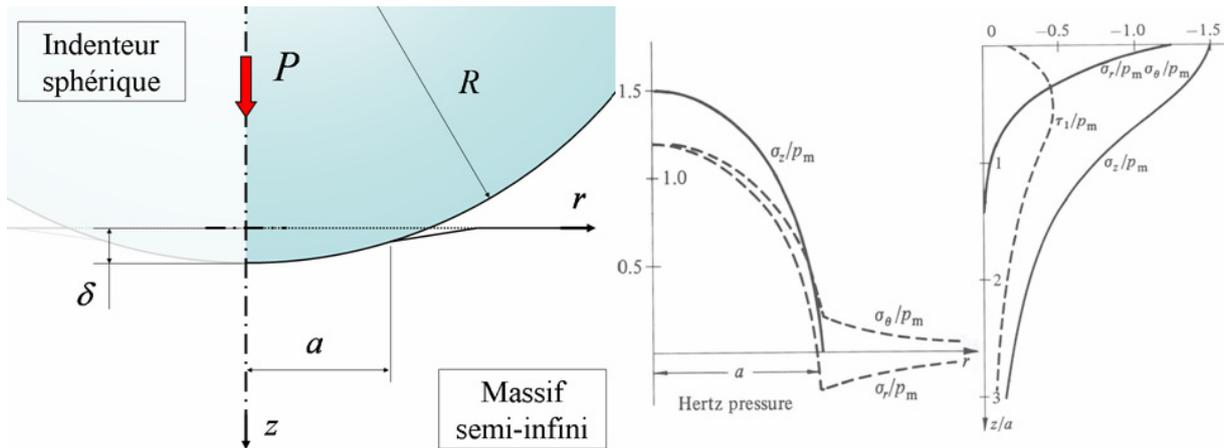


Figure 1 - 31 : Schéma présentant les paramètres du modèle de Hertz - Evolution des contraintes principales (σ_x ; σ_θ ; σ_z) et du cisaillement (τ_1) en fonction de la distance au centre du contact (r) et de la profondeur (z) (ν est choisi égal à 0.3) [58]

On observe que la contrainte de cisaillement maximum se situe sous le contact à une profondeur $z = 0.48 a$ et égale à $0.31 p_0$. Il est intéressant de noter que, dans le cas d'un comportement matériau élasto-plastique, l'apparition de la plasticité, liée au cisaillement du matériau, apparaîtra sous le matériau à une distance de $0.48 a$. Ce point est appelé "point de Hertz".

Lors d'un contact sphère / plan, la pression hydrostatique peut jouer un rôle important dans l'apparition et la localisation de la zone plastique sous le contact. Kourtesis *et al.* [59] montrent que la localisation de l'apparition de la plasticité augmente et que la contrainte de cisaillement maximale diminue avec la prise en compte de la pression hydrostatique.

1.3.4.1.2. Théorie d'un contact viscoélastique

Le modèle d'un contact viscoélastique est décrit par Lee et Radok [60] en 1960. Ce modèle s'appuie sur la théorie du contact élastique de Hertz [28]. A partir l'équation (1 - 47), Lee et Radok proposent de modifier le paramètre considérant le module réduit en intégrant la fonction de complaisance en fluage décrit dans la section 1.2.1.1. L'obtention de la fonction de complaisance en fluage est obtenue à partir d'un essai de cisaillement en fluage et de l'équation (1 - 4). En s'appuyant sur les équations (1 - 9) et (1 - 14), la fonction de complaisance s'écrit :

$$\phi(t) = \frac{1}{2G(t)} \tag{1-53}$$

Pour une force appliquée constante, en considérant l'équation (1 - 48) et un coefficient de Poisson égale à 0.5, le modèle de Lee et Radok s'écrit :

$$a(t)^3 = \frac{3}{8} \phi(t) RP_0 \tag{1-54}$$

Lee et Radok décrivent également l'évolution de la pression de contact en fonction du temps lors d'un contact sphère / plan. Pour plus de commodité, la pression de contact est écrite en fonction de l'évolution du module déviatorique en fonction du temps ($G(t)$) défini en section 1.2.1.3 et décrit dans les équations (1 - 13) et (1 - 14). La pression de contact définie par Lee et radok s'écrit donc à partir des équations de Hertz (1 - 47), (1 - 49) et (1 - 52). En considérant le coefficient de Poisson égal à 0.5, on peut écrire que :

$$E^* = 4G \tag{1-55}$$

Ainsi,

$$\bar{\sigma}_z(t) = \frac{8}{\pi R} G(t) (a_0^2 - r^2)^{1/2} \tag{1-56}$$

La Figure 1 - 32 montre l'évolution de la pression de contact ($\bar{\sigma}_z(t) = p(r,t)$) en fonction du temps.

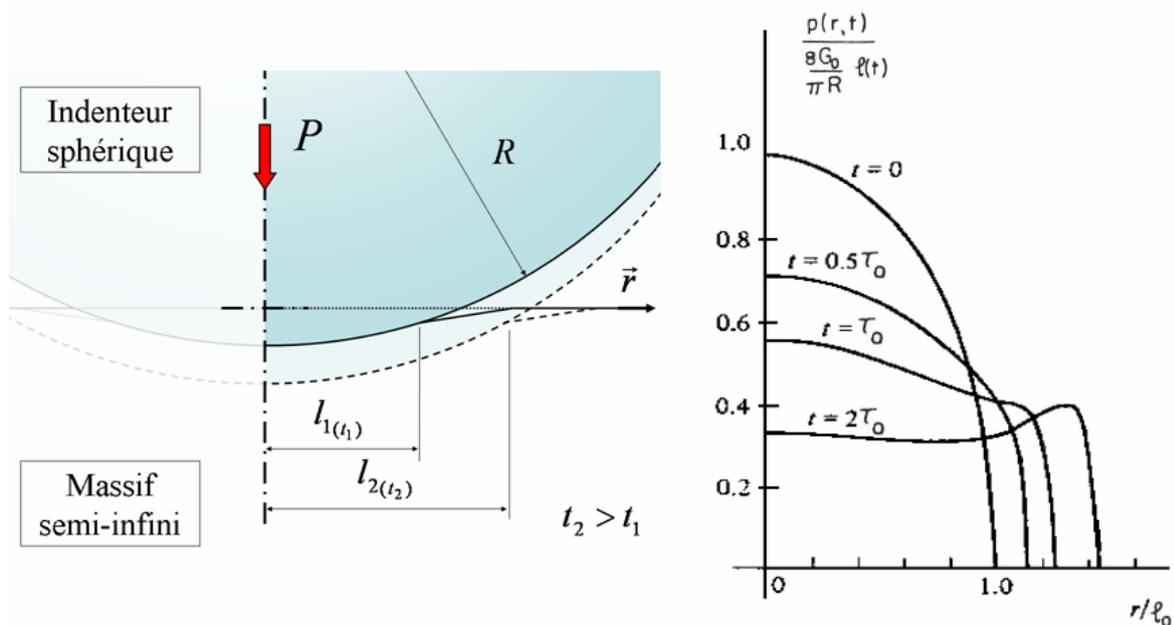


Figure 1 - 32 : Schéma présentant les paramètres du modèle de Lee et Radok – Evolution de la pression de contact en fonction de la largeur du contact pour différents temps de maintien en charge (τ_0) [58, 60]

On observe que la pression de contact diminue avec le temps d'application de la charge. La distribution de pression est modifiée et la pression moyenne de contact diminue avec le temps de maintien en charge.

1.3.4.2. Fluage d'un contact sphère / plan

1.3.4.2.1. Analyse du fluage de contact

L'analyse du fluage d'un contact sphère / plan est décrite dans l'étude de Cheng *et al.* [61]. L'essai consiste à appliquer un indenteur sphérique, considéré infiniment rigide, sur la surface d'un matériau viscoélastique pour une force donnée. A partir d'un modèle rhéologique simple comparable à un modèle de Kelvin-Voigt couplé à un ressort élastique, il est possible d'obtenir les valeurs du module d'élasticité, de la viscosité et du module relaxé du matériau étudié, ici du poly(styrène). En considérant que la force est appliquée instantanément, les paramètres du modèle à trois éléments sont obtenus à partir de la connaissance de la force appliquée, du déplacement de l'indenteur et des équations de Lee et Radok [60]. Le résultat obtenu est présenté Figure 1 - 33.

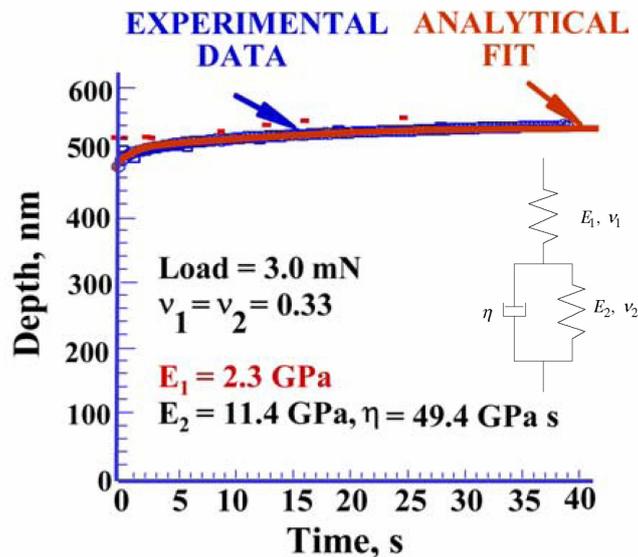


Figure 1 - 33 : Evolution du déplacement en fonction du temps pour une charge appliquée maintenue constante sur une surface de poly(styrène) – Comparaison entre le résultat expérimental et l'ajustement réalisé [61]

L'ajustement réalisé permet l'obtention de paramètres matériaux comparables aux valeurs communément admises pour le polymère étudié ici. Néanmoins le type de modèle rhéologique utilisé restreint l'analyse à un matériau dont le comportement viscoélastique est considéré comme linéaire. De part l'architecture du modèle, il est également nécessaire de réaliser l'ajustement sur un temps relativement court. Pour prédire le comportement viscoélastique de ce contact sur un temps plus long il sera nécessaire d'augmenter le nombre de "branches" du modèle rhéologique utilisé.

1.3.4.2.2. Calcul de la fonction de complaisance

Le calcul de la fonction de complaisance à partir d'un essai de nanoindentation est particulièrement bien décrit dans l'étude de Lu *et al.* [53]. Les auteurs montrent que le calcul de la fonction de complaisance d'un polymère peut être obtenu de manière rigoureuse pour

deux types de pilotage en force réalisés, une vitesse de chargement constante et un maintien à force constante. Deux indenteurs sont utilisés, un indenteur de type Berkovich et un indenteur sphérique. Dans le cadre de la viscoélasticité linéaire décrite par Lee et Radok [60], pour un maintien en force constante et un indenteur sphérique, la fonction de complaisance (J) en fluage s'écrit :

$$J(t) = \frac{8\sqrt{R} h^{3/2}(t)}{3(1-\nu)P_0} \quad (1 - 57)$$

Avec P_0 la force appliquée, h la profondeur de contact, R le rayon de contact et ν le coefficient de Poisson. La Figure 1 - 34 montre l'évolution de la fonction de complaisance en fonction du temps obtenue par nanoindentation et comparée avec les valeurs obtenues pour un test conventionnel.

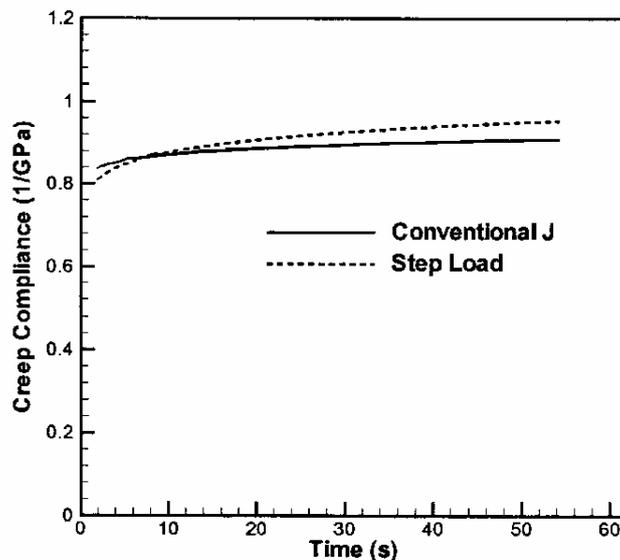


Figure 1 - 34 : Evolution de la fonction de complaisance en fonction du temps lors d'un test de nanoindentation avec un indenteur sphérique sur du poly(méthyle de méthacrylate) (appelé "Step load") et comparaison avec la fonction de complaisance obtenue lors d'un test conventionnel ("conventional J") [53]

On observe une corrélation moyenne entre les résultats provenant du modèle de Lee et Radok comparés aux valeurs obtenues lors d'un test uniaxial. L'erreur est estimée à 7.8% pour une indentation réalisée avec un indenteur sphérique sur du PMMA. Les auteurs estiment que l'origine de cette erreur est principalement due à deux hypothèses permettant l'écriture de l'équation (1 - 57). La première est de considérer le coefficient de Poisson constant et égal à 0.5. L'évolution du coefficient de Poisson avec le temps est admise, le fait de le considérer constant serait à l'origine d'une erreur de l'ordre de 2%. La seconde hypothèse à l'origine de l'erreur observée sur la Figure 1 - 34 est la prise en compte de la déflexion viscoélastique à partir des équations de Sneddon [39]. L'estimation de la déflexion élastique au bord du contact peut influencer fortement les résultats relevés sur les courbes force / enfoncement, d'autant plus lors d'indentation sphère / plan comme nous avons pu le voir en section 1.3.2.2.

1.3.4.2.3. Mesure in-situ d'un contact sphère / plan

Pour permettre de mieux connaître la forme d'un contact sphère / plan, Pelletier *et al.* [62] ont mis au point une technique d'indentation permettant la mesure in-situ de l'aire de contact à travers l'indenteur sphérique transparent. A l'image de la technique développée par Gauthier *et*

al. [63] dans le cadre de l'étude de la rayure sur une surface de polymère, cette technique permet de mesurer précisément le contact réel obtenu en s'affranchissant du profil de matière autour du contact. La part de déflexion élastique n'est donc plus un problème. Leur étude porte sur du poly(carbonate) et permet de confronter la courbe force / enfoncement d'un test d'indentation classique à la courbe présentant l'évolution de l'aire de contact en fonction du déplacement enregistré. La Figure 1 - 35 montre les résultats obtenus à l'aide de cette technique.

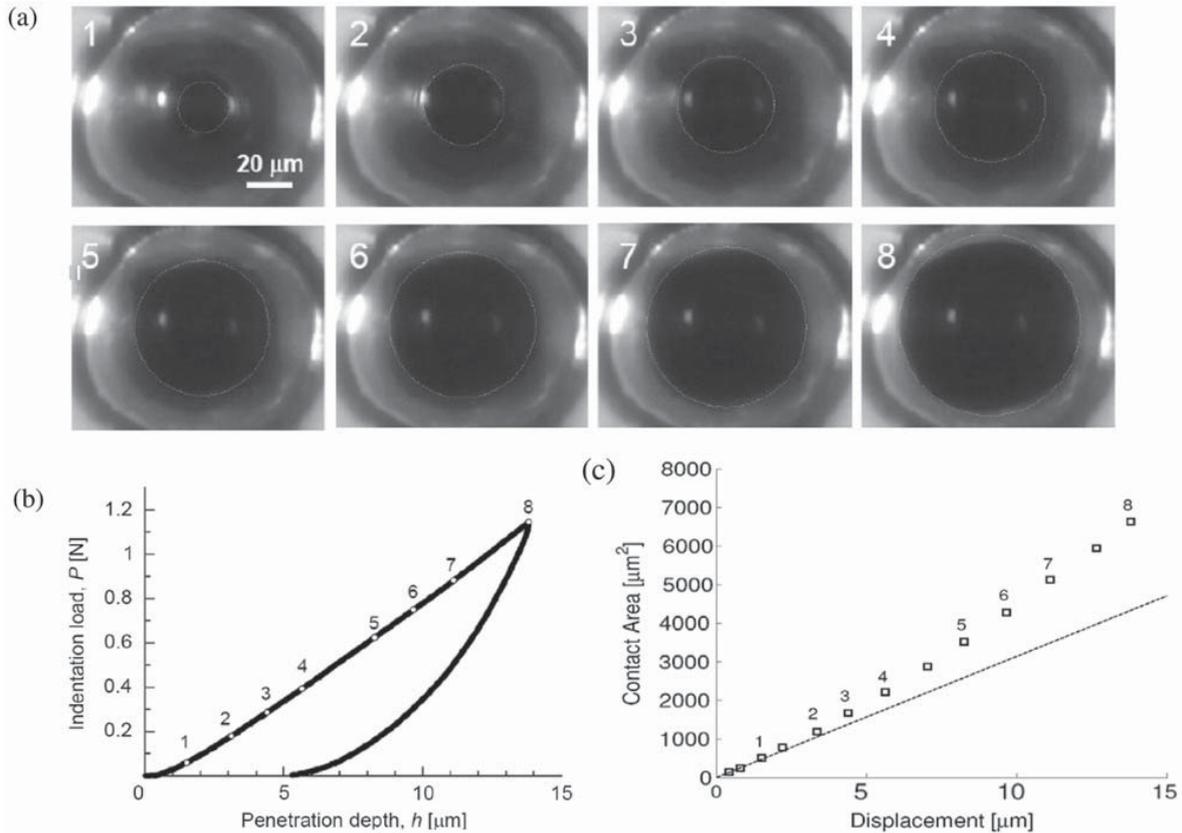


Figure 1 - 35 : (a) Mesure in-situ de l'aire de contact durant le test d'indentation ; (b) Courbe force / déplacement ; (c) Evolution de l'aire de contact en fonction du déplacement de l'indenteur, la ligne pleine décrit la réponse du contact élastique de Hertz ; la numérotation correspond aux images en (a) [62]

On observe l'augmentation de l'aire de contact avec l'augmentation de la charge appliquée. La confrontation de la courbe force / enfoncement à la courbe aire de contact / enfoncement permet de montrer que la réponse obtenue s'éloigne de la description du contact élastique de Hertz. Les auteurs pensent que la courbe expérimentale dévie du modèle de Hertz par l'apparition de plasticité dans le contact. On peut raisonnablement penser que la viscoélasticité du contact peut également être à l'origine d'une aire de contact plus importante que celle prévu par la théorie de Hertz. L'étude de Pelletier *et al.*, dans le cadre de la compréhension des phénomènes physiques lors d'un contact sphère / plan, confirme qu'il est nécessaire, voir primordiale, d'observer l'aire de contact lors de l'indentation.

1.3.4.3. Recouvrance des empreintes résiduelles

On a pu observer en section 1.3.3.2 que l'étude de la recouvrance des empreintes réalisés avec des indenteurs Vickers et Berkovich est difficile. Le champ de déformation, inhomogène, est à l'origine de fortes disparités dans la cinétique du retour de l'empreinte résiduelle. L'absence d'hétérogénéité de l'indenteur lors d'un contact sphère / plan doit rendre possible l'étude de la recouvrance d'une empreinte obtenue à la suite d'un test d'indentation. Néanmoins les études réalisées dans le but de modéliser le retour viscoélastique d'une empreinte après une phase de chargement prennent généralement en compte des hypothèses fortes concernant l'estimation de la part de déflexion élastique autour du contact réel et la forme de l'empreinte résiduelle pendant la phase de décharge. Par exemple, l'étude de Kourtesis et Al [59] considère que la profondeur réelle de contact est égale à la moitié de l'enfoncement mesuré. Ils considèrent également que, lors de la phase de décharge, le rayon de contact obtenu en fin de la phase de charge n'admet pas de retour viscoélastique. Le retour ne se ferait que par le fond de l'empreinte. L'étude présentant une solution analytique permettant la description du retour de l'empreinte pendant la phase de décharge de Li et Gu [64] considère un comportement élasto-plastique du matériau. Une étude concernant la cicatrisation, la recouvrance, des empreintes obtenues après une phase de charge permettrait d'obtenir des outils intéressants dans la compréhension des phénomènes lors des essais d'indentation. Une telle étude permettrait également de valider, ou non, les hypothèses généralement choisies.

1.3.5. Conclusion partielle

Le test d'indentation instrumenté est un moyen d'analyse mécanique en fort développement. Celui ci permet d'obtenir des valeurs quantitatives pour les propriétés mécaniques des matériaux (E , $G(t)$, $\phi(t)$, *etc...*). Ce test, non destructif, est d'autant plus utilisé que beaucoup des matériaux polymères innovants n'existent que sous la forme de couche mince. Les propriétés viscoélastiques obtenues lors des essais d'indentation ont été confrontées avec plus ou moins de succès aux valeurs obtenues à l'aide de test uniaxial. L'utilisation des indenteurs non sphériques est limitée à l'étude du fluage de contact. Pour un indenteur sphérique, la prise en compte de la déflexion élastique au bord du contact est importante et à l'origine de la plupart des erreurs observées. L'observation in-situ du contact semble être la meilleure solution pour s'affranchir des hypothèses liées à la déflexion. Il semble que des modèles rhéologiques d'architectures relativement simples permettent de modéliser le comportement viscoélastique d'un contact. Il est néanmoins nécessaire de réaliser l'identification de ce type de modèle avec un nombre important de temps caractéristiques. La description et l'analyse du retour viscoélastique d'une empreinte sphérique est un sujet encore peu analysé.

1.4. Comportement viscoélastique des polymères amorphes lors d'un essai de rayure

1.4.1. Définition de l'essai de rayure

Un essai de rayure est défini par le glissement d'un indenteur, considéré infiniment rigide, sur une surface déformable. Le matériau étudié ici est un polymère amorphe dont le comportement mécanique peut être défini par le modèle de Burger (cf. Figure 1 - 1). Lors d'une rayure entre un indenteur sphérique et la surface d'un polymère, la déformation appliquée est identique à celle utilisée lors des essais d'indentation présentée en section 1.3.1.4 et la relation de Tabor permet de définir une déformation moyenne pour un contact tangentiel valide tant que le coefficient de frottement interfacial reste faible [65]. Le paramètre définissant une vitesse de déformation représentative lors d'un essai de rayure a été proposé par Briscoe *et al.* [66] et s'écrit :

$$\dot{\epsilon}_{eq} = \frac{V}{l} \quad (1 - 58)$$

Avec $\dot{\epsilon}_{eq}$ la vitesse de déformation équivalente, V la vitesse de rayure et l la largeur du sillon résiduel. Différents paramètres peuvent influencer le type de déformation obtenue lors d'un test de rayure ainsi que le sillon résiduel : la vitesse de déformation moyenne, la force normale appliquée, le rayon de l'indenteur et le frottement entre l'indenteur et la surface du matériau. Lors d'un contact glissant, le frottement est défini par la relation de Euler :

$$\mu = \frac{F_T}{F_N} \quad (1 - 59)$$

où μ correspond au frottement apparent, F_T la force tangentielle et F_N la force normale appliquée. La Figure 1 - 36 [67], illustre le type de sillon obtenu selon que la rayure est viscoélastique ou plastique avec la présence d'un sillon résiduel permanent.

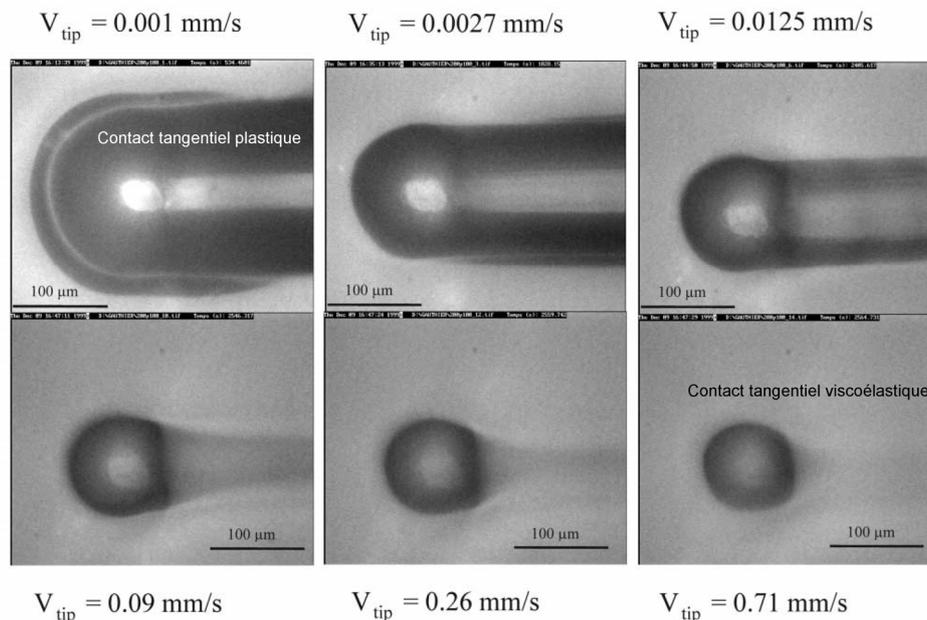


Figure 1 - 36 : Evolution du contact glissant et du sillon résiduel lors d'une rayure sur polymère amorphe pour différentes vitesses de glissement (La force normale appliquée (F_N) et la température (T) sont maintenues constantes) [67]

On observe que la vitesse de glissement influence fortement le type de déformation obtenue lors d'un test de rayure. Lorsque la rayure est purement élastique, la forme du contact glissant est circulaire et on observe l'absence d'un sillon à l'arrière du contact. Une rayure plastique est caractérisée par l'apparition d'un bourrelet frontal et de deux bourrelets latéraux. Les bords du sillon à l'arrière du contact sont parallèles et le sillon n'admettra pas de recouvrance avec le temps. Une rayure viscoélastique se caractérise par une asymétrie du contact glissant, les bords du sillon ne sont pas non parallèles. Le sillon recouvre avec le temps.

1.4.2. Etude du retour viscoélastique d'un sillon

Plusieurs études se sont intéressées à la recouvrance des sillons observés lors d'une rayure. La viscoélasticité des matériaux tels que les polymères permet la recouvrance de la totalité ou d'une partie du sillon créé lors d'un essai de rayure. A l'image de ce qui a été réalisé à l'aide d'un essai uniaxial conventionnel [24, 26], l'étude de Bertrand-Lambotte *et al.* [68] permet de mettre en évidence le rôle des transitions α et β lorsque la cicatrisation d'une rayure est étudiée en fonction de la température. Pour une température maintenue constante, Krupicka *et al.* [69] ont cherché à mieux comprendre les cinétiques du retour viscoélastique lors de la rayure d'un indenteur sphérique sur une couche mince de poly(ester) chargée et déposée sur un substrat métallique. L'information concernant la recouvrance du sillon est obtenue à l'aide de profilomètre et par AFM. La Figure 1 - 37 présente une partie des résultats obtenus. Les paramètres dimensionnels utilisés par Krupicka *et al.* sont étudiés en fonction du temps de recouvrance.

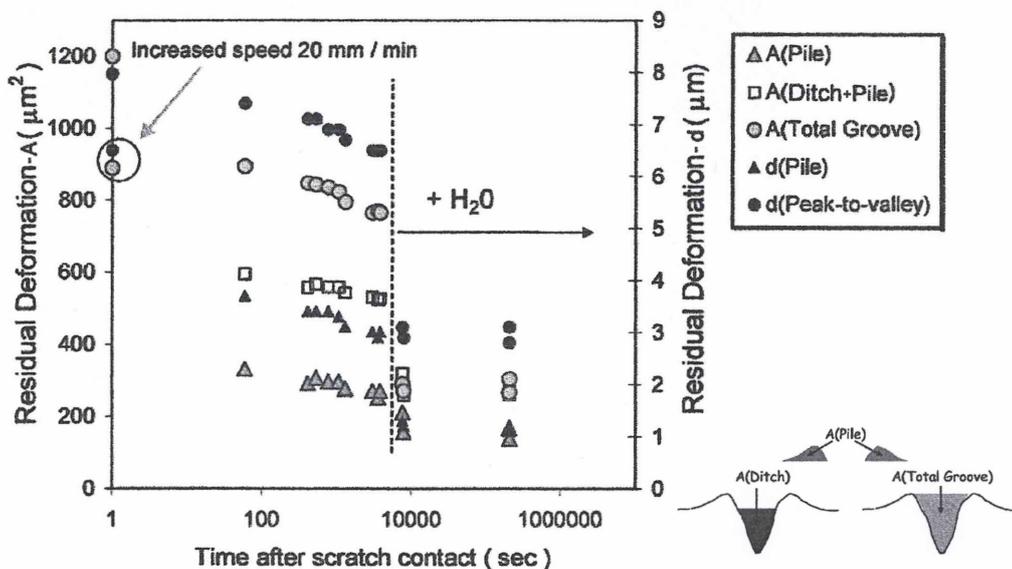


Figure 1 - 37 : Evolution des paramètres dimensionnels décrivant le sillon résiduel en fonction du temps de recouvrance [69]

On observe que le sillon résiduel recouvre avec le temps. Les cinétiques des différents paramètres dimensionnels n'ont pas les mêmes vitesses lors de la recouvrance, il est donc nécessaire de décrire l'aire totale du sillon résiduel. On observe également que la recouvrance du sillon résiduel est accélérée si l'échantillon est plongé dans un bain d'eau. Cet aspect, lié à l'humidité relative, ne sera pas discuté dans ce manuscrit. Néanmoins, la technique de mesure ne permet pas d'obtenir une évolution pour des temps courts, inférieur à 100 s. De plus, Krupicka *et al.* montrent que pour une vitesse de glissement plus importante, la profondeur du sillon résiduel sera moins grande. Aleksy *et al.* [70] montrent également, à l'aide de la

simulation numérique d'une rayure, que la profondeur résiduelle d'un sillon est d'autant plus faible que la vitesse de glissement est importante. L'évolution de la profondeur du sillon résiduelle en fonction du temps n'est pas abordée.

L'étude de Pelletier *et al.* [71] cherche également à mieux décrire et analyser le comportement viscoélastique d'une rayure. L'étude décrit l'évolution du bord du sillon en fonction du temps pour différentes forces normales appliquées et différents niveaux de frottement. L'étude confronte les résultats expérimentaux et l'analyse numérique. La force normale appliquée est calibrée pour obtenir une déformation moyenne reliant le rayon de contact (a) au rayon de l'indenteur (R). La déformation moyenne proposée correspond à la déformation représentative d'un contact proposée par Tabor non réduite au 1^{er} ordre.

$$\left(\frac{a}{R}\right)_v = \frac{a}{\sqrt{R^2 - a^2}} \quad (1 - 60)$$

L'analyse numérique considère le matériau comme élasto-plastique avec un écrouissage linéaire. Le retour "viscoélastique" est en réalité ici, la conséquence d'un comportement structural. En effet, le volume déformé élastiquement, situé sous le volume plastifié, tend à retrouver sa position initiale. La Figure 1 - 38 présente l'évolution du bord du contact en fonction du temps de recouvrance pour différentes déformations moyennes imposées.

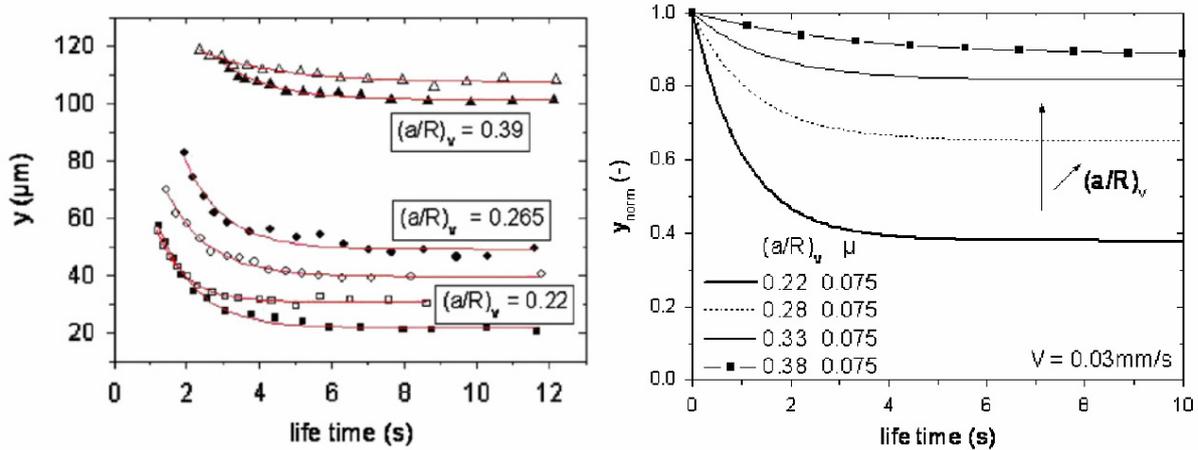


Figure 1 - 38 : Comparaison entre résultats expérimentaux et résultats numériques - Evolution du bord du contact en fonction du temps pour différents rapports $(a/R)_v$ [71]

Expérimentalement, l'analyse de la recouvrance du bord de l'empreinte permet une première analyse du comportement viscoélastique lors d'une rayure. Lorsque le rapport $(a/R)_v$ augmente, la largeur du sillon résiduel augmente car la part de plasticité est plus importante. L'analyse numérique permet de retrouver les mêmes tendances. L'étude montre également que l'augmentation du frottement est aussi à l'origine de l'augmentation de plasticité dans le sillon résiduel et que cette plasticité est localisée juste en dessous de l'indenteur glissant et n'apparaît donc plus uniquement au point de Hertz. Le frottement modifie la localisation de l'apparition de plasticité sous le contact.

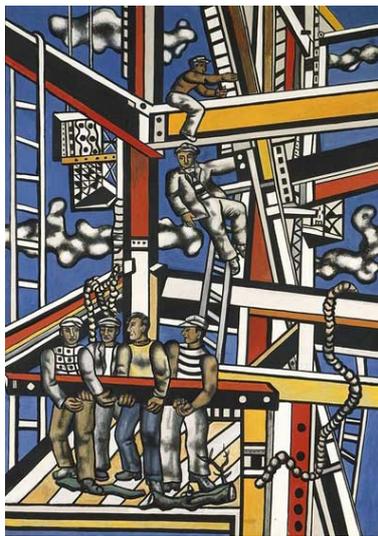
Expérimentalement, il semble nécessaire de décrire l'évolution du fond du sillon résiduel en fonction du temps. L'étude de Kupricka *et al.* [69] semble en effet montrer que les cinétiques de retour viscoélastique sont différentes. Numériquement, la prise en compte d'un comportement viscoélastique semble intéressante pour obtenir une meilleure corrélation entre les résultats expérimentaux et les résultats numériques.

1.5. Conclusion

Le comportement viscoélastique des polymères est appréhendé dans ce chapitre. Les modèles rhéologiques, les fonctions de complaisance et les éléments concernant la physique du comportement viscoélastique d'un polymère permettent de mieux comprendre les phénomènes viscoélastiques observés et les moyens d'analyses numériques utilisés. Dans le cadre de la viscoélasticité linéaire, la modélisation du comportement viscoélastique d'un polymère amorphe dans le volume est possible. Pour obtenir un bon ajustement à partir des modèles rhéologiques utilisés, que ce soit dans le volume comme lors d'un essai d'indentation, il est nécessaire de choisir un nombre de temps caractéristiques au moins égal au nombre de décades explorées. Les expériences concernant les essais d'indentation sont plus difficiles à mettre en œuvre. L'identification et l'analyse numérique des résultats expérimentaux sont abordées et permet de bonnes corrélations. Néanmoins, la triaxialité du problème, la présence d'un bourrelet ou d'une part de déflexion viscoélastique ainsi que l'influence de la pression hydrostatique sont autant de paramètres difficiles à prendre en compte.

Le travail présenté dans ce manuscrit tend à améliorer la compréhension de la viscoélasticité que ce soit lors du fluage d'un contact comme lors de la cicatrisation d'une empreinte. Les résultats expérimentaux seront confrontés à l'analyse numérique. L'identification proposée est réalisée à partir de tests uniaxiaux. L'analyse de la rayure viscoélastique est également abordée et sa description numérique proposée.

2. Matériau d'étude et dispositifs expérimentaux



Sans technique un don n'est rien qu'une sale manie.
Georges Brassens (1921 - 1981)

Chapitre 2 : Matériau d'étude et dispositifs expérimentaux

2.1. Introduction.....	50
2.2. Les tests uniaxiaux utilisés	50
2.2.1. Caractéristiques de l'Instron®	50
2.2.2. Essai de compression uniaxial.....	50
2.2.3. Essai de compression en relaxation.....	51
2.2.4. Essai de cisaillement en relaxation.....	51
2.3. Un polymère : le poly(méthacrylate de méthyle)	51
2.4. Essai de microindentation	55
2.4.1. Présentation du MicroVisioScratch.....	55
2.4.1.1. Phase de fluage	56
2.4.1.2. Phase de recouvrance et interférométrie	58
2.4.2. Justification de l'emploi des indenteurs sphériques par rapport aux indenteurs Berkovich ou Vickers 60	
2.4.2.1. Présentation des indenteurs.....	61
2.4.2.2. Phase de fluage - Images obtenues et analyse possible.....	61
2.4.2.3. Phase de recouvrance – Images obtenues et analyse possible	63
2.4.2.4. Conclusion intermédiaire.....	64
2.4.3. Validation de l'utilisation d'un indenteur sphérique	65
2.4.3.1. Présentation de l'indenteur	65
2.4.3.2. Répétitivité de l'essai.....	65
2.4.3.3. Adimensionnalité.....	66
2.4.3.4. Influence du frottement interfacial.....	67
2.4.3.5. Validation de l'absence de bourrelet.....	68
2.4.4. Présentation du post-traitement	69
2.4.5. Paramètres d'analyse - Définition de la déformation représentative proposée (ϵ_{rp}).....	71
2.5. Essai de rayure	73
2.5.1. Procédure expérimentale	73
2.5.2. Procédure de contrôle du frottement interfacial en rayure	74
2.6. Conclusion	75

2.1. Introduction

Les moyens et les techniques proposés dans le but d'étudier le comportement viscoélastique dans le volume et à la surface d'un polymère amorphe sont présentés dans ce chapitre. La première partie présente les différents tests uniaxiaux utilisés pour la caractérisation du polymère étudié et l'analyse des résultats obtenus. La seconde partie présente le matériau choisi et la caractérisation de son comportement mécanique. La troisième partie présente le dispositif expérimental utilisé dans l'étude du comportement viscoélastique lors d'un contact normal puis tangentiel sur une surface de polymère. Cette partie décrit également les critères de choix concernant le type d'indenteur utilisé et termine par la validation des essais de microindentation proposés. La dernière partie de ce chapitre présente la procédure expérimentale choisie pour l'étude de la rayure sur une surface de polymère.

2.2. Les tests uniaxiaux utilisés

2.2.1. Caractéristiques de l'Instron®

L'ensemble des essais conventionnels menés dans le cadre de cette thèse a été réalisé avec une machine de traction / compression de marque Instron® 4500. Elle permet de réaliser des essais sur une gamme de température de -70 °C à 180 °C. Le capteur de force est d'une capacité de 10 kN avec une précision de 1 N lors de la phase de chargement et une résolution de 0.2 N. La traverse permet d'imposer une vitesse de déplacement pouvant varier de 1 $\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ jusqu'à 10 $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$. Les extensomètres utilisés ont un débattement de +/- 5 mm avec une précision de 0.5 μm sur la mesure.

2.2.2. Essai de compression uniaxial

Les essais de compression uniaxial sont réalisés dans l'objectif de caractériser mécaniquement le polymère choisi dans le cadre de cette thèse. Les résultats obtenus sont présentés en section 2.3. Les échantillons utilisés sont des cylindres dont la longueur est de 12.5 mm pour un diamètre de 5 mm. La pression de contact minimale pouvant être appliquée est de l'ordre de 1 MPa. Le test de compression uniaxial consiste à solliciter l'échantillon à une vitesse de déformation donnée. Cette vitesse de déformation imposée peut varier de 10^{-4} s^{-1} à 10^{-1} s^{-1} . L'enregistrement de la contrainte et de la déformation permet d'obtenir les constantes mécaniques d'un matériau à une température donnée. La partie linéaire de la courbe permet la mesure du module d'élasticité (E) :

$$E = \frac{\sigma_{11}}{\varepsilon_{11}} \quad (2 - 1)$$

σ_{11} est égale à la contrainte vraie appliquée sur la direction principale de sollicitation choisie pendant la réponse linéaire du matériau. ε_{11} est égale à la déformation vraie sur la direction principale de sollicitation et correspondant à la valeur de la contrainte vraie choisie. La contrainte d'écoulement plastique (σ_y) est choisie ici comme étant la contrainte maximale avant l'adoucissement du matériau. Les résultats obtenus lors de ces essais sont décrits en section 2.3 et présentés Figure 2 - 6.

2.2.3. Essai de compression en relaxation

Les essais de compression uniaxial en relaxation sont réalisés pour permettre l'identification des propriétés viscoélastiques du polymère amorphe utilisé dans l'analyse numérique des résultats expérimentaux. Cette identification est présentée en section 4.4. Les échantillons utilisés pour les tests de relaxation sont les mêmes que pour les essais de compression. Le test de relaxation consiste à imposer un échelon de déformation et à relever l'évolution de la contrainte en fonction du temps. L'essai permet d'obtenir l'évolution du module de relaxation (E_R) en fonction du temps comme le montre l'équation (1 - 13). Ce module de relaxation peut être décomposé en un module déviatorique et un module de compressibilité comme cela est présenté en section 1.2.1.3.

2.2.4. Essai de cisaillement en relaxation

Les essais de cisaillement en relaxation ont été réalisés pour permettre l'identification du comportement viscoélastique nécessaire au modèle de Lee et Radok [60]. Ce modèle est présenté en section 1.3.4.1.2 et utilisé en section 3.3.2. Les échantillons utilisés lors des essais de cisaillement en relaxation ont une forme initiale parallélépipédique. La mise en place des mors nécessite le perçage de plusieurs trous de chaque coté de l'échantillon. Afin d'éviter les effets de bord, l'éprouvette est entaillée à ses deux extrémités. La forme obtenue est présentée Figure 2 - 1 :

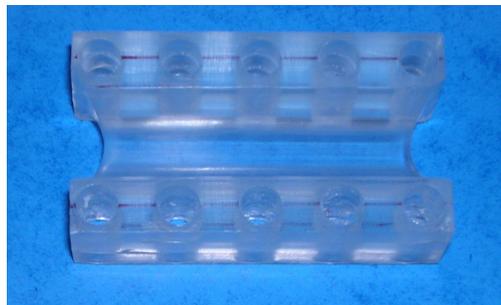


Figure 2 - 1 : Epreuve de cisaillement

L'essai de cisaillement en relaxation permet d'obtenir la fonction de complaisance (ψ) à partir de l'évolution de la contrainte pour une déformation appliquée constante. L'équation (1 - 12) écrite en section 1.2.1.2 permet d'exprimer la fonction de complaisance à partir de la forme simplifiée du tenseur des déformations appliquées.

2.3. Un polymère : le poly(méthacrylate de méthyle)

Le polymère utilisé dans l'ensemble du travail réalisé dans le cadre de cette thèse est un poly(méthacrylate de méthyle) communément appelé PMMA. De part sa grande utilisation et ses propriétés mécaniques (module d'élasticité ; comportements viscoélastique et plastique ; *etc...*) le PMMA, amorphe, isotrope et homogène peut être considéré comme un matériau modèle. La Figure 2 - 2 illustre la composition chimique du PMMA, la schématisation de l'enchevêtrement des chaînes ainsi que le type d'échantillon utilisé lors des essais de microindentation et de rayure.

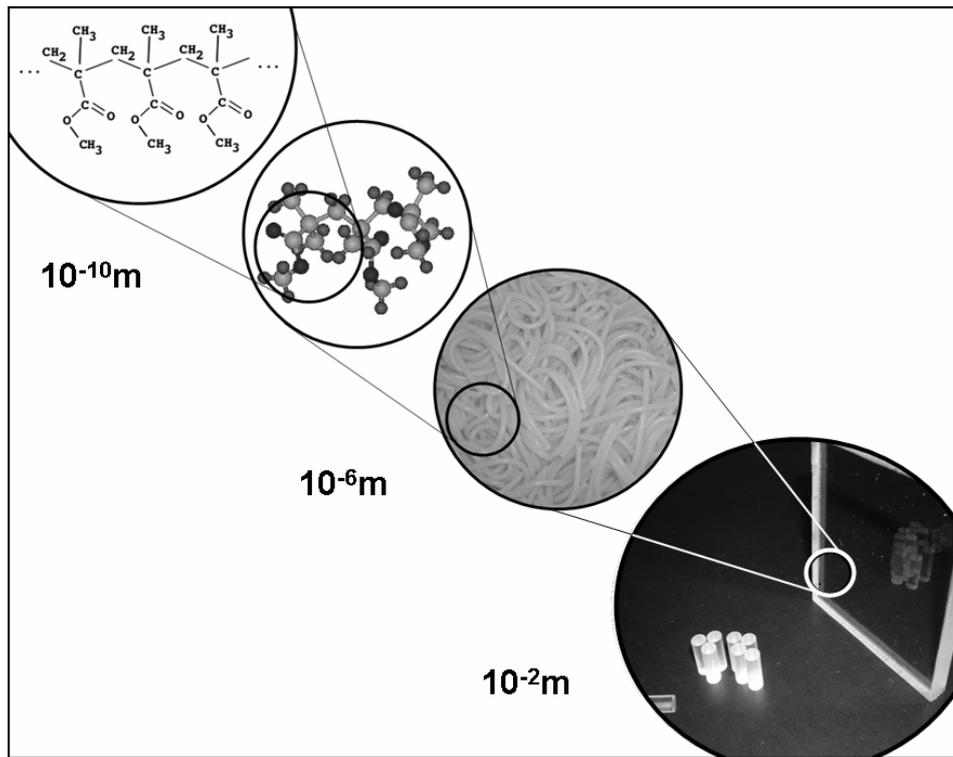


Figure 2 - 2 : Présentation du matériau – Composition chimique, schéma d'enchevêtrement des chaînes de polymère et échantillons utilisés (pions de compression et plaque)

Le polymère utilisé est un PMMA coulé distribué par Arkema® de masse moléculaire égale à 2500000g/mol. Présenté en section 1.2.3.1, des essais de spectrométrie en compression sont réalisés pour obtenir des informations complémentaires sur les propriétés mécaniques du PMMA. La Figure 2 - 3 présente l'évolution du module de conservation (E'), du module de perte (E'') et du facteur de perte ($\tan \delta$) en fonction de la température. Cette figure présente également les valeurs de la déformation moyenne appliquée (ε_m) en fonction de la température et de la fréquence. L'amplitude de la déformation appliquée (ε_0) est de l'ordre de -0.02 pour les faibles températures et est de l'ordre de -0.03 pour les températures plus élevées. On observe que le module de conservation diminue, que le module de perte admet un pic caractéristique et que le facteur de perte augmente lorsque la température augmente. La valeur de la transition vitreuse du PMMA coulé est estimée autour de 110 °C ce que la courbe du facteur de perte semble confirmer. La température de transition β est estimée autour de -30 °C. Ces courbes sont caractéristiques du comportement viscoélastique d'un matériau comme le montre la Figure 1 - 6 [15].

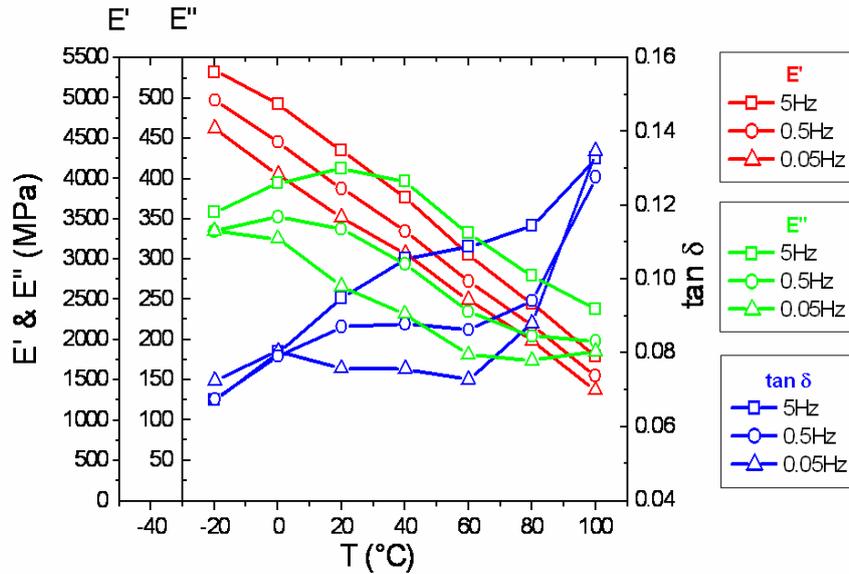


Figure 2 - 3 : Test de spectrométrie – Evolution du module de conservation (E'), du module de perte (E''), du facteur de perte ($\tan \delta$) pour trois fréquences de sollicitation différentes

L'obtention des constantes mécaniques du PMMA en fonction de la température et de la vitesse de déformation permet de compléter les informations nécessaires à la bonne caractérisation mécanique de notre matériau. La Figure 2 - 4 présente les résultats des essais de compression réalisés à différentes températures (T) et différentes vitesses de déformation imposées ($\dot{\epsilon}_V$).

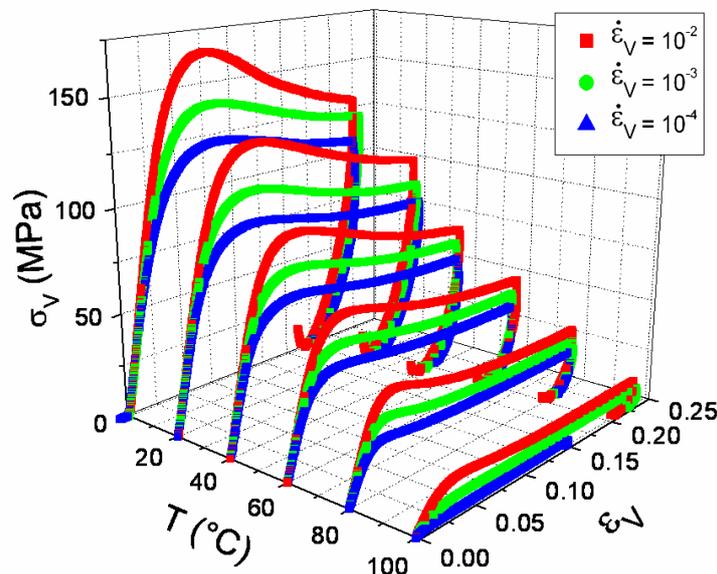


Figure 2 - 4 : Test de compression uniaxial - Evolution de la contrainte vraie (σ_V) en fonction de la déformation vraie (ϵ_V) pour différentes températures (T) et différentes vitesses de déformation ($\dot{\epsilon}_V$)

On observe que lorsque les déformations vraies sont comprises entre 2% et 4%, les courbes divergent de la réponse élastique linéaire jusqu'à atteindre la contrainte d'écoulement plastique.

Des essais de compression uniaxiale sont réalisés pour vérifier que cette partie de la courbe correspond au comportement viscoélastique du matériau étudié. Pour cela, trois essais de compression uniaxiale ont été réalisés jusqu'à obtenir différentes déformations vraies correspondant à des valeurs de 2%, 3% et 4% caractéristiques des déformations relevées sur la partie non linéaire de la courbe contrainte vraie / déformation vraie. Après avoir atteint la consigne souhaitée, l'échantillon est déchargé très rapidement (un temps de l'ordre de 2 s). La Figure 2 - 5 présente les résultats obtenus.

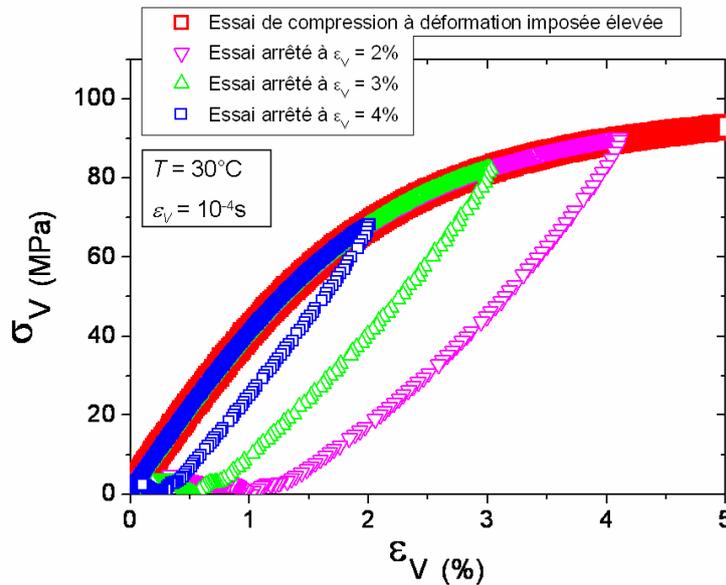


Figure 2 - 5 : Test de compression uniaxiale - Evolution de la contrainte vraie (σ_V) en fonction de la déformation vraie (ϵ_V) pour différentes déformations vraies atteintes avant décharge rapide ($T = 30\text{ }^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon}_V = 10^{-3}\text{ s}^{-1}$)

Une hystérésis est observée pour les différentes déformations vraies atteintes. Cette plage de déformation est donc caractéristique de la viscoélasticité du matériau étudié.

A partir des résultats présentés Figure 2 - 4, il est possible de relever la valeur du module d'élasticité (E) et la contrainte d'écoulement plastique (σ_Y) pour les différentes températures et les différentes vitesses de déformation appliquées. Ces résultats sont présentés Figure 2 - 6.

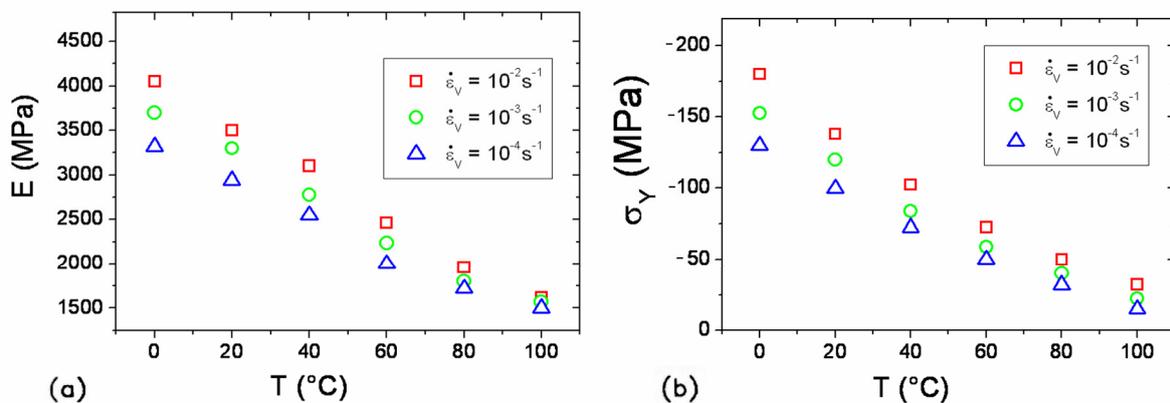


Figure 2 - 6 : Test de compression uniaxial – (a) Evolution du module d'élasticité (E) et (b) de la contrainte d'écoulement plastique (σ_Y) en fonction de la température (T) pour différentes vitesses de déformation ($\dot{\epsilon}_V$)

Les valeurs du module d'élasticité et de la contrainte d'écoulement plastique diminuent lorsque la température augmente. Lorsque la vitesse de sollicitation est plus importante, les valeurs relevées augmentent.

2.4. Essai de microindentation

Après la présentation du procédé expérimental relatif à l'utilisation d'un indenteur sphérique, la démonstration des difficultés liées à l'utilisation des indenteurs de type Berkovich et Vickers est présentée. Les essais de microindentation seront réalisés, dans le cadre de cette thèse, avec des indenteurs sphériques.

2.4.1. Présentation du MicroVisioScratch

Le test de microindentation utilisé dans le cadre de cette thèse est une adaptation du MicroVisioScratch®, appareil développé au sein de notre équipe à partir de 1997 [63]. Présenté Figure 2 - 7, ce test de microindentation permet d'appliquer un indenteur sur la surface d'un matériau pour un chargement maintenu constant. La transparence de l'échantillon permet l'observation *in-situ* de l'évolution du contact en fonction du temps. Cette phase est appelée phase de fluage. Après un temps de maintien en charge programmé, l'indenteur est retiré pour permettre l'observation de la recouvrance de l'empreinte résiduelle en fonction du temps. Il s'agit de la phase de recouvrance. La température est contrôlée au sein de l'enceinte thermique et sera choisie entre -20 °C et 100 °C .

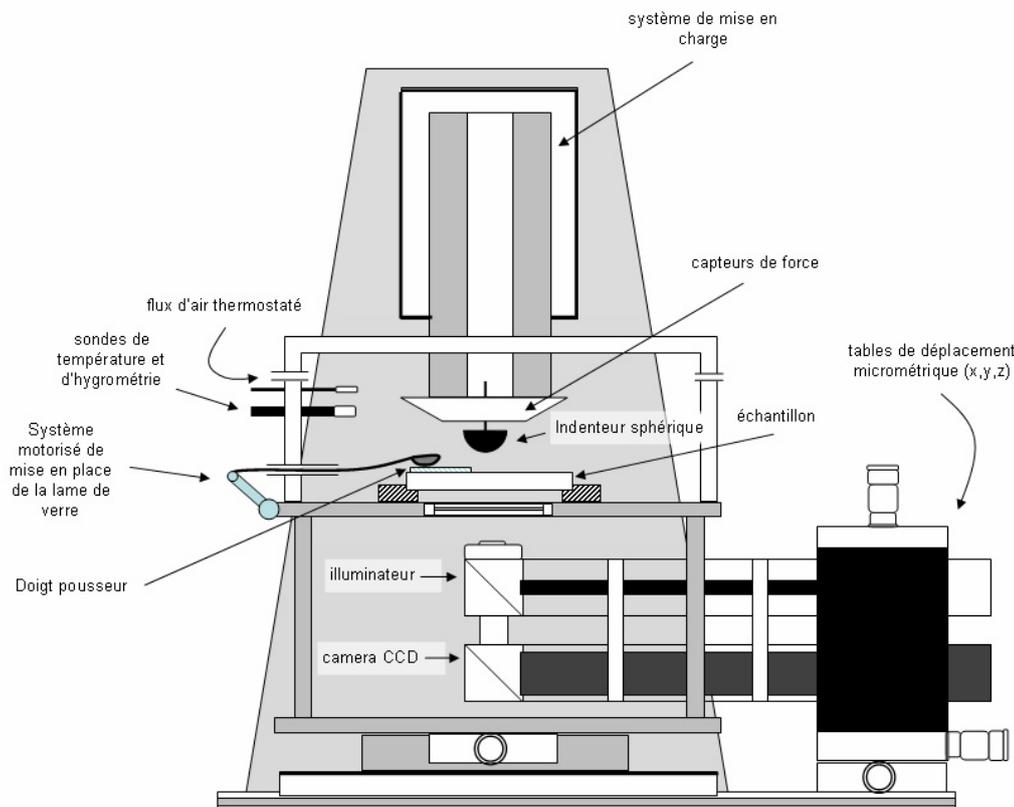


Figure 2 - 7 : Le Micro-Visio-Scratch®

2.4.1.1. Phase de fluage

La phase de fluage de contact, présentée Figure 2 - 8, est définie par l'application d'un indenteur soumis à un chargement constant (F_N) sur la surface du polymère. La bille représentée est à l'échelle par rapport au rayon du contact représenté ($a/R = 0.2$). Les différents capteurs de force utilisés permettent d'appliquer une gamme de force variant de 0.25 N à 25 N. Dans le cadre d'un indenteur sphérique, cette gamme permet d'obtenir les différents rapports a/R initiaux souhaités (0.1, 0.15 et 0.2). Présentée en section 1.3.1.4, la déformation moyenne de contact définie par Tabor s'écrit :

$$\langle \varepsilon \rangle = 0.2 \frac{a}{R} \quad (2 - 2)$$

Les rapports a/R initiaux choisis correspondent à trois niveaux de déformation moyenne ($\langle \varepsilon \rangle$) égales à 2%, 3% et 4%. Les Figure 2 - 3 et Figure 2 - 4 présentées en section 2.3 montrent que ces niveaux de déformation sont caractéristiques du comportement viscoélastique du polymère étudié. De plus, l'indenteur peut être considéré infiniment rigide au regard des propriétés mécaniques du polymère testé. La caméra CCD située sous l'échantillon permet l'observation et la mesure du rayon de contact (a) obtenu. La caméra CCD à une vitesse d'acquisition maximale de 50 images/s. La vitesse d'acquisition est choisie égale à 12 images/s pour la première seconde de l'essai puis est répartie linéairement avec le logarithme du temps pour obtenir une cinquantaine d'images par essai réalisé. Les données expérimentales mesurées sont la force appliquée (F_N) et le rayon de contact obtenu (a).

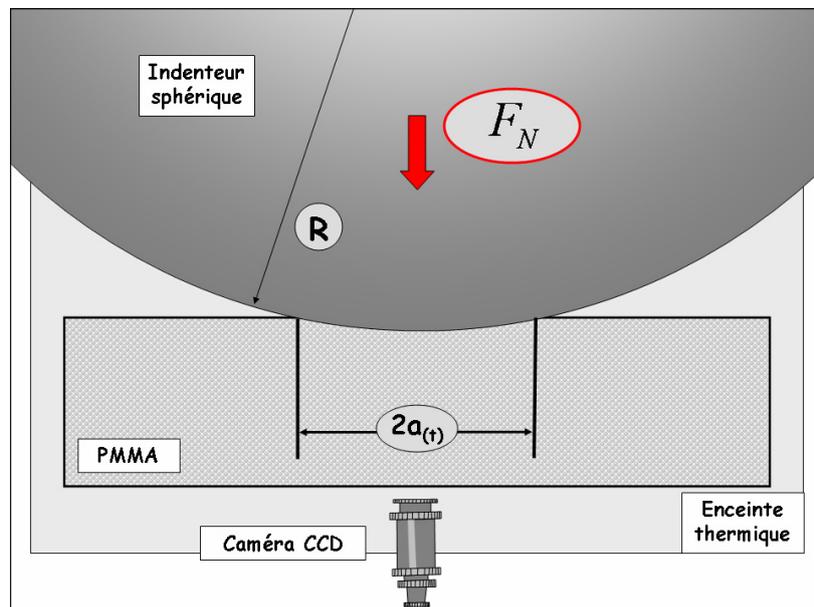


Figure 2 - 8 : Phase de fluage - Description des paramètres expérimentaux lors d'un essai de microindentation

La Figure 2 - 9 présente les images obtenues pour trois temps de fluage différents dans le cadre d'un essai réalisé à l'aide d'un indenteur sphérique, la durée de la phase de fluage (t_0) est égale à 2000 s. La résolution des images est de 400000 pixels et la focale utilisée permet d'obtenir un rapport de 0.667 microns par pixel. La dimension des images obtenues est égale à $510 \mu\text{m} \times 383 \mu\text{m}$. Le rayon du contact observé ici est égal à $90 \mu\text{m}$ pour le temps de fluage égal à 8.5 s.

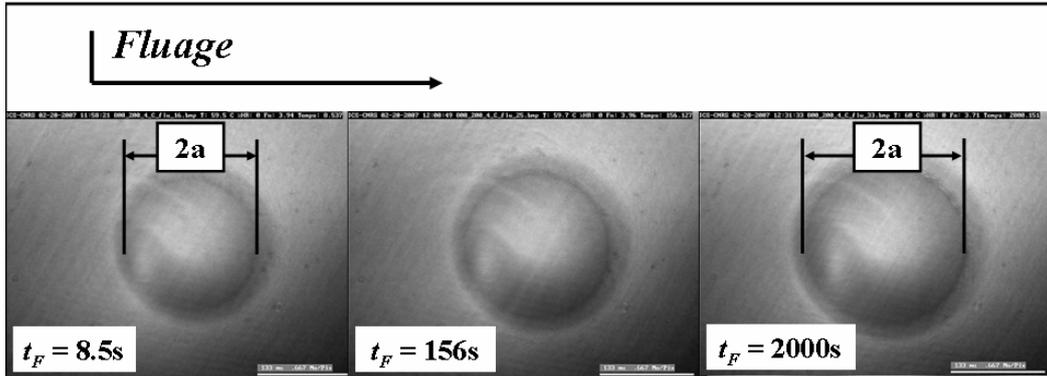


Figure 2 - 9 : Phase de fluage - Evolution du contact réel en fonction du temps de fluage (t_F) sur une surface de PMMA lors d'un essai d'indentation ($a_0/R=0.2$; $R = 400 \mu m$; $F_N = 6 N$; $t_0 = 2000 s$; $T = 30 \text{ }^\circ C$)

On observe que la taille du contact augmente avec le temps de fluage (t_F). L'observation *in-situ* du contact permet de s'affranchir de la part de déflexion élastique. Il ne sera pas nécessaire d'utiliser les modèles qui permettent l'estimation de la déflexion élastique [41-43] choisis généralement dans l'utilisation du modèle de Oliver et Pharr [38]. La mesure du rayon de contact (a) et la connaissance du rayon de l'indenteur (R) permettent de connaître l'enfoncement réel (h) de l'indenteur dans le matériau comme le montre la Figure 2 - 10 et l'équation suivante :

$$h = R(1 - \cos.\sin^{-1}(a/R)) \quad (2 - 3)$$

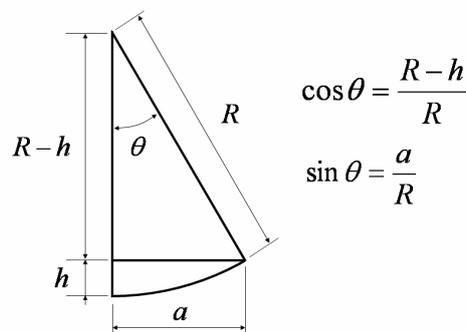


Figure 2 - 10 : Schéma illustrant l'obtention de la profondeur de contact (h) en fonction du rayon de l'indenteur (R) et du rayon de contact vrai (a)

A partir de la connaissance de la profondeur de contact, il est possible d'exprimer l'évolution du volume du contact en fonction du temps comme le montre la Figure 2 - 11 suivante :

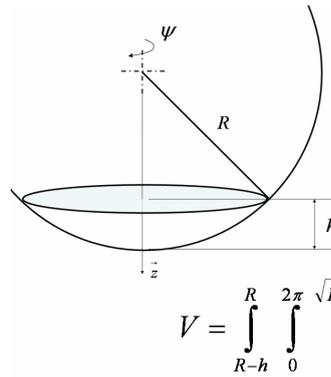


Figure 2 - 11 : Schéma illustrant l'obtention du volume de contact (V) en fonction du rayon de l'indenteur (R) et de la profondeur de contact réel (h)

Le résultat de l'intégrale s'écrit de la manière suivante :

$$V = \frac{\pi}{3} h^2 (3R - h) \quad (2 - 4)$$

La relation qui permet de décrire le rayon de l'indenteur en fonction du rayon du contact vrai et de l'enfoncement réel est de la forme suivante :

$$R = \frac{h^2 + a^2}{2h} \quad (2 - 5)$$

Ainsi, il est possible d'exprimer le volume du contact réel en fonction du rayon de contact vrai et de la profondeur réelle de contact de la manière suivante :

$$V = \frac{\pi h}{2} \left(\frac{h^2}{3} + a^2 \right) \quad (2 - 6)$$

Lors de la phase de fluage, l'analyse des images obtenues permet la mesure *in-situ* du rayon de contact vrai. A partir de la connaissance du rayon de l'indenteur sphérique utilisé, il est possible d'exprimer le volume du contact vrai en fonction du temps de fluage.

2.4.1.2. Phase de recouvrance et interférométrie

La recouvrance des empreintes obtenues pour la phase de fluage réalisée est étudiée à l'aide du même dispositif expérimental. Le MicroVisioScratch® a été spécialement adapté pour permettre l'analyse de la recouvrance des empreintes résiduelles. On retrouve ici l'intérêt tout particulier des franges d'interférence dans l'analyse d'un contact sphère / plan à l'origine de la théorie de Hertz [28]. Les franges d'interférence vont permettre d'obtenir la profondeur de l'empreinte résiduelle. Celles-ci sont générées par l'application d'une lame de verre sur l'empreinte. La différence de hauteur entre deux franges blanches (ou noires) (Δh) est égale à la moitié de la longueur d'onde (λ) du faisceau lumineux monochromatique utilisé.

Comme le montre la Figure 2 - 12 et la Figure 2 - 13, la lame de verre permet de visualiser les anneaux de Newton de l'empreinte résiduelle créée à la surface du PMMA. La lame de verre est glissée sur l'échantillon dès le retrait de l'indenteur à l'aide de la motorisation d'un hémisphère de silicone en contact avec la lame de verre. Le retrait de l'indenteur associé au glissement de la lame de verre sur l'empreinte résiduelle est une opération qui dure en moyenne 0.3 s.

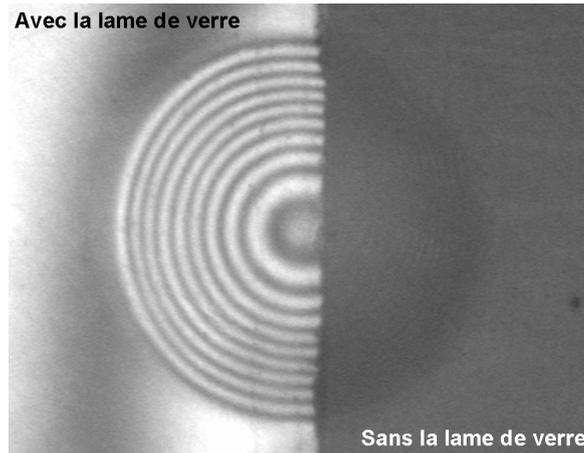


Figure 2 - 12 : Phase de recouvrance – Comparaison entre la visualisation d'une empreinte résiduelle avec une lame de verre et sans lame de verre

Le nombre de franges d'interférence (N_i) permet d'obtenir la profondeur résiduelle (h) de l'empreinte qui recouvre. Dans notre cas, le faisceau lumineux est un laser hélium-néon de longueur d'onde (λ) égale à 633 nm, ainsi :

$$h = \Sigma \Delta h = N_i \cdot \frac{\lambda}{2} \quad (2 - 7)$$

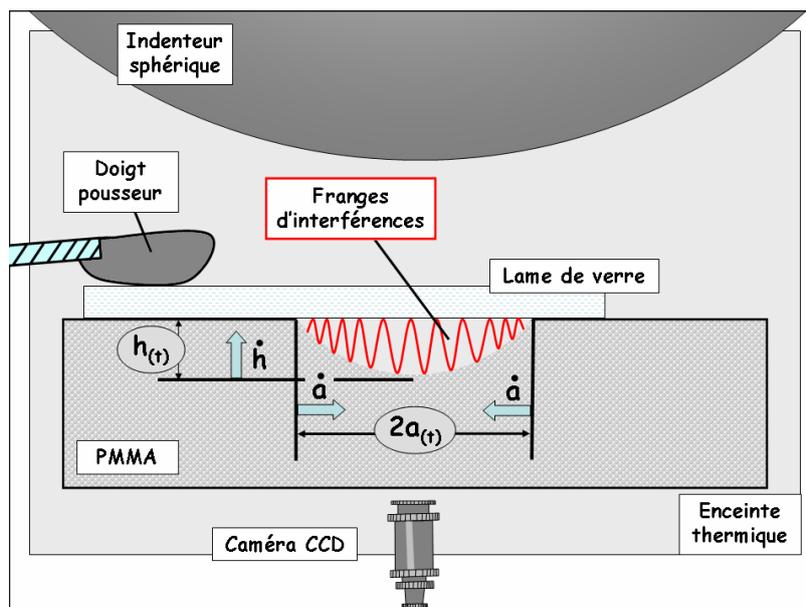


Figure 2 - 13 : Phase de recouvrance - Description des paramètres expérimentaux et du procédé d'interférométrie lors d'un essai de microindentation

Pour une phase de fluage réalisée à l'aide d'un indenteur sphérique, la Figure 2 - 14 présente les images typiquement obtenues pour trois temps de recouvrance différents.

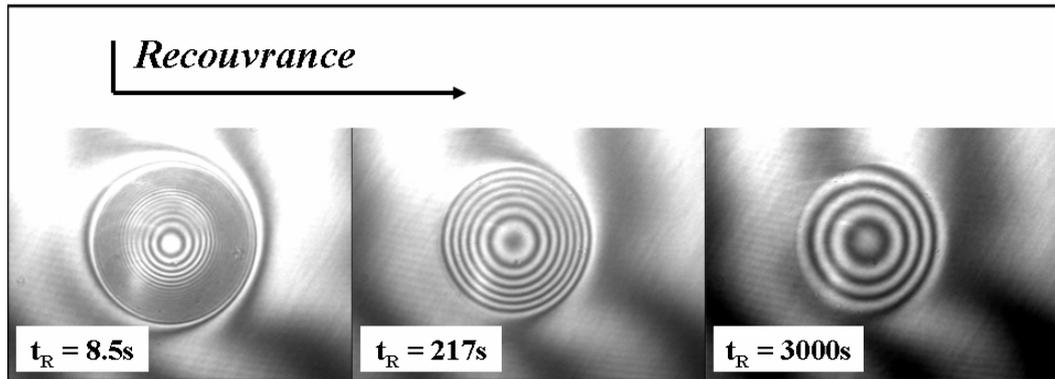


Figure 2 - 14 : Phase de recouvrance - Evolution de l'empreinte résiduelle en fonction du temps de recouvrance (t_R) d'une surface de PMMA lors d'un essai d'indentation ($t_0 = 2000$ s ; $a_0/R=0.2$; $R = 400$ μm ; $F_N = 6$ N ; $T = 30$ °C)

Le nombre de franges d'interférence est caractéristique de la recouvrance, de la cicatrisation, de l'empreinte résiduelle. A partir de la profondeur de l'empreinte et de la mesure du rayon de celle-ci il est possible d'obtenir l'évolution du volume de l'empreinte résiduelle en fonction du temps de recouvrance (t_R) comme le montre l'équation (2 - 6). La description du volume de l'empreinte résiduelle est nécessaire. La Figure 2 - 15 présente l'évolution du retour du bord de l'empreinte résiduelle et du fond de l'empreinte résiduelle et les cinétiques de recouvrance correspondantes après une phase de fluage réalisé à une température de 30 °C, un rapport a_0/R initial égal à 0.2 et un temps de maintien en charge égale à 10^3 s.

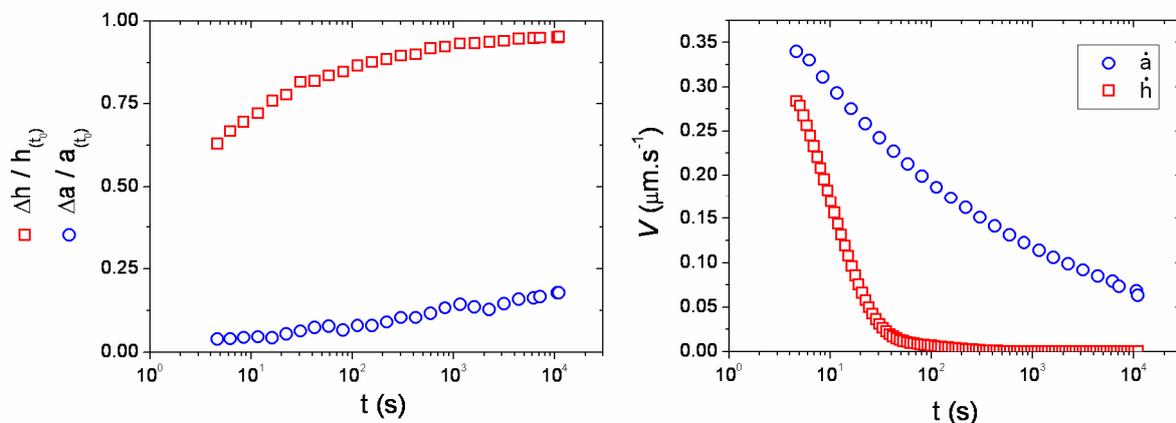


Figure 2 - 15 : Phase de recouvrance - évolution du retour du bord de l'empreinte résiduelle normé et du fond de l'empreinte résiduelle normé et évolution des cinétiques de recouvrance en fonction du temps de recouvrance ($a_0/R=0.2$; $R = 400$ μm ; $F_N = 6$ N ; $t_0 = 1000$ s ; $T = 30$ °C)

Les cinétiques de recouvrance du fond de l'empreinte et du bord de l'empreinte ne sont pas identiques. Avec la description du volume de l'empreinte résiduelle, on s'affranchit de la différence entre ces deux cinétiques caractéristiques du retour viscoélastique d'une empreinte résiduelle.

2.4.2. Justification de l'emploi des indenteurs sphériques par rapport aux indenteurs Berkovich ou Vickers

Abordé en section 1.3.3, le choix de l'indenteur peut être déterminant dans l'analyse du fluage et de la recouvrance d'un contact. Les indenteurs Berkovich ou Vickers ont des avantages

intéressants lors des essais de nanoindentation, particulièrement sur des matériaux pouvant être considérés comme élasto-plastique. Mais l'utilisation de ces indenteurs dans le cadre de l'étude du fluage et de la recouvrance d'un polymère semble moins intéressante.

2.4.2.1. Présentation des indenteurs

Deux indenteurs ayant des singularités géométriques sont classiquement utilisés. Le premier indenteur est une pointe diamant de type Berkovich dont l'angle au sommet est égal à 115° . Le second indenteur est une pointe diamant de type Vickers de demi angle au sommet égal à 68° .

2.4.2.2. Phase de fluage - Images obtenues et analyse possible

La Figure 2 - 16 présente les images caractéristiques obtenues pendant la phase de fluage pour les deux indenteurs étudiés. La force appliquée est égale à 6 N et l'essai est réalisé à une température de 30°C . La durée de la phase de fluage (t_0) est égale à 200 s.

Phase de fluage

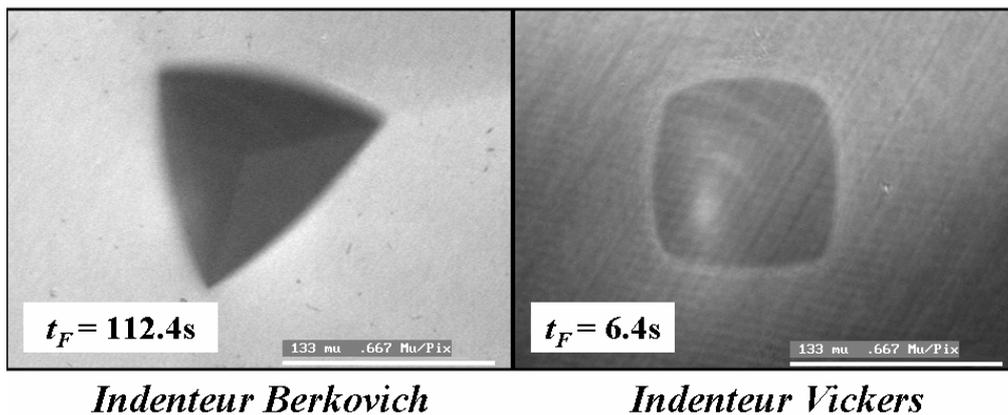


Figure 2 - 16 : Phase de fluage – Images caractéristiques lors d'un contact Berkovich et d'un contact Vickers sur une surface de PMMA ($F_N = 6\text{ N}$; $t_0 = 200\text{ s}$; $T = 30^\circ\text{C}$)

La description du volume lors de la phase de fluage et lors de la phase de recouvrance est nécessaire dans le cadre de l'étude du comportement viscoélastique en surface d'un polymère. On observe qu'il est à première vue possible de caractériser le volume du contact lors de la phase de fluage sous réserve de prendre en compte correctement le défaut de pointe de ces deux indenteurs.

Prise en compte du défaut de pointe

La calibration habituellement réalisée à l'aide d'un test de nanoindentation n'est pas possible dans notre cas. En effet, les grandeurs mesurées ici sont le rayon de contact vrai et la force normale imposée. La calibration d'un indenteur est réalisée, quant à elle, à partir du modèle de Oliver et Pharr [38] et de la mesure de la courbe force / enfoncement total. La mesure du déplacement vertical de l'indenteur sur la surface de notre matériau n'est pas une donnée mesurée par le MicroVisioSrtach®.

Dans une certaine mesure, il est néanmoins possible de prendre en compte le défaut de pointe en caractérisant, à l'aide d'observations précises, l'extrémité de ces indenteurs pour obtenir une calibration du type volume du contact réel / aire de contact réel. Deux méthodes ont pour cela été utilisées, la profilométrie et la microscopie électronique à balayage (MEB). La profilométrie a été réalisée sur chacun des deux indenteurs. La longueur de balayage est de $100 \times 100 \mu\text{m}$ et la précision de mesure est de l'ordre du micron. La Figure 2 - 17 présente les résultats obtenus pour les deux indenteurs utilisés.

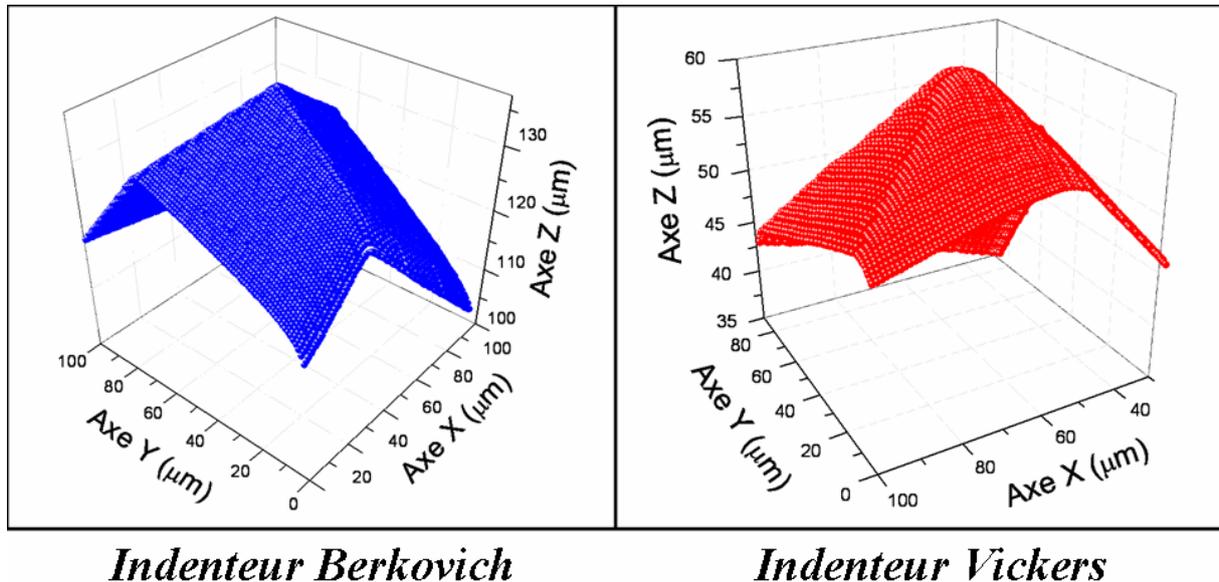


Figure 2 - 17 : Profilométrie des indenteurs Berkovich et Vickers et estimation du défaut de pointe

La microscopie électronique à balayage permet une qualité d'image supérieure à la profilométrie. Les images, Figure 2 - 18, présentent le défaut de pointe des deux indenteurs avec une résolution de $5 \mu\text{m}$.

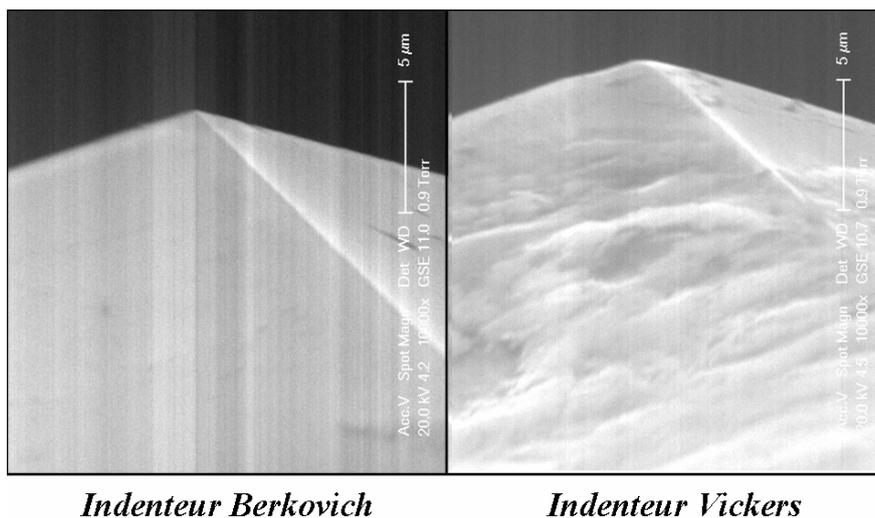


Figure 2 - 18 : Microscopie à balayage électronique – Images des indenteurs Berkovich et Vickers et estimation du défaut de pointe

On observe que l'indenteur Berkovich est de bonne qualité. Le défaut de pointe est difficile à caractériser. L'image MEB de l'indenteur Vickers confirme l'existence d'un défaut de pointe plus important et la qualité moyenne des surfaces (pointe utilisée sur des verres et différents

composites). Ces techniques peuvent être utilisées en première approche pour obtenir un calibrage du type volume de l'empreinte réel / aire de contact réel.

2.4.2.3. Phase de recouvrance – Images obtenues et analyse possible

L'étude de la recouvrance des empreintes générées nécessite la description de l'évolution du volume lors de la phase de recouvrance. Plusieurs études [54, 55], décrites dans le chapitre précédent, prennent en compte des hypothèses fortes concernant le retour viscoélastique des empreintes résiduelles obtenues après des essais de nanoindentation réalisés avec des indenteurs Berkovich et Vickers. Il semble effectivement possible de considérer que les longueurs des diagonales des empreintes résiduelles ne varient pas avec le temps de recouvrance. En effet, les singularités des indenteurs utilisés sont à l'origine de forte concentration des contraintes. Ces contraintes locales, situées autour des arêtes, plastifient le matériau et bloquent le retour viscoélastique. Néanmoins les images présentées Figure 2 - 19 montrent que le volume total de l'empreinte résiduelle diminue avec le temps de recouvrance.

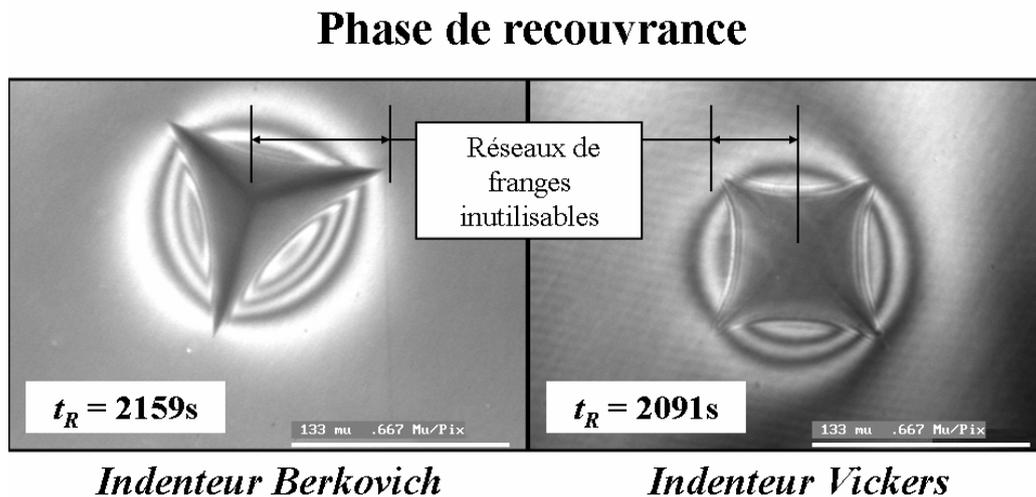


Figure 2 - 19 : Phase de recouvrance – Images caractéristiques d'une empreinte résiduelle en recouvrance obtenues après un contact Berkovich et un contact Vickers sur une surface de PMMA ($F_N = 6 \text{ N}$; $t_0 = 200 \text{ s}$; $T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$)

L'analyse de cette cinétique de recouvrance particulière est difficile. D'une part, la lame de verre glissé sur la surface du polymère ne nous permet pas d'obtenir la profondeur réelle de l'empreinte résiduelle. La distribution des franges d'interférence ne permet pas de caractériser la profondeur des empreintes résiduelles générées. D'autre part, la forme des surfaces en recouvrance semble difficile à caractériser. L'analyse du volume résiduel de l'empreinte, réalisée *post-mortem* à l'aide d'une profilométrie par microscope à force atomique (AFM) a été réalisée.

Profil de l'empreinte résiduelle : analyse par AFM

L'analyse AFM permet d'obtenir deux informations. La première information caractérise le profil des surfaces de l'empreinte résiduelle lors de la phase de recouvrance. La seconde information permet d'observer un éventuel bourrelet. Une indentation de type Berkovich est réalisée à une température de $90 \text{ }^\circ\text{C}$ et une force appliquée de 0.25 N . Suite à l'indentation,

l'échantillon est sorti de l'enceinte thermique et plongé dans de l'eau à $\sim 15\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour permettre de figer l'empreinte résiduelle après décharge élastique. L'échantillon est ensuite analysé à l'aide d'un AFM. La Figure 2 - 20 présente le résultat obtenu.

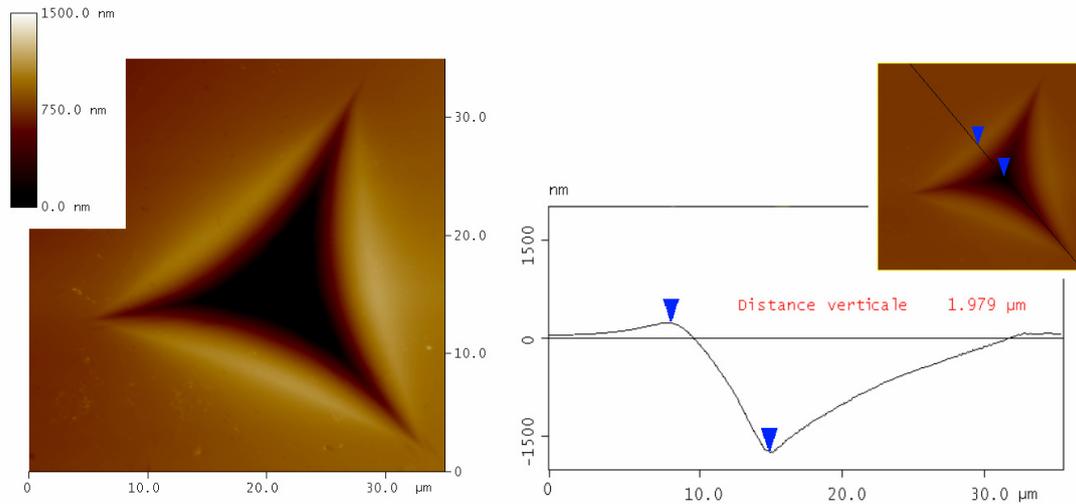


Figure 2 - 20 : Analyse AFM – Empreinte résiduelle et profil de matière d'une empreinte résiduelle suite à une indentation Berkovich ($F_N = 0.25\text{ N}$; $t_0 = 10\text{ s}$; $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$ puis trempé dans H_2O à $\sim 15\text{ }^{\circ}\text{C}$)

Le profil de l'empreinte résiduelle confirme que les surfaces de l'empreinte résiduelle ainsi que le matériau déformé par les arêtes de l'indenteur ont une géométrie parabolique. La prise en compte de la courbure visualisée à l'aide du MicroVisioScratch® (Figure 2 - 19) ne permet pas de définir complètement le volume de l'empreinte résiduelle. De plus, la présence d'un bourrelet est démontrée. La trempe effectuée, la rhéologie du PMMA, ainsi que le rapport $E/\sigma_y \approx 65$ relevé sur la Figure 2 - 6 semblent démontrer que ce bourrelet est apparu dans une certaine mesure pendant la phase de fluage [38]. L'analyse AFM montre qu'il s'est ensuite fortement développé lors des tout premiers temps de la phase de recouvrance lors de la décharge élastique du matériau.

2.4.2.4. Conclusion intermédiaire

Il n'est pas possible d'analyser correctement à ce jour le fluage et la recouvrance d'un contact réalisé à l'aide d'un indenteur Berkovich ou Vickers. Si la prise en compte du défaut de pointe dans notre cas semble envisageable, l'analyse de l'empreinte résiduelle est difficile. Les franges d'interférence ne peuvent pas être exploitées et la prise en compte du bourrelet lors de la phase de recouvrance dans le calcul du volume de l'empreinte résiduelle est compliquée.

Pour terminer, la forme parabolique complexe des surfaces situées entre deux arêtes plastifiées lors de la phase de fluage montre que l'analyse de la recouvrance n'est pas possible dans l'état actuel de nos moyens techniques. Il est nécessaire d'utiliser un indenteur sphérique, l'absence de singularités dans la forme géométrique de ce type d'indenteur permet l'analyse de la viscoélasticité en surface du PMMA.

2.4.3. Validation de l'utilisation d'un indenteur sphérique

La section 2.4.1 montre qu'il est possible d'utiliser un indenteur sphérique dans l'étude du fluage et de la recouvrance lors d'un essai de microindentation. Néanmoins, quelques vérifications doivent être réalisées pour permettre la validation complète du procédé expérimental proposé. La répétitivité des essais, l'adimensionalité du comportement viscoélastique du PMMA, l'influence du frottement interfacial et l'absence de bourrelet sont les études préliminaires à réaliser.

2.4.3.1. Présentation de l'indenteur

Les indenteurs sphériques utilisés sont tous construits selon la même procédure. Les billes en verre utilisées sont sélectionnées pour leur sphéricité de très bonne qualité et pour les dimensions souhaitées dans le cadre de notre étude. Trois billes sont sélectionnées dont les rayons sont égaux à 160 μm , 330 μm et 400 μm . Ces billes sont ensuite positionnées sur les supports enduits de colle époxyde en veillant à la bonne coaxialité de l'ensemble. La moitié de la bille est enfoncée dans la colle de manière à obtenir une bonne tenue mécanique. Le rapport a/R maximal atteint lors des différents essais est égal à 0.5 et est suffisamment éloigné de la colle époxyde. La Figure 2 - 21 présente l'un des indenteurs sphériques observé au microscope.

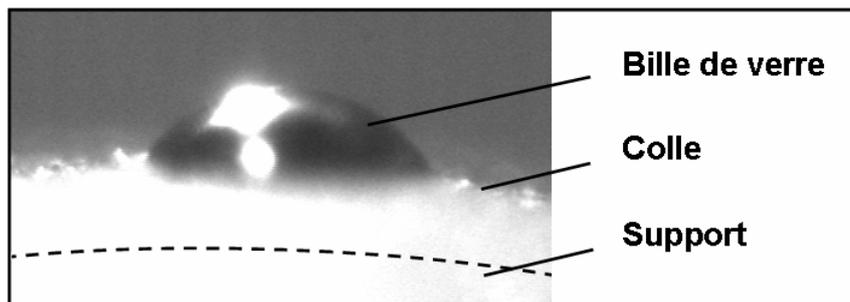


Figure 2 - 21 : Indenteur sphérique de rayon (R) égale à 160 μm

Préalablement à tout essai réalisé, un intérêt particulier est donné à la propreté de la surface de l'indenteur. Dans un premier temps, celui-ci est nettoyé avec de l'acétone à l'aide d'un papier anti-poussière Berkshire®. Ensuite, un nettoyage avec de l'éthanol est réalisé en veillant bien à ce que l'évaporation de celui-ci se fasse sous un flux d'azote pour éviter tout dépôt d'humidité et autres résidus secs sur la surface. L'influence du frottement interfacial, directement lié à la qualité de propreté des surfaces en contact, est abordée plus en avant dans ce chapitre.

2.4.3.2. Répétitivité de l'essai

La répétitivité des essais réalisés est un paramètre important pour valider la procédure expérimentale. Plusieurs essais identiques ont été réalisés pour vérifier la bonne superposition de la réponse mécanique obtenue lors de nos essais. La Figure 2 - 22 présente l'évolution du volume normé par le volume du contact à $t_F = 0.5$ s en fonction du temps de fluage. Ces résultats sont obtenus pour des essais réalisés à 30 °C, une force normale égale à 6 N et un temps de maintien en charge de 1000 s.

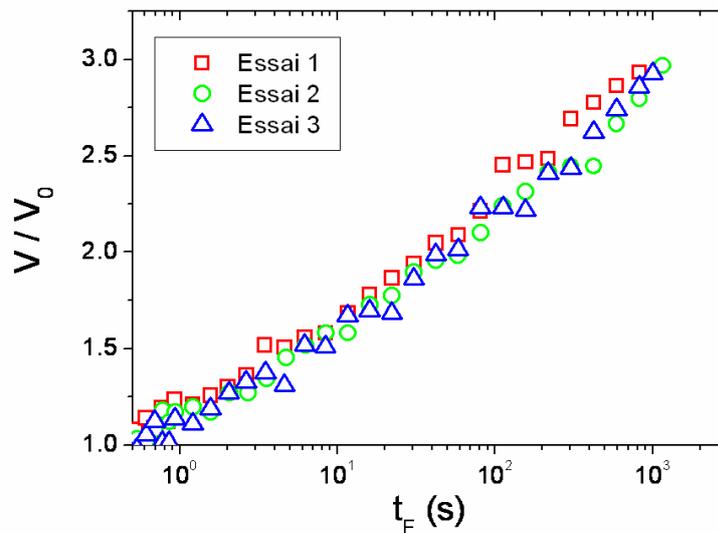


Figure 2 - 22 : Phase de fluage - Evolution du volume normé par le volume à $t_F = 0.5s$ en fonction du temps de fluage pour trois essais réalisés dans les mêmes conditions ($a_0/R=0.2$; $R = 400 \mu m$; $F_N = 6 N$; $t_0 = 1000 s$; $T = 30 \text{ }^\circ C$)

Le volume du contact augmente avec le temps de fluage. Les courbes obtenues se superposent pour les trois essais réalisés et valident le dispositif expérimental choisi. Pour trouver le meilleur compromis entre les possibilités d'observation du dispositif expérimental et la taille du rayon de contact observé, il est nécessaire de valider l'adimensionnalité du comportement viscoélastique du PMMA dans la gamme d'échelle qui nous intéresse.

2.4.3.3. Adimensionnalité

La focale utilisée lors des essais, détaillée en section 2.4.1.1, permet d'obtenir la meilleure résolution possible du MicroVisioScratch®. Les images obtenues ont une dimension égale à $510 \mu m \times 383 \mu m$. L'utilisation de l'image est un paramètre important et optimiser la visualisation du contact permet d'obtenir une meilleure précision de mesure du contact et de l'empreinte résiduelle. L'indenteur sphérique dont le rayon est égal à $400 \mu m$ permet le meilleur compromis de visualisation du contact pour les différents rapports a/R initiaux étudiés. Valider l'utilisation d'un indenteur plutôt qu'un autre nécessite de vérifier l'adimensionnalité des résultats obtenus pour différents rayons d'indenteur et un rapport a/R initial identique. Trois essais sont réalisés pour les trois indenteurs sphériques de rayon différents et égaux à $160 \mu m$, $330 \mu m$ et $400 \mu m$. Le temps de maintien en fluage est égal à $1000 s$ et la température est égale à $30 \text{ }^\circ C$. La Figure 2 - 23 présente les résultats obtenus.

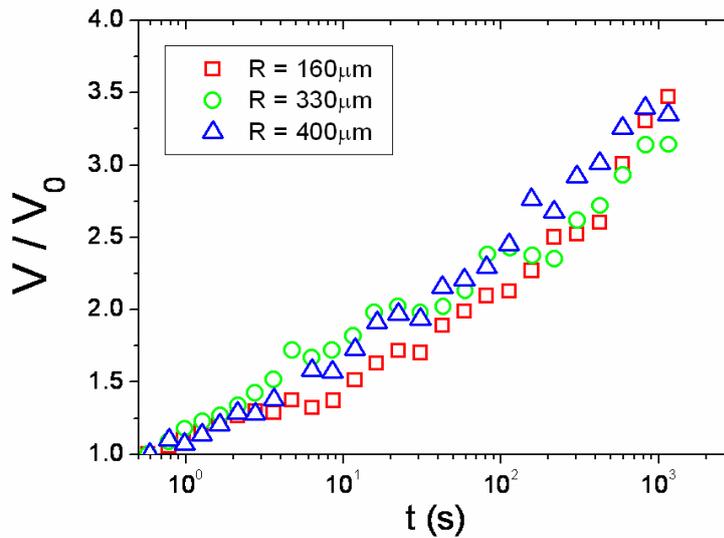


Figure 2 - 23 : Phase de fluage - Evolution du volume normé par le volume à $t_F = 0.5s$ en fonction du temps de fluage pour trois rayons d'indenteur sphérique différents ($a_0/R = 0.2$; $R = 400 \mu m$; $F_N = 5 N_{(R=400 \mu m)}$; $F_N = 3.5 N_{(R=330 \mu m)}$; $F_N = 0.8 N_{(R=160 \mu m)}$; $t_0 = 1000 s$; $T = 40 \text{ }^\circ\text{C}$)

La superposition des courbes obtenues valide l'utilisation de l'indenteur permettant le meilleur compromis avec les possibilités d'observation du MicroVisioScratch®. Un soin particulier est donné à la propreté de l'indenteur utilisé, néanmoins, d'un essai à l'autre la qualité de ce nettoyage peut différer. Il est nécessaire de vérifier quelle est l'influence du frottement interfacial dans les résultats obtenus pour prévenir d'une éventuelle différence de propreté des surfaces.

2.4.3.4. Influence du frottement interfacial

La propreté de l'indenteur et la qualité de la surface indentée sont des paramètres qui peuvent éventuellement influencer les résultats obtenus et la répétitivité des essais. Le nettoyage de l'indenteur est réalisé pour chaque essai à partir de la méthode développée en section 2.4.3.1. Le coefficient de frottement interfacial est le paramètre qui rend compte de la qualité des surfaces en contact et est défini par la relation suivante :

$$\mu_{loc} = \frac{\tau}{p_m} \quad (2-8)$$

où μ_{loc} est égal au coefficient de frottement local ou interfacial, τ est égale à la contrainte en cisaillement et p_m est égale à la pression de contact. Pour vérifier quelle est influence du frottement local, deux essais aux conditions identiques, excepté la valeur du coefficient de frottement local, ont été réalisés. La première surface est brute, le film de protection du PMMA est simplement retiré. La seconde surface est nettoyée avec de l'éthanol (EtOH). A partir du modèle développé dans l'étude de Lafaye *et Al.* [72] lors d'un essai de rayure, les valeurs du frottement local de ces deux couples de surfaces en contact peuvent être obtenues. Le coefficient de frottement interfacial concernant la surface brute est égal à 0.15 et le coefficient de frottement interfacial relatif à la surface nettoyée est égal à 0.3. La Figure 2 - 24 présente les résultats obtenus pour un essai réalisé à 20 °C, une force normale égale à 6 N et un temps de maintien en charge de 200 s.

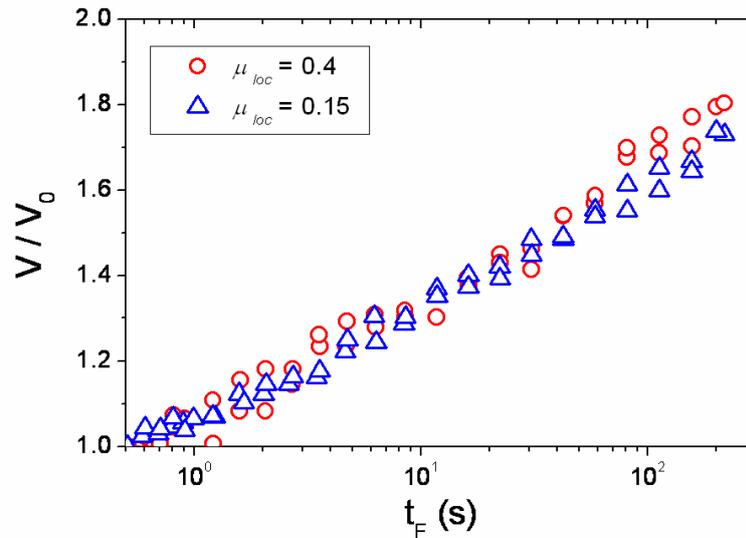


Figure 2 - 24 : Phase de fluage – Evolution du volume normé par le volume à $t_F = 0.5s$ en fonction du temps de fluage pour deux coefficients de frottement interfacial différents ($a_0/R=0.17$;

$$R = 400 \mu\text{m} ; F_N = 6 \text{ N} ; t_0 = 200 \text{ s} ; T = 20 \text{ }^\circ\text{C}$$

On observe que les courbes sont superposées pour les deux coefficients de frottement. Dans les conditions d'indentation choisies, représentatives des essais réalisés, le coefficient de frottement interfacial n'a pas d'influence sur le résultat obtenu. La surface dont le coefficient de frottement est égal à 0.15 est choisie dans le cadre de nos expériences. Pour terminer la validation des essais réalisés, il est nécessaire de valider l'absence de l'apparition d'un bourrelet. Lors de la phase de fluage comme lors de la phase de recouvrance, un bourrelet pourrait compliquer fortement la description du volume du contact et de l'empreinte résiduelle.

2.4.3.5. Validation de l'absence de bourrelet

Il est nécessaire de valider l'hypothèse de non apparition d'un bourrelet lors de la phase de fluage et lors des premiers temps de recouvrance. Le test réalisé se rapproche de l'essai réalisé en section 2.4.2.3. L'indentation est réalisée à une température de $90 \text{ }^\circ\text{C}$, une force normale appliquée de 1.8 N et un temps de maintien en charge de 2000s . Une température élevée est privilégiée compte tenu du rapport E/σ_Y maximal à $90 \text{ }^\circ\text{C}$. En effet, en cas de présence d'un bourrelet, celui ci est d'autant plus important que le rapport E/σ_Y est important. Suite à la phase de fluage réalisée, l'échantillon est retiré de l'enceinte thermique et plongé dans de l'eau à $15 \text{ }^\circ\text{C}$ dans le but de figer l'empreinte résiduelle. La Figure 2 - 25 présente le résultat de la profilométrie réalisée sur le diamètre de l'empreinte résiduelle figée.

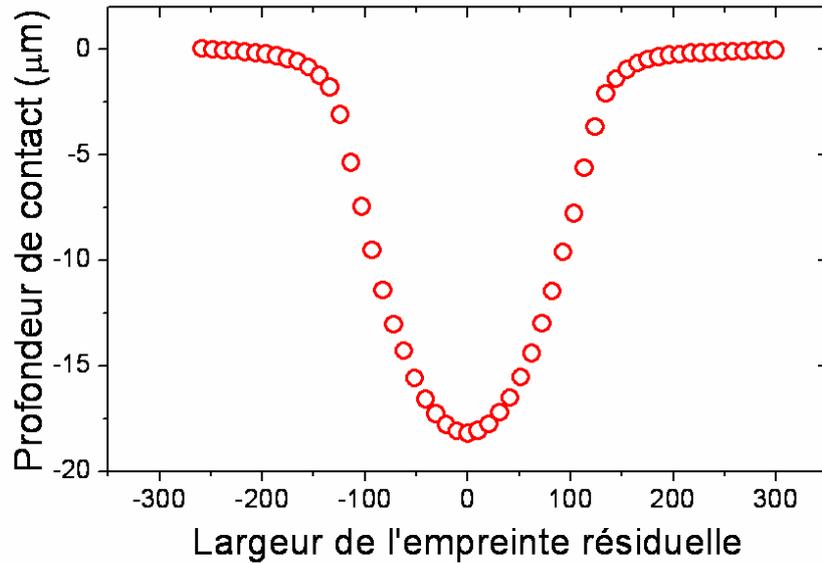


Figure 2 - 25 : Vérification de l'absence de bourrelet - Profil d'une empreinte résiduelle figée suite à un contact sphère / plan ($a_0/R=0.2$; $R = 400 \mu\text{m}$; $F_N = 1.8 \text{ N}$; $t_0 = 2000 \text{ s}$; $T = 90 \text{ }^\circ\text{C}$ puis trempé dans H_2O à $\sim 15 \text{ }^\circ\text{C}$)

Il n'y a pas apparition d'un bourrelet. Comme tenu des rapports h/R atteint lors de l'essai, l'étude de Taljat *et Al.* [43] corrobore ce résultat. L'absence de bourrelet permet l'analyse du contact vrai lors de la phase de fluage. Dans les conditions "extrêmes" de cet essai, le procédé expérimental qui consiste à glisser une lame de verre sur l'empreinte résiduelle est validé. La lame de verre repose bien sur la surface libre du matériau et ne fausse pas les résultats obtenus lors de la phase de recouvrance. La mise en place d'un post-traitement semi automatisé peut être envisagée.

2.4.4. Présentation du post-traitement

Le post-traitement imaginé au sein de l'équipe permet l'analyse du contact lors de la phase de fluage et celle de l'empreinte résiduelle lors de la phase de recouvrance. Les équations (2 - 3) et (2 - 6) montrent qu'il est possible de décrire le volume du contact et de l'empreinte résiduelle. Pour la phase de fluage, la mesure est réalisée sur le diamètre et dans deux directions perpendiculaires dans le but d'obtenir la meilleure précision possible. La Figure 2 - 26 montre une capture d'écran du logiciel utilisé.

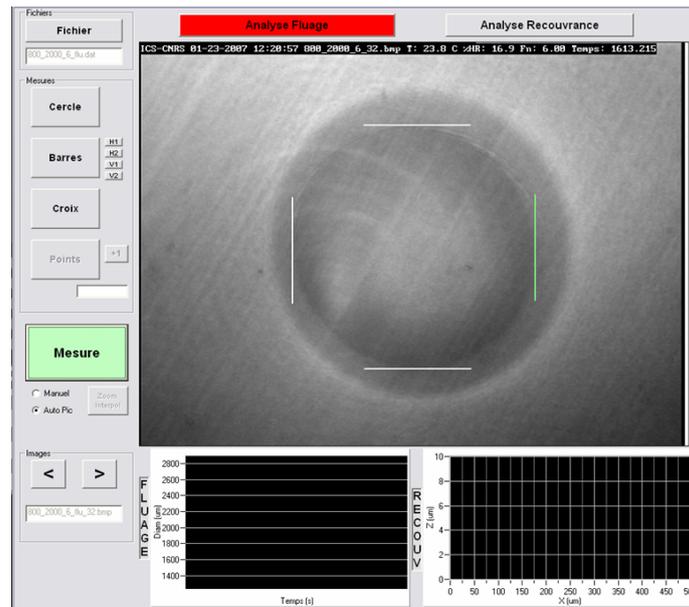


Figure 2 - 26 : Phase de fluage – Illustration du logiciel de post-traitement développé au sein de l'équipe Mécanique et Physique des Polymères

Dans le cas du post-traitement réalisé pour la phase de recouvrance, illustré Figure 2 - 27, un système de barres (de couleur bleu ici) a été mis en place pour connaître le nombre de franges d'interférence et leurs positions (x) par rapport au centre de l'empreinte résiduelle.

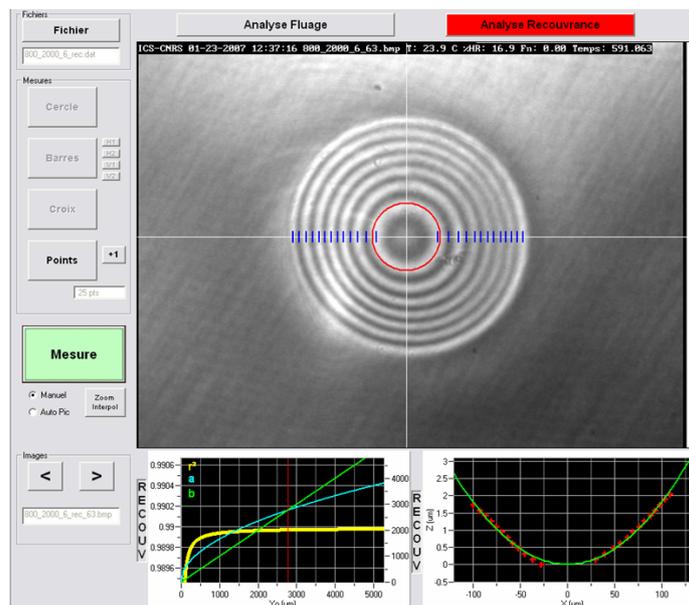


Figure 2 - 27 : Phase de recouvrance – Illustration du logiciel de post-traitement développé au sein de l'équipe Mécanique et Physique des Polymères

La différence de profondeur (Δh) associée à deux franges de teinte différente permet de tracer l'évolution de la profondeur (z) de l'empreinte résiduelle. L'équation d'un cercle ajuste correctement les points expérimentaux obtenus et permet la connaissance du rayon de courbure de l'empreinte résiduelle. Associé à la mesure du rayon de l'empreinte résiduelle, il est possible de décrire le volume de l'empreinte résiduelle en fonction du temps de recouvrance comme le montre les équations (2 - 5) et (2 - 6). Pour terminer la présentation du procédé expérimental utilisé lors des essais de microindentation, un paramètre d'analyse, robuste pour la phase de fluage et pour la phase de recouvrance, est proposé.

2.4.5. Paramètres d'analyse - Définition de la déformation représentative (ε_{rp})

La description des résultats expérimentaux pose le problème d'un paramètre d'analyse pertinent à la fois pour la phase de fluage comme pour la phase de recouvrance. En effet, si le rayon du contact (a) peut être considéré comme un paramètre pertinent lors de la phase de fluage, la différence de cinétique, observée Figure 2 - 15, lors de la phase de recouvrance nécessite une définition propre à l'évolution du volume du contact réel et de l'empreinte résiduelle. Le paramètre choisi permet une approche mécanique du comportement viscoélastique en surface d'un polymère amorphe. La définition de la déformation lors d'un test uniaxial s'écrit :

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{l_{(t)}}{l_0}\right) \quad (2 - 9)$$

où $l_{(t)}$ correspond à l'évolution de longueur de l'échantillon testé en fonction du temps et l_0 correspond à la longueur initiale de l'échantillon. Par équivalence dimensionnelle, présentée équation (2 - 10), nous proposons une déformation représentative (ε_{rp}) :

$$\varepsilon = \frac{1}{3} \ln\left(\frac{l_{(t)}}{l_0}\right)^3 \quad (2 - 10)$$

$$\boxed{\varepsilon_{rp} = \frac{1}{3} \ln\left(\frac{V_{(t)}}{V_0}\right)} \quad (2 - 11)$$

Pendant la phase de fluage et conformément aux paramètres présentés Figure 2 - 28 la définition de la déformation représentative proposée s'écrit :

$$\varepsilon_{rp} = \frac{1}{3} \ln\left(\frac{V_{(t)}^F}{V_0^F}\right) \quad (2 - 12)$$

où $V_{(t)}^F$ correspond au volume du contact vrai en fonction du temps de fluage (t_F) et V_0^F correspond au volume du contact vrai à $t_F = 0.5s$. Quand $t_F = 0$ s, ε_{rp} est égale à 0 et quand t_F tend vers $+\infty$, ε_{rp} tend vers $+\infty$.

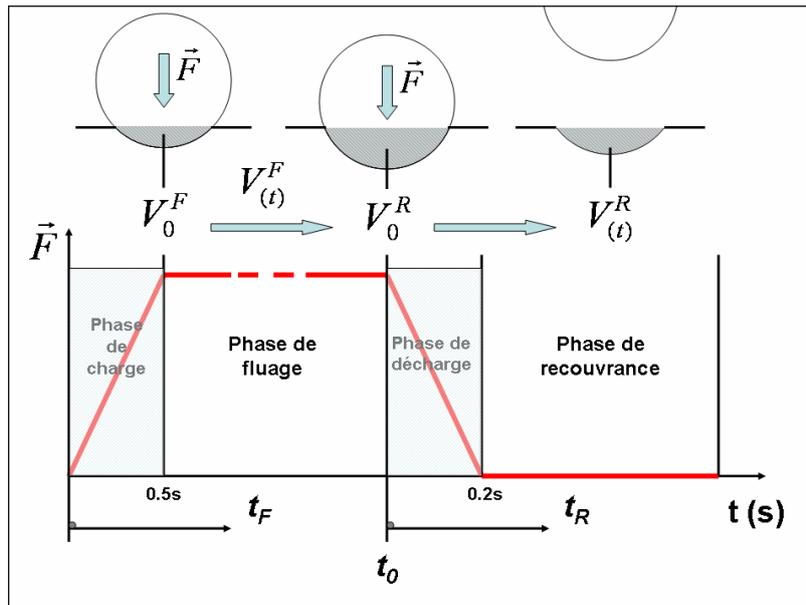


Figure 2 - 28 : Paramètres utilisés dans la définition de la déformation représentative proposée

Pendant la phase de recouvrance et conformément aux paramètres présentés Figure 2 - 28 la définition de la déformation représentative proposée s'écrit :

$$\varepsilon_{rp} = \frac{1}{3} \ln \left(\frac{V(t)^R}{V_0^R} \right) \quad (2 - 13)$$

Pour la phase de recouvrance, $V(t)^R$ correspond au volume de l'empreinte résiduelle en fonction du temps de recouvrance (t_R) et V_0^R correspond au volume du contact vrai en fin du temps de fluage (t_0). Quand $t_R = 0$ s, ε_{rp} est égale à 0 et quand t_R tend vers $+\infty$, ε_{rp} tend vers $-\infty$ dans le cas d'un comportement purement viscoélastique. Néanmoins lorsque la déformation représentative proposée est égale à -1.2, correspondant à un rapport $V(t)^R/V_0^R$ égal à 2.7%, l'empreinte résiduelle est considérée comme complètement cicatrisée. La Figure 2 - 29 illustre que, dans le cas d'un contact plus ou moins plastique, la déformation représentative proposée tendra vers un palier compris entre 0 et -1.2.

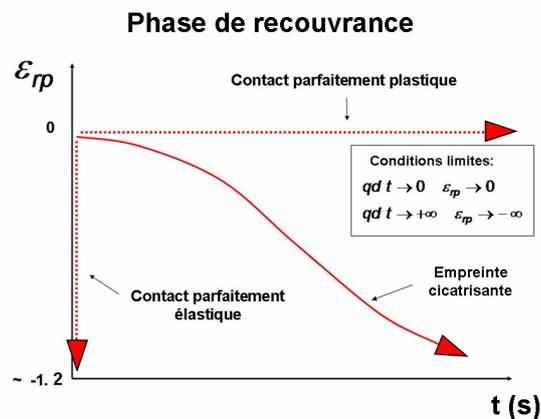


Figure 2 - 29 : Illustration des conditions aux limites de la définition de la déformation représentative proposée pendant la phase de recouvrance

2.5. Essai de rayure

L'analyse du retour viscoélastique d'un sillon obtenu lors d'un essai de rayure est également abordée dans ce manuscrit. Les expériences qui permettent cette analyse ont été réalisées sur le même dispositif expérimental que celui utilisé pour les essais de microindentation. Les spécificités de la procédure expérimentale utilisée ainsi que la gestion du coefficient de frottement local sont présentés ici.

2.5.1. Procédure expérimentale

Lors de la phase de rayure, l'indenteur sphérique de rayon $R = 400 \mu\text{m}$ est appliqué sur la surface du polymère pour différentes vitesses de rayure V ($1 \mu\text{m/s}$, $10 \mu\text{m/s}$, $100 \mu\text{m/s}$) et différents rapports a/R (0.2 , 0.25 , 0.3). La visualisation *in-situ* du contact glissant permet la mesure du rayon de contact (a) pendant le temps de rayure (t_s). L'indenteur est ensuite retiré et une lame de verre est glissée sur l'échantillon de la même manière que lors des essais de microindentation. L'observation des franges d'interférence, Figure 2 - 30, permet d'obtenir l'évolution de la profondeur du sillon résiduel (h) en fonction du temps de recouvreance (t_R).

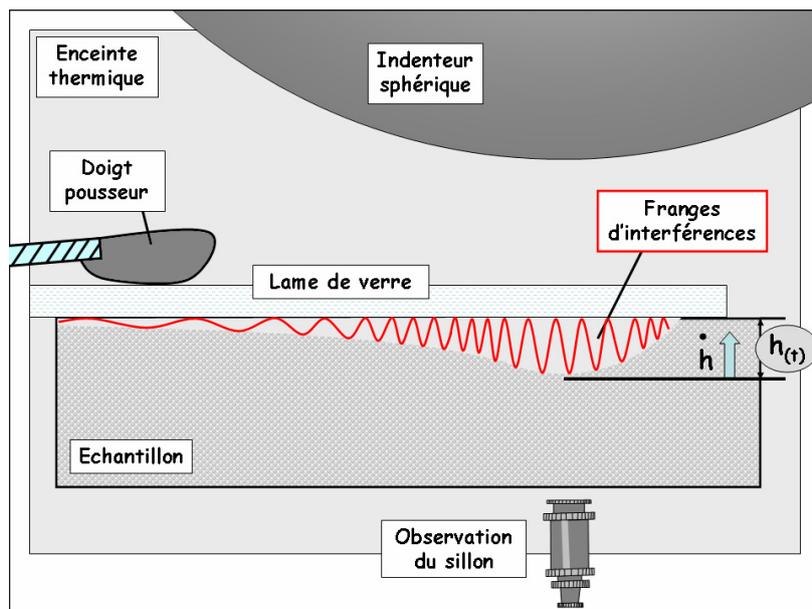


Figure 2 - 30 : Phase de recouvreance - Description des paramètres expérimentaux et du procédé d'interférométrie lors d'un essai de rayure

La Figure 2 - 31 présente les images obtenues pour la phase de rayure et pour la phase de recouvreance pour différents temps de rayure (t_s) et différents temps de recouvreance (t_R).

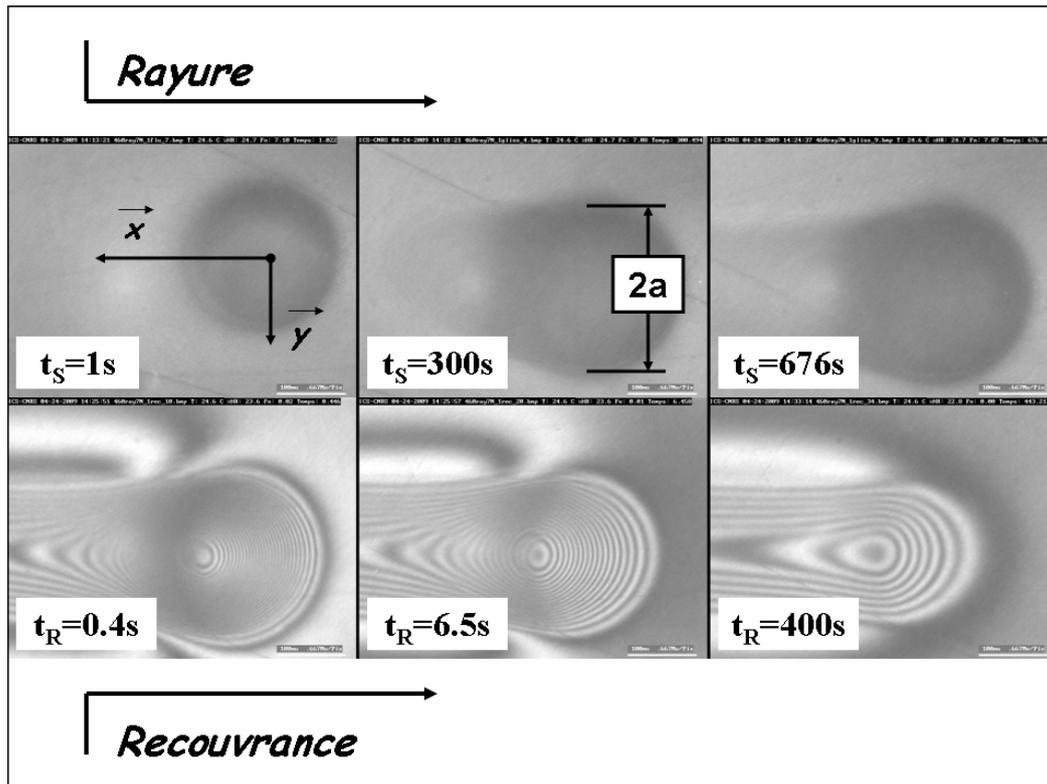


Figure 2 - 31 : Phase de rayure et de recouvrance - Evolution du contact glissant en fonction du temps de rayure et évolution de l'empreinte résiduelle en fonction du temps de recouvrance d'une surface de PMMA lors d'un essai de rayure ($R = 400 \mu\text{m}$; $F_N = 7 \text{ N}$; $a/R = 0.3$; $T = 25 \text{ }^\circ\text{C}$; $V = 1 \mu\text{m/s}$;

$$\mu_{loc} = 0.15)$$

La Figure 2 - 31 illustre bien que pour chaque image obtenue lors de la phase de recouvrance, la position d'une frange est associée à un temps propre lié à la vitesse de rayure et à sa position x . En tenant compte du temps de recouvrance propre à chaque image ($t_{R \text{ image}}$), le temps correspondant à une frange visible sur une image, pour $x > 0$, s'écrit :

$$t_{frange} = \frac{x}{V_{rayure}} + t_{R \text{ image}} \quad (2 - 14)$$

La recouvrance du sillon résiduel et du profil radial de la rayure peut être caractérisée en fonction du temps recouvrance.

Lors d'un essai de microindentation, il est montré Figure 2 - 24 présentée en section 2.4.3.4., que le coefficient de frottement local a une faible influence sur les résultats obtenus. Lors d'un contact glissant, le frottement local a une influence plus importante.

2.5.2. Procédure de contrôle du frottement interfacial en rayure

Différentes études, parmi lesquelles celle de Pelletier *et Al.* [71] montrent que le coefficient de frottement local lors d'une rayure influence fortement les résultats obtenus. A partir du modèle développé dans l'étude de Lafaye *et Al.* [72], le coefficient de frottement local (μ_{loc}) entre l'indenteur et la surface d'un polymère amorphe peut être obtenu. Différents procédés de surface sont réalisés pour permettre l'obtention de plusieurs coefficients de frottement local et

en vérifier l'influence sur le retour viscoélastique d'un sillon. La première surface de PMMA est recouverte d'une couche nanométrique de poly(tétrafluoroéthylène) (PTFE). La seconde surface est dite "brute", le film de protection de l'échantillon étant simplement retiré. La troisième surface est nettoyée avec de l'éthanol (EtOH). Neuf essais sont réalisés sur chaque surface obtenue (trois vitesses de glissement V ($1 \mu\text{m/s}$, $10 \mu\text{m/s}$, $100 \mu\text{m/s}$) et trois rapports a/R (0.2 , 0.25 , 0.3)). Les frottements locaux obtenus lors de ces essais sont présentés Figure 2 - 32.

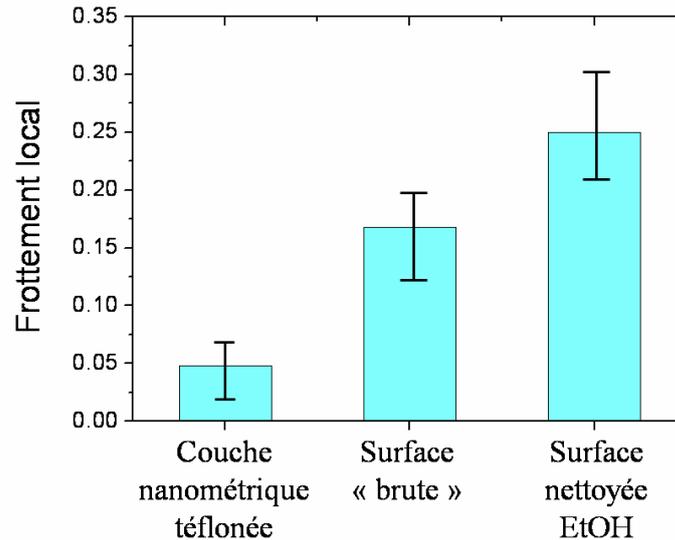


Figure 2 - 32 : Frottements obtenus à l'aide des différents procédés de préparation des surfaces ($T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$; $V = 1 \mu\text{m/s}$, $10 \mu\text{m/s}$, $100 \mu\text{m/s}$; $a/R = 0.2$, 0.25 , 0.3)

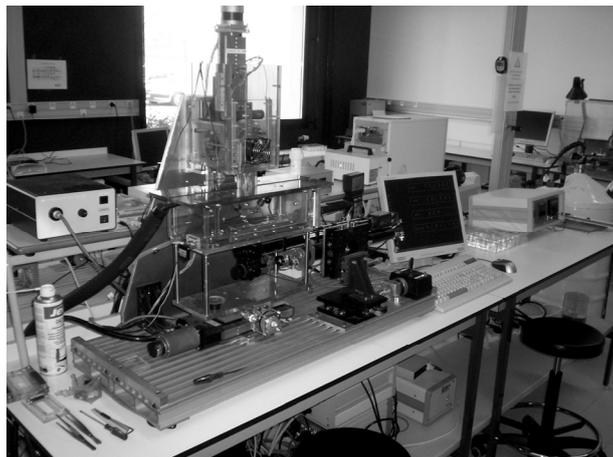
Ces résultats valident le procédé expérimental proposé. L'obtention de trois niveaux de frottement local permettra l'étude de l'influence du coefficient de frottement interfacial sur le retour viscoélastique d'un sillon lors d'une rayure.

2.6. Conclusion

Le MicroVisioScratch® adapté à un essai de microindentation présenté ici permet l'étude de la viscoélasticité des contacts et empreintes résiduelles à la surface d'un polymère amorphe, le PMMA. L'étude préliminaire concernant les indenteurs non-sphériques a montré les difficultés d'analyse des empreintes réalisées. Les résultats présentés concernant un indenteur sphérique montre qu'il est possible d'utiliser ce type d'indenteur dans l'étude du fluage de contact et de la recouvrance des empreintes. La répétitivité des essais réalisés, le caractère adimensionnel du comportement viscoélastique du PMMA en surface (à l'échelle de notre étude) ainsi que la validation globale du procédé expérimental utilisé dans le cadre de cette thèse ont été démontrés.

Pour terminer le MicroVisioScratch® permet également l'étude du retour viscoélastique d'un sillon obtenu lors d'une rayure. Le frottement interfacial est un paramètre supplémentaire qu'il est possible, dans une certaine mesure, de contrôler.

3. Fluage du contact et recouvrance des empreintes - Une étude expérimentale



La vérité recule, mais le savant avance.
Henri Poincaré (1854 – 1912)

Chapitre 3 : Fluage du contact et recouvrance des empreintes – Une étude expérimentale

3.1. Introduction.....	78
3.2. Influence de la température	79
3.2.1. Phase de fluage.....	79
3.2.2. Calcul de l'énergie et du volume d'activation.....	80
3.2.3. Phase de recouvrance	81
3.2.4. Discussions et interprétations.....	83
3.3. Influence de la déformation moyenne initiale	84
3.3.1. Phase de fluage.....	84
3.3.2. Analyse.....	85
3.3.2.1. Modèle de Lee et Radok	85
3.3.2.2. Résultats.....	85
3.3.3. Phase de recouvrance	86
3.3.4. Discussions et interprétations.....	87
3.4. Influence du temps d'application de charge.....	87
3.4.1. Phase de fluage.....	87
3.4.2. Phase de recouvrance	88
3.4.3. Discussions et interprétations.....	90
3.5. Conclusion	90

3.1. Introduction

Le chapitre précédent montre qu'il est possible d'étudier le comportement viscoélastique du PMMA soumis à un essai de microindentation. Le fluage du contact lors d'une indentation et la cicatrisation de l'empreinte résiduelle lors de la phase de recouvrance sont étudiés ici. Présentée en section 2.4.5, le fluage et la recouvrance sont décrits à partir de la déformation représentative proposée :

$$\varepsilon_{rp} = \frac{1}{3} \ln\left(\frac{V(t)}{V_0}\right) \quad (3-1)$$

Les paramètres d'études sont la température, la déformation moyenne initiale appliquée définie par Tabor [33] et le temps de maintien en charge. La déformation moyenne initiale, présentée en section 1.3.1.4 s'écrit :

$$\langle \varepsilon \rangle = 0.2 \frac{a}{R} \quad (3-2)$$

L'identification de la linéarité ou de la non linéarité du comportement viscoélastique du matériau étudié est posée ici. Classiquement, la construction des courbes isochrones permet de différencier avec précision un comportement linéaire d'un comportement non linéaire. La Figure 3- 1 présente les courbes obtenues à partir d'essais de relaxation réalisés à une température de 30 °C. Les courbes contrainte / déformation sont tracées pour différents temps de maintien en déformation.

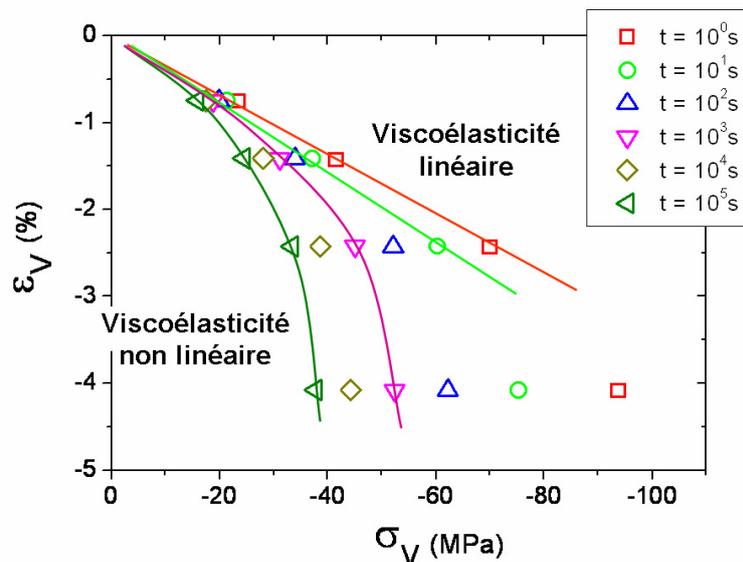


Figure 3 - 1 : Courbes isochrones – Essais de relaxation uniaxial en compression pour différentes déformations vraies appliquées (0.75%, 1.4%, 2.4% et 4%) ($T = 30$ °C)

Les courbes correspondant à une déformation vraie appliquée comprise entre 0.75% et 2.4% valident le comportement viscoélastique linéaire tant que les temps d'application sont inférieurs à 10^3 s. Le comportement est viscoélastique non linéaire pour les temps d'application de charge important et/ou une déformation vraie appliquée supérieure à 3%.

Le domaine du comportement viscoélastique linéaire lors du fluage de contact est plus difficile à cerner. Lors d'un essai d'indentation d'une sphère sur un plan, la contrainte appliquée diminue avec le temps tandis que la déformation augmente avec le temps ce qui complique la construction des courbes isochrones.

Trois parties composent ce chapitre. La première présente l'influence de la température pour deux déformations initiales imposées et un temps de maintien en charge. La seconde présente l'influence de la déformation initiale imposée pour une température et un temps de maintien en charge. La troisième partie concerne l'influence du temps de maintien en charge pour trois déformations moyennes initiales.

3.2. Influence de la température

3.2.1. Phase de fluage

La Figure 3 - 2 présente l'évolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de fluage pour différentes températures et une déformation moyenne initiale égale à 2%. Les forces normales appliquées pour obtenir la déformation moyenne initiale pour les différentes températures sont également présentées.

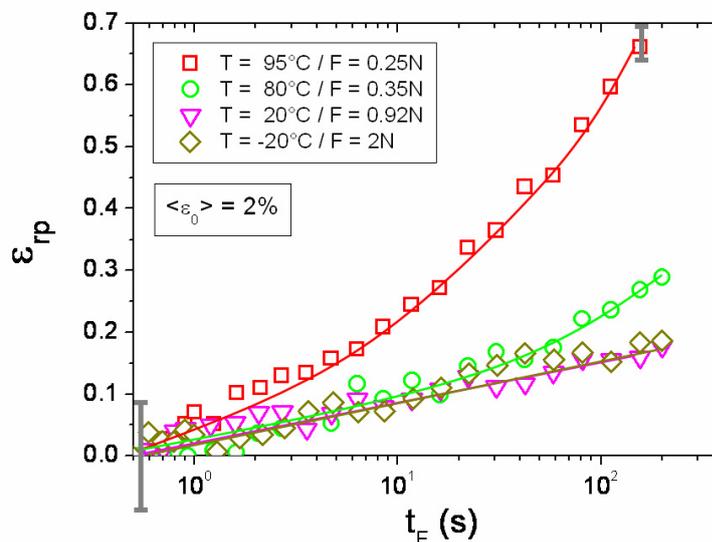


Figure 3 - 2 : Phase de fluage - Evolution de la déformation représentative en fonction du temps de fluage pour différentes températures ($\langle \epsilon_0 \rangle = 2\%$, $t_0 = 200$ s , $R = 400$ μ m)

On observe que la déformation représentative proposée augmente avec le temps. L'erreur de mesure décroît à mesure que la taille du contact augmente. Les barres d'erreurs, présentées ici, correspondent à une erreur de l'ordre de ± 3 pixels au début de l'essai et une erreur de l'ordre de ± 1 pixel à partir de 200s de temps de maintien en charge. Les courbes correspondant aux deux températures les plus faibles se superposent. A partir de la température de 80 °C, les courbes ne se superposent plus. Une non linéarité est observée pour les courbes correspondant aux deux températures les plus élevées. Pour la température égale à 80 °C, la non linéarité apparaît pour un temps de maintien en charge égal à 60 s. La Figure 3 - 3 présente l'évolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de fluage pour différentes températures et une déformation moyenne initiale égale à 4%.

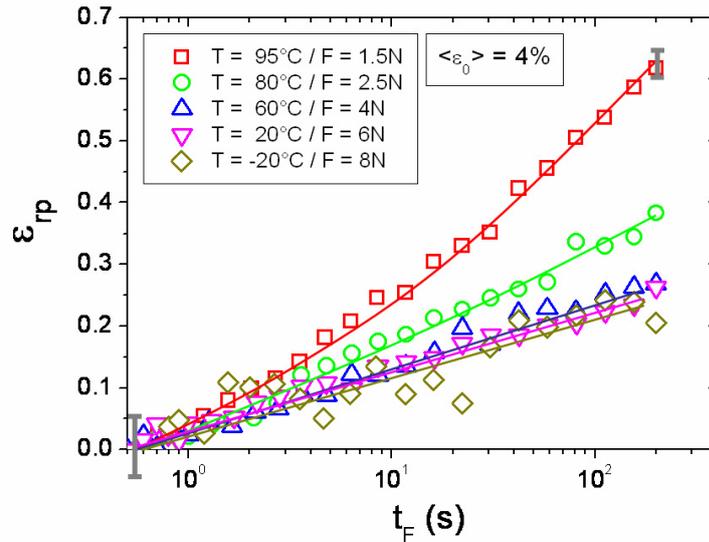


Figure 3 - 3 : Phase de fluage - Evolution de la déformation représentative en fonction du temps de fluage pour différentes températures ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $t_0 = 200$ s, $R = 400$ μm)

La barre d'erreur correspondant au début de l'essai est plus faible que lors de l'essai réalisé pour une déformation moyenne initiale égale à 2%, en effet la taille du contact à t_0 est plus importante. On observe que les courbes correspondant aux trois températures les plus faibles se superposent. A partir de la température de 80 °C, les courbes ne se superposent plus. Une non linéarité est observée pour les courbes correspondant aux deux températures les plus élevées. Pour la température égale à 80 °C, la non linéarité apparaît pour un temps de maintien en charge égal à 5 s. A partir de ces résultats obtenus, il est possible de calculer l'énergie d'activation et le volume d'activation du PMMA.

3.2.2. Calcul de l'énergie et du volume d'activation

Présenté en section 1.2.3.3, l'équation de Eyring (1 - 34), appliquée dans le cadre de l'équivalence temps / température des polymères, permet d'obtenir l'énergie d'activation et le volume d'activation. A partir des résultats présentés Figure 3 - 3, la vitesse de déformation représentative peut être décrite. Il s'agit de la dérivée par rapport au temps de la déformation représentative proposée :

$$\dot{\varepsilon}_{rp} = \frac{d\varepsilon_{rp}}{dt} \quad (3 - 3)$$

La Figure 3 - 4 présente l'évolution de la pression moyenne de contact normée par la température en fonction de la vitesse de déformation représentative écrite équation (3 - 3) pour différentes températures et une déformation moyenne initiale égale à 4%.

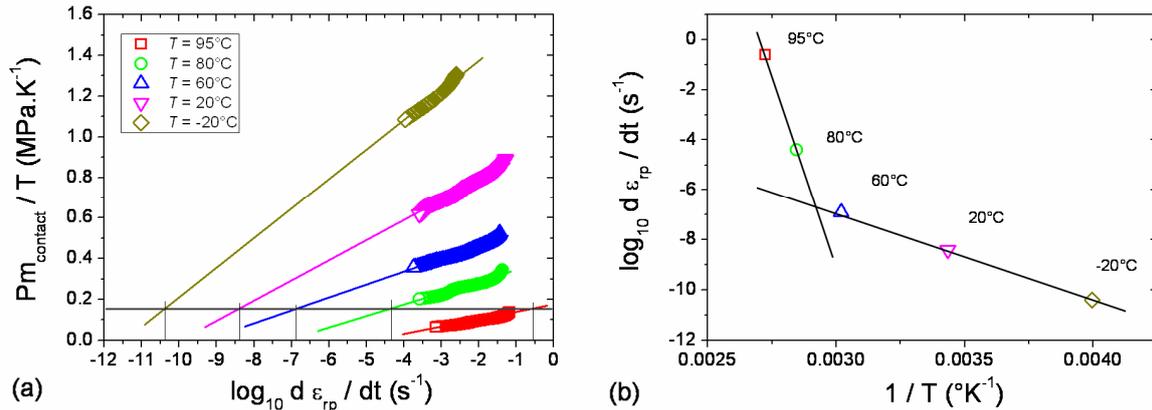


Figure 3 - 4 : Phase de fluage – (a) Evolution de la pression moyenne de contact normée par la température en fonction du log de la vitesse de la déformation représentative proposée et (b) évolution du log de la vitesse de la déformation représentative proposée en fonction de l'inverse de la température exprimée en Kelvin ($\langle \epsilon_0 \rangle = 4\%$, $t_0 = 200$ s, $R = 400$ μm)

Les méthodes d'obtention de l'énergie d'activation et du volume d'activation [15, 17], utilisées dans le cadre de l'analyse d'une rayure [63], sont appliquées à ces essais de microindentation. Pour les températures de -20 °C à 20 °C, proche de la température de transition β , les valeurs obtenues sont les suivantes :

$$E_a = 119.5 \text{ kJ/mol} ; V_a^* = 0.27 \text{ nm}^3$$

Pour les températures de 80°C à 95°C, c'est-à-dire proche de la température de transition α , les valeurs obtenues sont les suivantes :

$$E_a = 590 \text{ kJ/mol} ; V_a^* = 0.74 \text{ nm}^3$$

Ces résultats sont discutés en section 3.2.4.

3.2.3. Phase de recouvrance

La Figure 3 - 5 présente l'évolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de recouvrance pour différentes températures, une déformation moyenne initiale égale à 2% et un temps de maintien en charge égal à 200 s. On observe que la déformation représentative diminue avec le temps de recouvrance. Les courbes correspondant aux deux températures les plus faibles se superposent et admettent une cicatrisation complète. Les courbes correspondant aux températures les plus élevées ont un comportement non linéaire lors de la phase de recouvrance. La courbe correspondant à une température de 80 °C présente néanmoins une cicatrisation complète. Une empreinte résiduelle est obtenue pour la température d'essai égale à 95 °C. Le post traitement ne peut être réalisé pour les premiers instants de l'essai réalisé à la température de 95 °C car les franges d'interférence, trop serrées, ne peuvent être comptées.

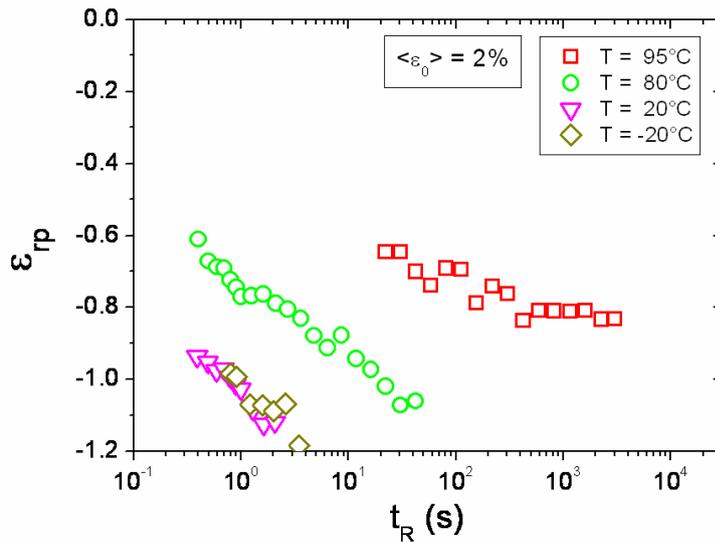


Figure 3 - 5 : Phase de recouvrance – Evolution de la déformation représentative en fonction du temps de recouvrance pour différentes températures ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 2\%$, $t_0 = 200$ s, $R = 400$ μm)

La Figure 3 - 6 présente l'évolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de recouvrance pour différentes températures, une déformation moyenne initiale égale à 4% et un temps de maintien en charge lors de la phase de fluage égal à 200 s.

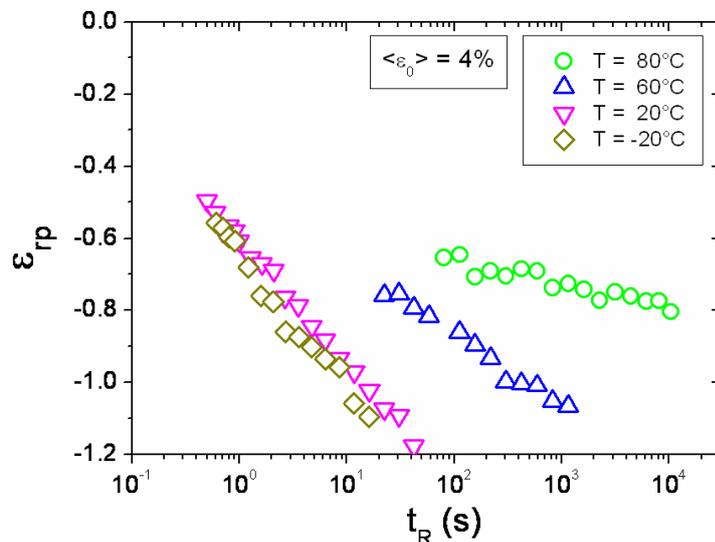


Figure 3 - 6 : Phase de recouvrance – Evolution de la déformation représentative en fonction du temps de recouvrance pour différentes températures ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $t_0 = 200$ s, $R = 400$ μm)

On observe que pour les deux températures les plus faibles, les courbes se superposent. A partir de la température d'essai de 60 °C, les courbes ne se superposent plus et indiquent un comportement viscoélastique non linéaire lors de la recouvrance. Une déformation permanente est observée pour la courbe correspondant à la température de 80 °C. L'empreinte obtenue lors de l'essai réalisé à une température de 95 °C ne peut pas être analysé. Les franges d'interférence sont trop serrées pour être comptées malgré une durée d'observation de 10^4 s lors de la phase de recouvrance.

3.2.4. Discussions et interprétations

Lors de la phase de fluage, la non linéarité du contact viscoélastique d'un indenteur sphérique sur une surface de PMMA est démontrée. La non linéarité géométrique, due à l'indenteur sphérique utilisé, ne peut expliquer la totalité du comportement non linéaire observé Figure 3 - 2 et Figure 3 - 3. Les valeurs des déformations moyennes définies par Tabor relevées à la fin du temps de maintien en charge pour une déformation moyenne initiale égale à 4% sont présentées Table 3 - 1. Compte tenu des valeurs obtenues pour les températures les plus élevées, la non linéarité observée est probablement une non linéarité matériau. En effet, la recouvrance des essais, dont le comportement est non linéaire lors de la phase de fluage, montre une non linéarité à la cicatrisation. Une déformation permanente est obtenue pour les température les plus élevées indiquant que de la plasticité s'est développée dans le volume de matière déformé. Cette plasticité est apparue avec le temps, il s'agit de viscoplasticité. La non linéarité observée lors de la phase de fluage peut donc être considéré comme une non linéarité matériau.

Temperature	$\langle \varepsilon \rangle$ at t_0
95°	6%
80°	5.4%
60°	5%
20°	4.6%
-20°	4.4%

Table 3 - 1 : Valeurs de la déformation moyenne de Tabor à la fin du temps de maintien en charge pour différentes températures ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $t_0 = 200$ s, $R = 400$ μm)

Le comportement viscoélastique du PMMA est thermiquement activé. Les valeurs obtenues lors du calcul de l'énergie d'activation et du volume d'activation pour les températures comprises entre -20 °C et 20 °C, c'est-à-dire proche de la température de transition β , sont en adéquation avec les valeurs de la littérature pour du PMMA [19]. A une température de 20 °C, Lefebvre *et Al.* obtiennent les valeurs suivantes,

$$E_a = 80 \text{ kJ/mol}$$

$$V_a^* = 0.22 \text{ nm}^3$$

Pour les températures comprises entre 80 °C et 95 °C, c'est-à-dire proches de la transition α du PMMA, la valeur obtenue pour l'énergie d'activation surestime la valeur communément admise pour une température. En effet, McCrum *et Al* [73]. obtiennent la valeur suivante concernant l'énergie d'activation :

$$E_a = 400 \text{ kJ/mol}$$

Lorsque l'essai est trop proche de la transition α , la non linéarité du comportement viscoélastique relevée ainsi que l'apparition de plasticité dans le volume déformé modifie les mécanismes de déformation et peut expliquer la différence relevée. Néanmoins, il est possible de considérer que le paramètre d'analyse proposé ici reste pertinent pour décrire la viscoélasticité d'un contact sphère / plan.

La recouvrance des empreintes résiduelles, présentée Figure 3 - 5 et Figure 3 - 6, montre qu'il est possible d'obtenir une cicatrisation complète de l'empreinte malgré l'observation d'un comportement non linéaire. De plus, ces résultats montrent qu'il est possible de prédire le comportement non linéaire lors de la recouvrance à partir de l'observation d'un comportement

non linéaire lors de la phase de fluage. Néanmoins, l'observation d'un comportement non linéaire lors de la phase de recouvrance n'indique pas forcément que la non linéarité soit obtenue lors de la phase de fluage, comme le montre la courbe correspondant à une température égale à 60 °C sur la Figure 3 - 6.

Ce dernier point montre l'importance de l'analyse de la recouvrance dans la compréhension des phénomènes en jeu lors de la phase de fluage. Pour illustrer ceci des essais complémentaires sont réalisés à température identique pour différentes déformations moyennes initiales imposées. Les résultats seront confrontés à un modèle viscoélastique de contact sphère / plan.

3.3. Influence de la déformation moyenne initiale

3.3.1. Phase de fluage

La Figure 3 - 7 présente l'évolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de fluage pour différentes déformations moyennes initiales imposées et une température de 30 °C.

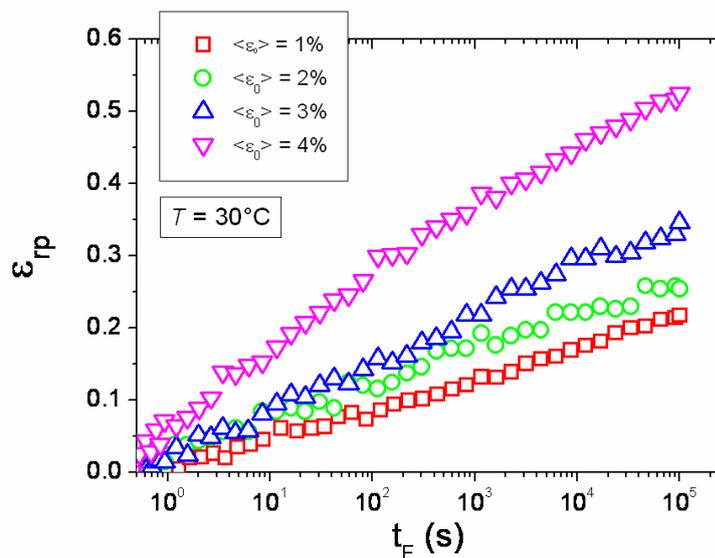


Figure 3 - 7 : Phase de fluage – Evolution de la déformation représentative en fonction du temps de fluage pour différentes déformations moyennes initiales imposées ($t_0 = 10^5$ s ,
 $R = 400 \mu\text{m}$, $T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$)

On observe que la déformation représentative augmente avec le temps de fluage. Les courbes ne se superposent pas et lorsque la déformation moyenne initiale augmente, le fluage du contact est plus important. Une analyse à partir du modèle de Lee et Radok, permettant de décrire le comportement viscoélastique linéaire d'un contact, peut être réalisée.

3.3.2. Analyse

3.3.2.1. Modèle de Lee et Radok

Le modèle de Lee et Radok [60], présenté en section 1.3.4.1.2, est une description linéaire du comportement viscoélastique d'un contact sphère / plan. La fonction de complaisance, nécessaire à l'utilisation de ce modèle est obtenue à partir d'un essai de cisaillement en fluage et de l'équation (1 - 4). L'essai de cisaillement en fluage est réalisé sur l'échantillon présenté Figure 2 - 1 soumis à une contrainte constante et égale à 15 MPa. La valeur de la contrainte est choisie pour permettre l'obtention de la fonction de complaisance en fonction du temps dans le domaine de la viscoélasticité linéaire du matériau étudié. La Figure 3 - 8 présente l'évolution de la fonction de complaisance en fonction du temps de maintien en fluage pour une température de 30 °C et une contrainte appliquée de 15 MPa.

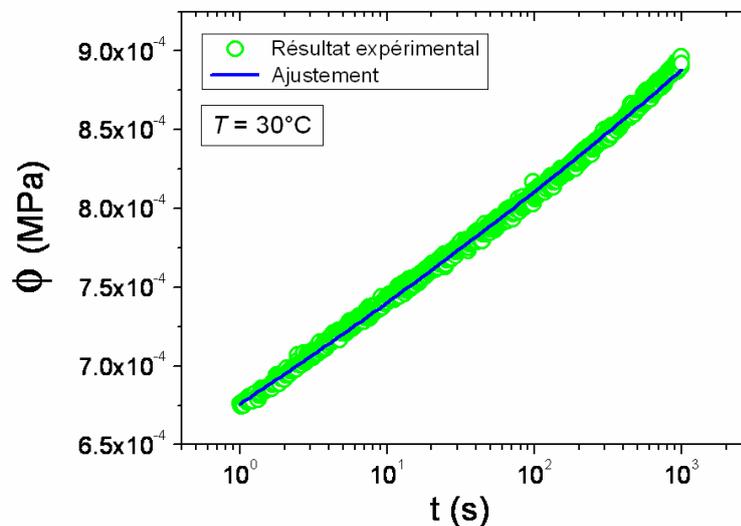


Figure 3 - 8 : Essai de cisaillement – Evolution de la fonction de complaisance en fluage en fonction du temps pour une contrainte appliquée de 15 MPa ($T = 30^\circ\text{C}$)

L'ajustement réalisé et intégré au modèle de Lee et Radok permet d'obtenir l'évolution du rayon d'un contact sphère / plan en fonction du temps de maintien en charge et de décrire l'évolution de la déformation représentative proposée.

3.3.2.2. Résultats

La Figure 3 - 9 présente l'évolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de fluage pour différentes déformations moyennes initiales et une température de 30 °C. La déformation moyenne initiale imposée n'a pas d'influence sur le résultat obtenu à l'aide du modèle de Lee et Radok. Les pointillés correspondent à l'extrapolation du résultat obtenu à l'aide du modèle. On observe que le modèle décrit bien la courbe correspondant à une déformation moyenne initiale égale à 1%. A partir d'une valeur égale à 2%, le modèle ne décrit plus correctement les résultats obtenus.

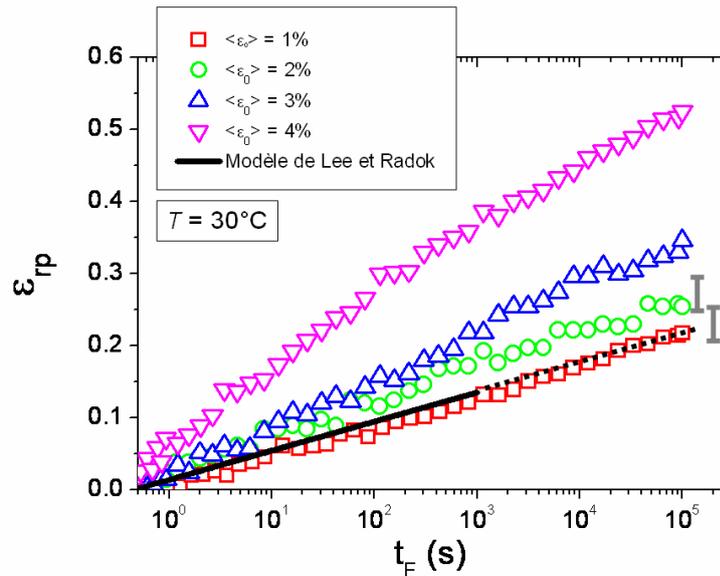


Figure 3 - 9 : Phase de fluage – Evolution de la déformation représentative en fonction du temps de fluage pour différentes déformations moyennes initiales imposées ($t_0 = 10^5$ s, $R = 400 \mu\text{m}$, $T = 30^\circ\text{C}$) – Comparaison avec le modèle de Lee et Radok [60]

3.3.3. Phase de recouvrance

La Figure 3 - 10 présente l'évolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de recouvrance pour différentes déformations moyennes initiales imposées lors de la phase de fluage, une température de 30°C et un temps de maintien en charge égal à 10^5 s.

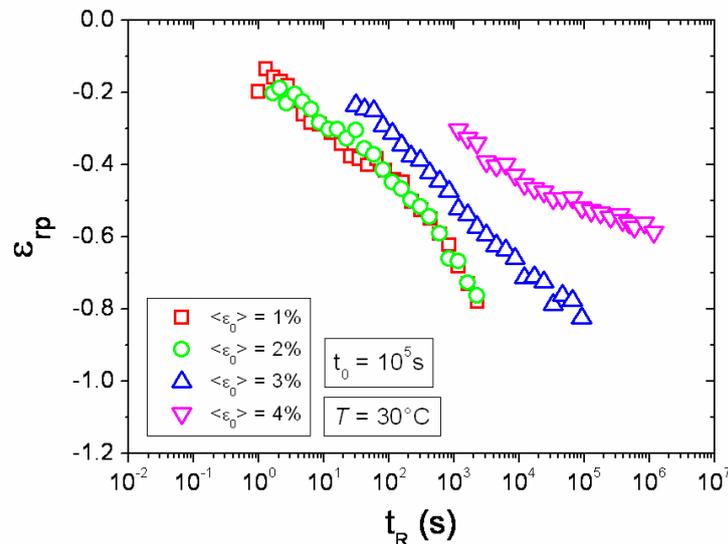


Figure 3 - 10 : Phase de recouvrance – Evolution de la déformation représentative en fonction du temps de recouvrance pour différentes déformations moyennes initiales imposées ($t_0 = 10^5$ s, $R = 400 \mu\text{m}$, $T = 30^\circ\text{C}$)

Les courbes, correspondant aux deux déformations moyennes initiales les plus faibles, sont superposées. A partir d'une valeur égale à 3%, les courbes ne se superposent plus. Une

déformation permanente est obtenue pour les deux courbes correspondant au deux déformations moyennes initiales les plus élevées.

3.3.4. Discussions et interprétations

Lors de la phase de fluage, le comportement viscoélastique du contact dépend de la déformation moyenne initiale imposée. L'utilisation du modèle de Lee et Radok montre qu'il est possible de considérer que, lorsque la déformation moyenne initiale est supérieure à une valeur de 2% le comportement viscoélastique d'un contact sphère / plan est non linéaire. Cette valeur de 2% semble tout à fait licite : en effet il est très probable que des volumes de matière sous le contact soient soumis à des déformations plus importantes et pour lesquelles la viscoélasticité linéaire ne s'applique plus.

Il est intéressant de constater qu'en phase de recouvrance, les évolutions des empreintes dont la déformation moyenne initiale lors de la phase de fluage est inférieure à 2% sont superposées. Cela permet de confirmer que le seuil du fluage linéaire est bien situé entre 1% et 2% de déformation moyenne initiale.

Par contre, la non linéarité du comportement viscoélastique du PMMA est classiquement retrouvée pour les courbes correspondant aux deux déformations moyennes initiales les plus élevées. Ces courbes montrent qu'une déformation permanente est obtenue. De la viscoplasticité est apparue sous le contact.

L'utilisation du modèle de Lee et Radok permet de prédire le caractère non linéaire du comportement viscoélastique du PMMA lors de la recouvrance dès que les valeurs de 1% à 2% de déformation moyenne initiale lors de la phase de fluage sont dépassées. L'influence du temps d'application de charge doit permettre de vérifier que le comportement est bien non linéaire pour les déformations moyennes appliquées plus élevées.

3.4. Influence du temps d'application de charge

3.4.1. Phase de fluage

La Figure 3 - 11 présente (a) l'évolution de la déformation représentative proposée et (b) l'évolution de la pression moyenne de contact en fonction du temps de fluage pour différents temps d'application de la charge, une déformation moyenne initiale égale à 4% et une température de 30 °C.

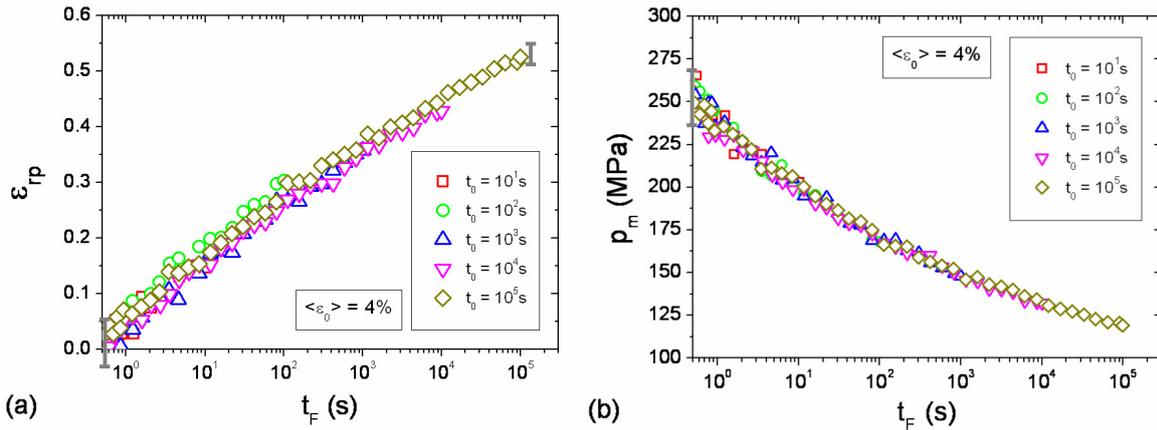


Figure 3 - 11 : Phase de fluage – (a) Evolution de la déformation représentative et (b) évolution de la pression moyenne de contact en fonction du temps de fluage pour différents temps de maintien en fluage ($\langle \epsilon_0 \rangle = 4\%$, $R = 400 \mu\text{m}$, $T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$)

On observe que les courbes se superposent normalement. Les résultats présentés Figure 3 - 9 montrent que le comportement obtenu ici est un comportement non linéaire (car non décrit par le modèle de Lee et Radok) et semble être à l'origine d'une non linéarité obtenue lors de la recouvrance. La pression moyenne de contact diminue avec le temps de maintien en charge. L'étude de la recouvrance des essais menés pour trois déformations moyennes initiales appliquées et différents temps d'application de charge doit permettre de valider cette hypothèse.

3.4.2. Phase de recouvrance

Les Figure 3 - 12, Figure 3 - 13 et Figure 3 - 14 présentent l'évolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de recouvrance pour différents temps de maintien en charge, trois déformations moyennes initiales et une température de 30 °C.

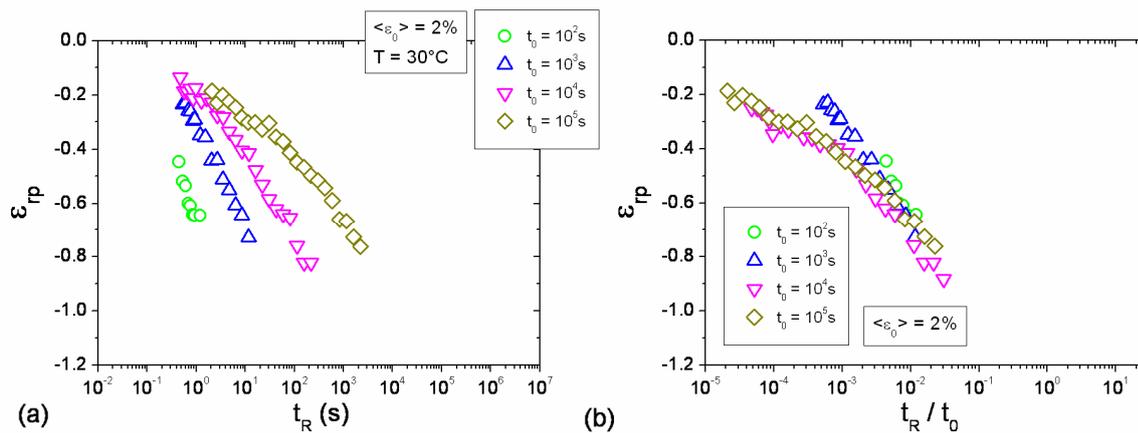


Figure 3 - 12 : Phase de recouvrance – Evolution de la déformation représentative en fonction (a) du temps de recouvrance et (b) du temps de recouvrance normé par le temps de maintien en charge pour différents temps de maintien en fluage ($\langle \epsilon_0 \rangle = 2\%$, $R = 400 \mu\text{m}$, $T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$)

La cicatrization des empreintes obtenues lors des essais réalisés pour une déformation moyenne initiale égale à 2%, Figure 3 - 12, est obtenue pour tous les temps d'application de charge différents. Les empreintes cicatrissent complètement. On observe également que les

courbes ont des évolutions semblables, parallèles et décalées d'une décade pour chaque temps d'application de charge différent. La cicatrisation est réalisée complètement avec un temps de recouvrance 100 fois plus rapide que le temps d'application de la charge réalisé lors de la phase de fluage. Lorsque le temps de recouvrance est normé par le temps d'application de la charge (t_0), les courbes se superposent correctement.

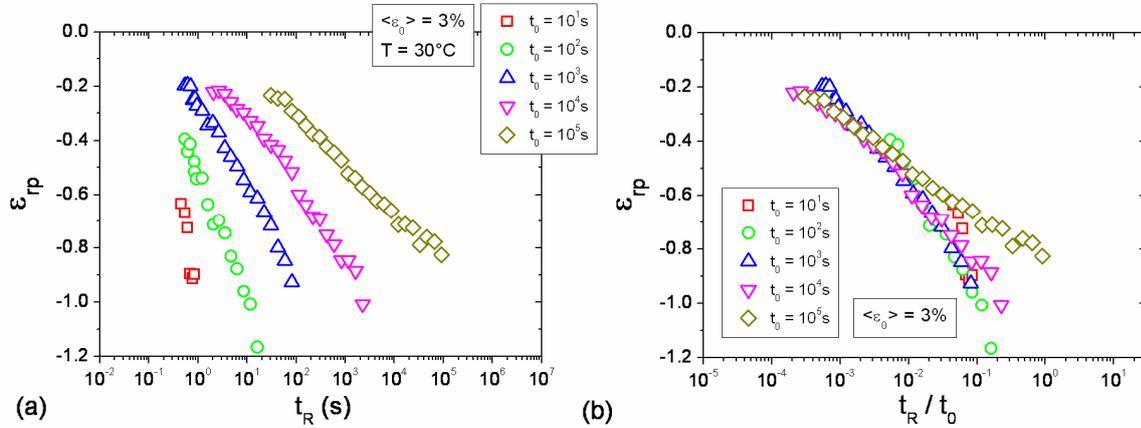


Figure 3 - 13 : Phase de recouvrance – Evolution de la déformation représentative en fonction (a) du temps de recouvrance et (b) du temps de recouvrance normé par le temps de maintien en charge pour différents temps de maintien en fluage ($\langle \epsilon_0 \rangle = 3\%$, $R = 400 \mu\text{m}$, $T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$)

Lorsque la déformation moyenne initiale est égale à 3%, on observe que les courbes admettent également une cicatrisation complète hormis pour la courbe obtenue pour un temps d'application de charge égal à 10^5 s. Pour les quatre temps d'application de charge les plus faibles, les évolutions des courbes sont parallèles, décalées d'une décade. La cicatrisation est complète pour un temps de recouvrance sensiblement égal au temps de maintien en charge. Lorsque le temps de recouvrance est normé par le temps d'application de la charge (t_0), les courbes commencent à former un faisceau divergeant.

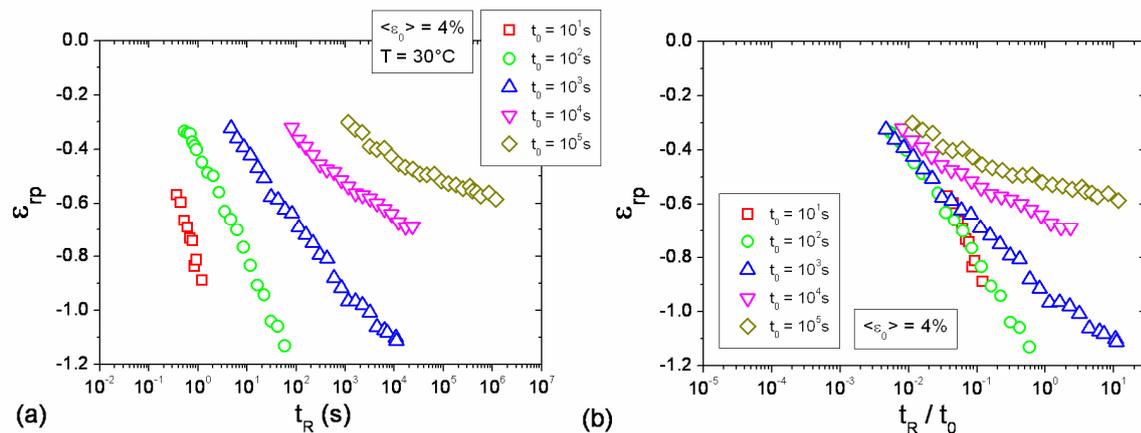


Figure 3 - 14 : Phase de recouvrance – Evolution de la déformation représentative en fonction (a) du temps de recouvrance et (b) du temps de recouvrance normé par le temps de maintien en charge pour différents temps de maintien en fluage ($\langle \epsilon_0 \rangle = 4\%$, $R = 400 \mu\text{m}$, $T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$)

On observe une cicatrisation complète des empreintes correspondant au trois temps de maintien en charge les plus faibles. A partir d'un temps d'application de charge égale à 10^3 s, on observe que l'évolution du retour viscoélastique n'est plus parallèle et devient non linéaire. Une déformation permanente est obtenue pour les deux temps d'application de charge les plus

élevés. L'influence du temps d'application de charge sur l'apparition d'une déformation permanente est claire dès lors que le temps est normé par le temps d'application de la charge.

3.4.3. Discussions et interprétations

Lors de la phase de fluage, pour une déformation moyenne initiale égale à 4% présentée Figure 3 - 11, les courbes se superposent et semblent avoir un comportement linéaire. L'utilisation du modèle de Lee et Radok, section 3.3.2.2 montre que pour une déformation moyenne initiale supérieure à 2%, le comportement viscoélastique est pourtant non linéaire. Les courbes obtenues lors de la recouvrance des essais réalisés pour une déformation moyenne initiale égale à 2% cicatrisent complètement quel que soit le temps de maintien en charge et valident l'utilisation du modèle de Lee et Radok pour identifier le seuil du comportement non linéaire à la recouvrance.

Néanmoins, les courbes obtenues lors de la recouvrance des essais réalisés pour des déformations moyennes égales à 3% et 4% montrent que le temps d'application de la charge joue un rôle prépondérant dans l'évolution du retour viscoélastique de l'empreinte. En effet, les Figure 3 - 13 et Figure 3 - 14 illustrent une recouvrance des empreintes résiduelles liée fortement au temps d'application de charge. Ces résultats montrent également qu'il est possible, lors de la phase de fluage, de considérer que le comportement viscoélastique est non linéaire sans que le comportement relevé en recouvrance le soit, comme le montrent les courbes correspondant à une déformation moyenne initiale égale à 4% pour les temps de maintien en charge les plus courts.

3.5. Conclusion

Les essais de fluage réalisés permettent de montrer trois types de comportement viscoélastique lors d'un essai de microindentation. Le premier est un comportement viscoélastique linéaire validé à l'aide de l'utilisation du modèle de Lee et Radok. Le second est un comportement viscoélastique non linéaire, identifié par son écart au modèle viscoélastique d'un contact, mais dont l'évolution est linéaire avec le logarithme du temps. Ces deux comportements permettent l'obtention de données physiques du matériau étudié telles que l'énergie d'activation et le volume d'activation. Le troisième comportement est un comportement non linéaire évoluant de manière non linéaire avec le logarithme du temps.

L'étude de la recouvrance des empreintes permet également d'obtenir des informations sur la cicatrisation d'une empreinte résiduelle. Lorsque la phase de fluage est linéaire, au sens du modèle de Lee et Radok, la recouvrance obtenue est linéaire, quel que soit le temps d'application de la charge. Pour un comportement non linéaire au sens du modèle de Lee et Radok, mais dont l'évolution est linéaire avec le logarithme du temps, il est possible d'obtenir une recouvrance linéaire, non linéaire avec une cicatrisation complète ou non linéaire avec la présence d'une déformation permanente selon le temps d'application de la charge. Enfin, lorsque le comportement obtenu lors de la phase de fluage est fortement non linéaire, c'est-à-dire visible de part l'allure des courbes obtenues, la recouvrance peut être non linéaire avec une cicatrisation complète ou non linéaire avec l'apparition d'une déformation permanente.

La Figure 3 - 16 présente un tableau récapitulatif des résultats présentés dans ce chapitre.

La construction des courbes isochrones à partir des essais de microindentation est possible à partir des résultats obtenus pour différentes déformations moyennes imposées. La Figure 3 - 15 présente la comparaison entre les courbes isochrones de contact et les courbes isochrones obtenues à partir d'essais de relaxation.

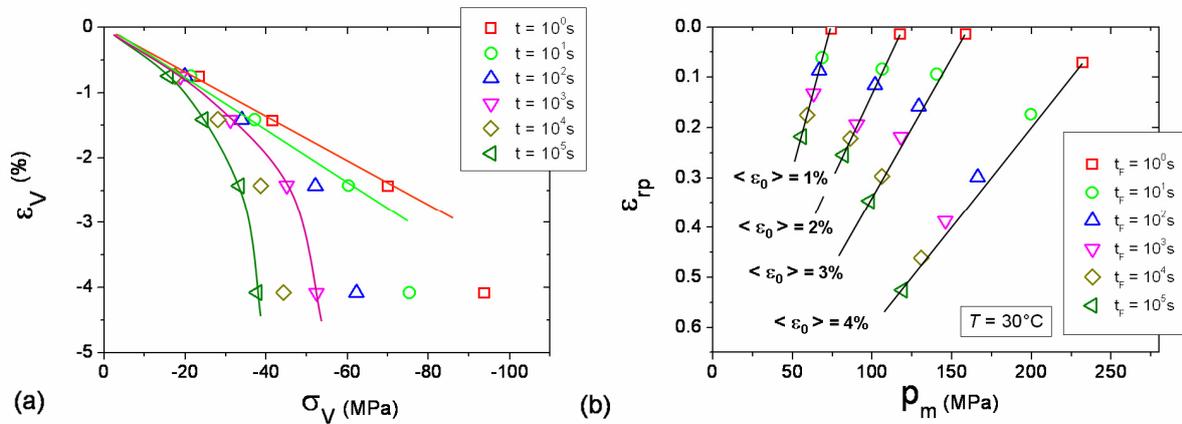
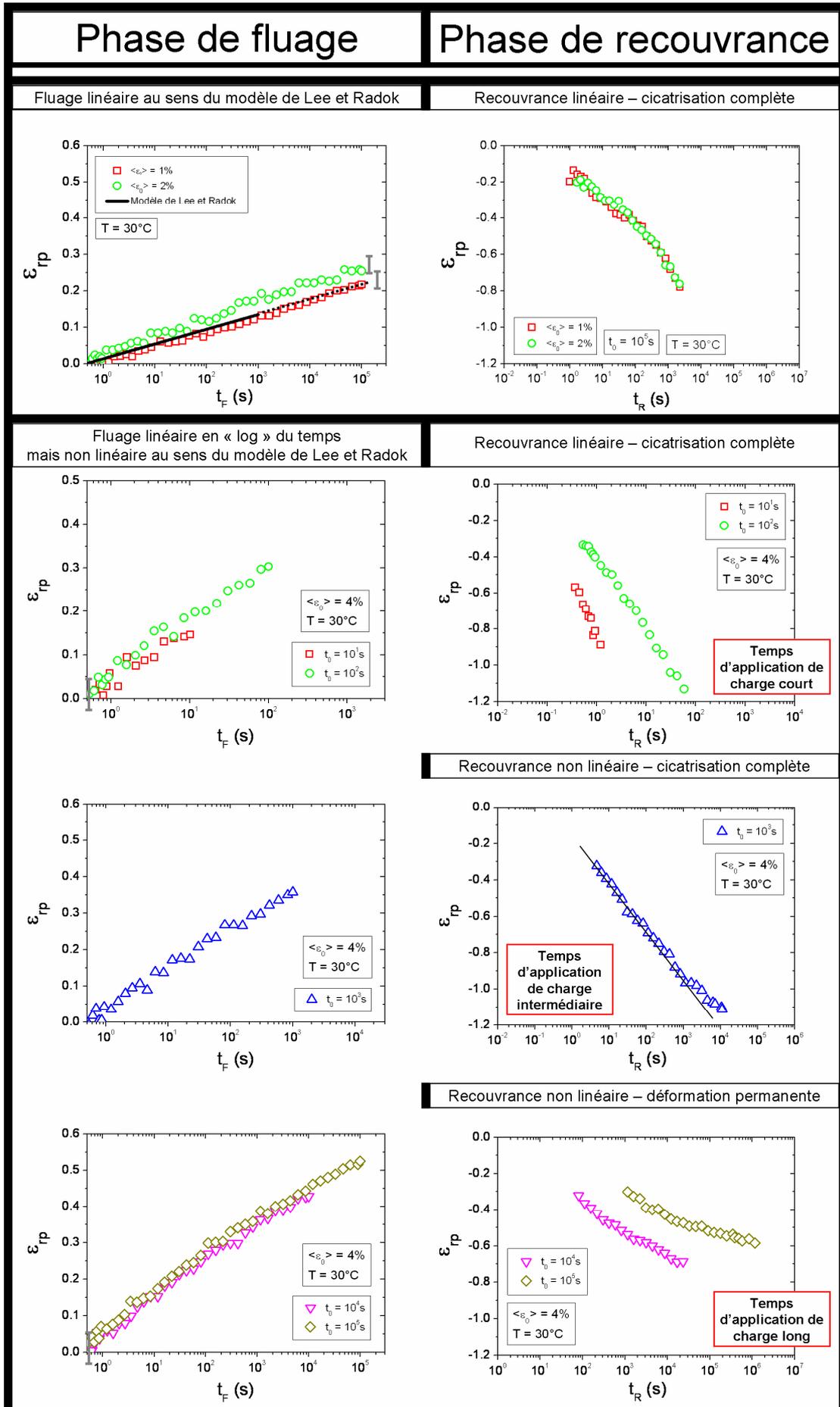


Figure 3 - 15 : Courbes isochrones – Comparaison entre (a) les courbes isochrones obtenues à partir d'essais de relaxation uniaxial en compression pour différentes déformations vraies appliquées et (b) les courbes isochrones obtenues à partir des essais de microindentation pour différentes déformations moyennes initiales ($T = 30^\circ\text{C}$)

Les courbes isochrones obtenues à partir des essais de microindentation sont plus délicates à interpréter de part l'augmentation de la déformation et la relaxation de la contrainte avec le temps. Il est intéressant de noter que pour une déformation moyenne initiale inférieure à 1% l'essai de microindentation se rapproche d'un essai de fluage, la relaxation de la contrainte reste faible par rapport au fluage du contact. A l'inverse, lorsque la déformation moyenne initiale est importante, l'essai de microindentation tend à se rapprocher d'un essai de relaxation. Deux cas peuvent être imaginés pour réaliser des essais "purs" de relaxation : maintenir la déformation moyenne constante à l'aide d'un indenteur cylindrique à extrémité hémisphérique ($a/R = 1$) et plus facilement, maintenir un enfoncement constant avec un dispositif rigide pour mesurer la relaxation de la contrainte.

Dans l'état actuel des essais, une prédiction complète du comportement en recouvrance à partir de la description de la phase de fluage n'est pas possible et, de la même manière, les conditions d'apparition d'un champ de déformation plastique sous le contact avec le temps sont difficiles à définir. Ainsi, il est nécessaire d'analyser numériquement le comportement viscoélastique lors d'un essai de microindentation pour obtenir des informations pertinentes sur la localisation des champs de déformations viscoélastiques. L'identification du comportement viscoélastique du PMMA et son intégration dans le code de calcul sont l'objet du chapitre suivant.



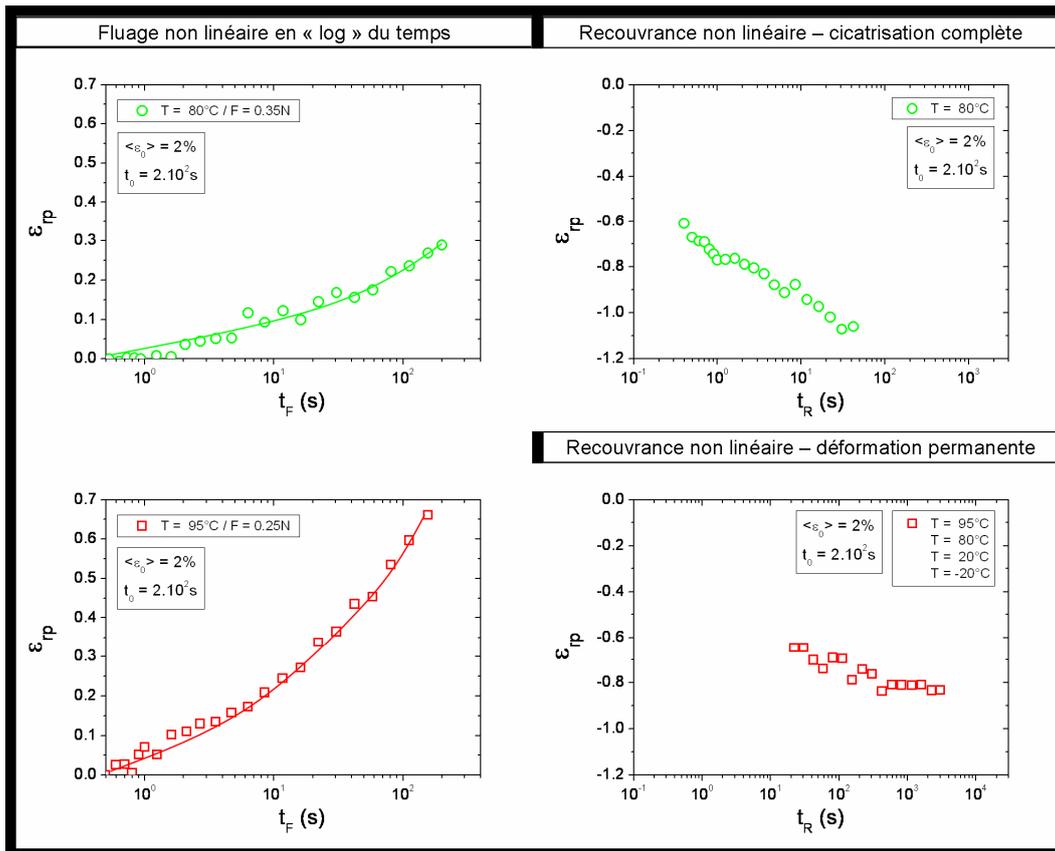
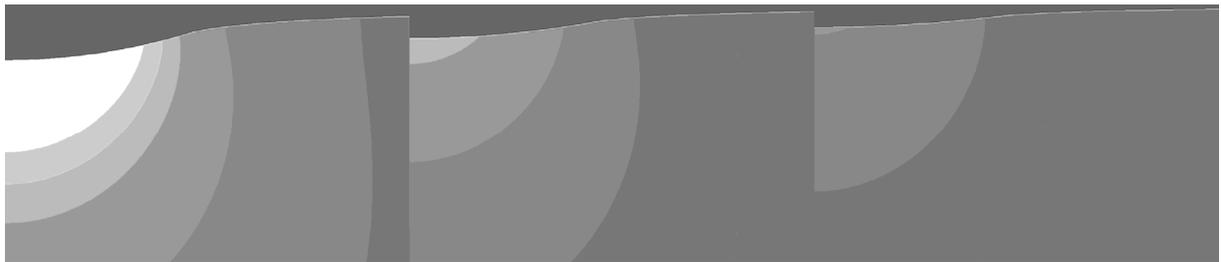


Figure 3 - 16 : Tableau récapitulatif des différents comportements viscoélastiques obtenus pour différentes conditions expérimentales

4. Simulation numérique d'un contact viscoélastique en fluage et recouvrance



Il n'y a pas de réussite facile ni d'échecs définitifs.
Marcel Proust (1871 – 1922)

Chapitre 4 : Simulation numérique d'un contact viscoélastique en fluage et recouvrance

4.1. Introduction.....	96
4.2. Méthode des éléments finis.....	96
4.3. Moyens numériques mis en œuvre	96
4.3.1. Modèles utilisés.....	96
4.3.1.1. Modèle uniaxial	96
4.3.1.2. Modèle de contact.....	97
4.3.2. Gestion du pilotage.....	98
4.3.3. Post traitement.....	98
4.3.3.1. Phase de fluage	98
4.3.3.2. Phase de recouvrance.....	99
4.3.4. Conclusion intermédiaire	100
4.4. Identification du comportement viscoélastique d'un polymère amorphe.....	100
4.4.1. Loi de comportement utilisée	100
4.4.2. Essais de relaxation	100
4.4.3. Résultats des identifications	101
4.4.4. Validation de l'identification - essais de relaxation	105
4.4.5. Essais uniaxiaux de fluage / recouvrance.....	106
4.4.5.1. Expériences réalisées	106
4.4.5.2. Résultats.....	107
4.5. Simulation numérique d'un contact viscoélastique.....	110
4.5.1. Phase de fluage d'un contact sphère / plan	110
4.5.1.1. Déformation moyenne initiale appliquée égale à 2%	110
4.5.1.2. Déformation moyenne initiale appliquée égale à 4%	111
4.5.2. Phase de recouvrance des empreintes résiduelles.....	112
4.5.2.1. Déformation moyenne initiale appliquée égale à 2%	112
4.5.2.2. Déformation moyenne initiale appliquée égale à 4%	113
4.5.3. Discussions et interprétations des résultats	114
4.5.3.1. Influence du choix de l'identification.....	114
4.5.3.2. Apparition de la plasticité lors de la phase de fluage.....	115
4.5.3.3. Etude des champs de contraintes et de déformations.....	115
4.5.3.3.1. Déformation moyenne initiale appliquée égale à 2%	115
4.5.3.3.2. Déformation moyenne initiale appliquée égale à 4%	117
4.5.3.4. Comparaison à une formulation en grande déformation.....	120
4.6. Perspectives	121
4.6.1. Un modèle élasto-viscoélastique-viscoplastique	121
4.6.2. Amélioration des propriétés viscoélastiques du maillage.....	121
4.6.3. Couches minces.....	122
4.7. Conclusion	124

4.1. Introduction

Les résultats expérimentaux présentés dans le chapitre précédent ont montrés les difficultés de l'analyse des phénomènes en jeu lors d'un essai de fluage par microindentation. L'étude de la recouvrance des empreintes résiduelles permet d'améliorer la compréhension des mécanismes mais la prédiction globale du comportement viscoélastique du PMMA lors d'un essai de microindentation reste incomplète. L'analyse numérique est un outil qui permet d'obtenir plus d'informations sur l'évolution des champs de déformations et des champs de contrainte [7, 52, 71].

L'analyse numérique est ici utilisée dans le cadre de l'étude du fluage de contact et de la recouvrance des empreintes. Le logiciel de simulation numérique utilisé est développé par l'entreprise MSC Software MARC®.

La première partie de ce chapitre présente les moyens mis en œuvre pour obtenir une simulation numérique la plus proche possible de l'expérience développée dans le cadre de cette thèse. La seconde partie présente la méthode mise en place pour identifier le comportement viscoélastique du polymère étudié. Une troisième partie concerne les résultats obtenus et l'analyse réalisée à partir de l'étude des champs de déformations et de contraintes. Enfin différentes perspectives et améliorations possibles seront présentées.

4.2. Méthode des éléments finis

La méthode des éléments finis permet de modéliser un matériau à partir de la discrétisation en sous ensemble d'un volume donné. La géométrie des éléments obtenus dépend généralement de la forme du volume initial étudié. Les éléments sont composés de noeuds dont le nombre dépend de la géométrie des éléments et du type d'approximation utilisé. Ces noeuds relient entre eux les éléments. Le résultat d'un calcul est obtenu à partir de la résolution des équations relatives à chaque élément. Dans le cadre de cette étude, le matériau est considéré isotrope. Compte tenu des déformations moyennes de contact étudiées comprises entre 2% et 4%, et en première approche, l'analyse numérique est réalisée dans le cadre des petites déformations.

4.3. Moyens numériques mis en œuvre

4.3.1. Modèles utilisés

Deux modèles numériques sont utilisés dans le cadre de cette étude. Le premier modèle, correspondant à la modélisation des différents essais de compression uniaxial réalisés, est utilisé pour permettre l'identification du comportement viscoélastique du PMMA. Le second modèle utilisé correspond à la modélisation de l'essai de microindentation en fluage et recouvrance.

4.3.1.1. Modèle uniaxial

Le modèle numérique utilisé lors des simulations numériques des essais uniaxiaux réalisés est présenté Figure 4 - 1. Il s'agit d'un modèle axisymétrique. Les dimensions du maillage sont égales aux dimensions des pions de compression utilisés lors des essais expérimentaux. Le modèle est composé de 400 éléments quadratiques à 4 noeuds et décrit par un point de Gauss. La consistance du modèle a été vérifiée, quel que soit la taille des éléments, les résultats viscoélastiques obtenus sont les mêmes.

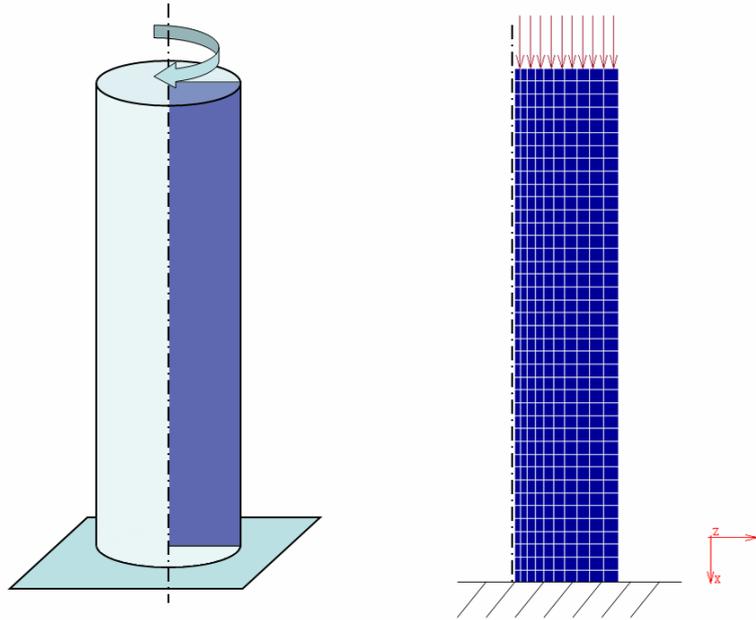


Figure 4 - 1 : Modèle numérique axisymétrique d'un pion de compression

4.3.1.2. Modèle de contact

Le modèle axisymétrique d'un contact sphère / plan est présenté Figure 4 - 2. Les dimensions du maillage et de la sphère, considérée infiniment rigide ici, permettent d'étudier le comportement viscoélastique d'un matériau lors d'un contact sphère / plan pour des rapports a/R allant jusqu'à 0.5. Les 3332 éléments du maillage sont de type quadratique à 4 nœuds et un point de Gauss. Le maillage est affiné autour de la zone de contact.

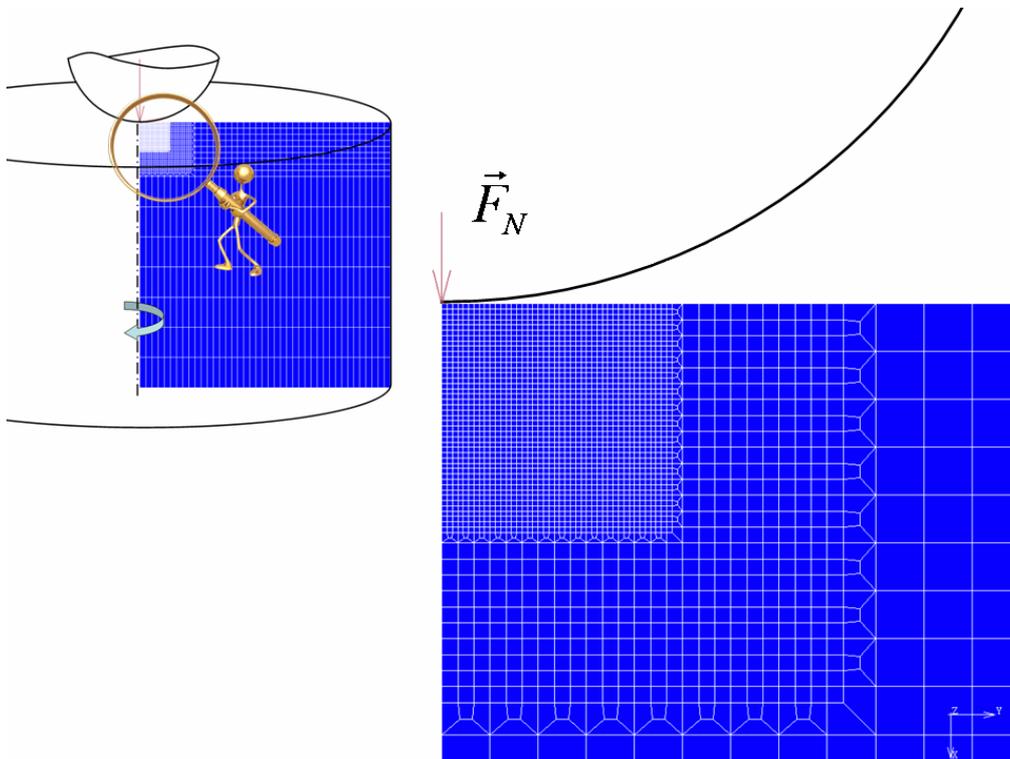


Figure 4 - 2 : Modèle numérique axisymétrique d'un contact sphère / plan

4.3.2. Gestion du pilotage

L'une des spécificités des modèles numériques utilisés est que le pilotage de chaque simulation réalisée est identique au pilotage obtenu lors des essais expérimentaux. Les tables de déplacement (essai de relaxation), de contrainte (essai de fluage uniaxial) et de force (essai de microindentation) sont intégrées au modèle numérique correspondant. En effet, lorsque les résultats numériques sont confrontés aux résultats expérimentaux, des erreurs et des décalages dus à la non prise en compte du pilotage réel ont été observés. Ainsi, les simulations intègrent l'existence d'un "overshoot" lors de l'application de la charge ainsi qu'une éventuelle dérive des capteurs avec le temps. La Figure 4 - 3 présente "l'overshoot" généralement mesuré lors des essais de microindentation.

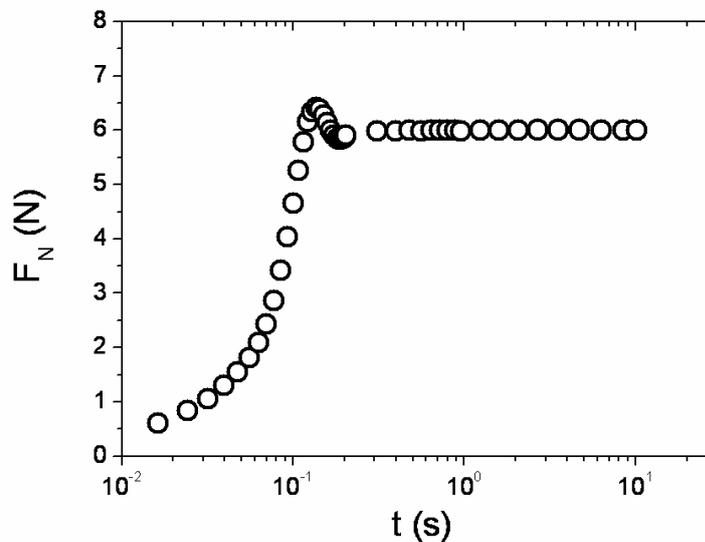


Figure 4 - 3 : Evolution de la force normale appliquée en fonction du temps lors de la phase de chargement ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $R = 400 \mu\text{m}$, $T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$)

Le rapport a_0/R ainsi que la pression moyenne de contact (p_m) à $t_F = 0.5 \text{ s}$ sont également identiques aux valeurs relevées expérimentalement. Il est possible de considérer que les conditions aux limites relatives aux simulations numériques réalisées sont identiques aux conditions expérimentales.

4.3.3. Post traitement

Le post traitement des simulations numériques du contact sphère / plan est présenté ici. Ce post traitement est comparable à celui réalisé lors des essais expérimentaux.

4.3.3.1. Phase de fluage

Lors de la phase de fluage, la mesure du rayon de contact vrai, présenté Figure 4 - 4, est réalisée à l'aide de l'outil "contact status" du logiciel de simulation numérique utilisé.

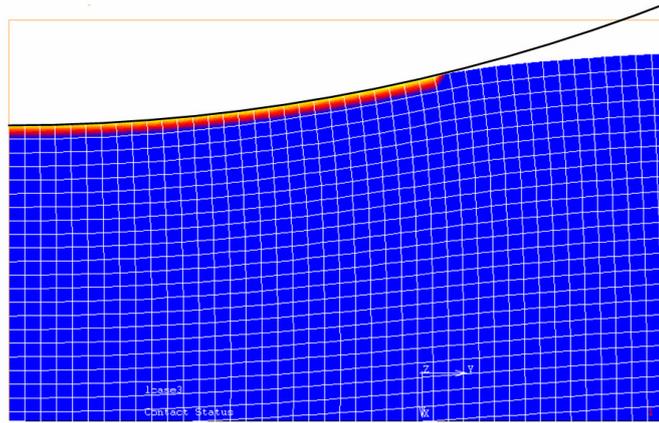


Figure 4 - 4 : Maillage obtenu lors de la phase de fluage – Post traitement réalisé à partir du "contact-status"

Les éléments en contact avec l'indenteur sphérique, en surbrillance, permettent la mesure du rayon du contact vrai en fonction du temps de fluage. A partir de la connaissance du rayon de l'indenteur utilisé et des équations (2 - 5) et (2 - 6) , il est possible d'exprimer l'évolution du volume du contact réel. L'évolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de fluage est accessible. Comme pour le post traitement des essais expérimentaux, réalisé à partir des images obtenues lors des expériences réalisées, l'analyse numérique de la phase de fluage s'affranchit de la part de déflexion élastique (ou viscoélastique) au bord du contact.

4.3.3.2. Phase de recouvrance

Le post traitement des simulations numériques lors de la phase de recouvrance est plus délicat. En effet, l'outil "contact status" ne permet plus d'obtenir la mesure du rayon du contact vrai et il est nécessaire de développer une méthode qui permette de s'affranchir de la part de déflexion viscoélastique apparue lors de la phase de fluage. La Figure 4 - 5 (a) présente le maillage déformé obtenu lors de la phase de recouvrance et (b) le profil de la surface en recouvrance pour un temps de recouvrance donné.

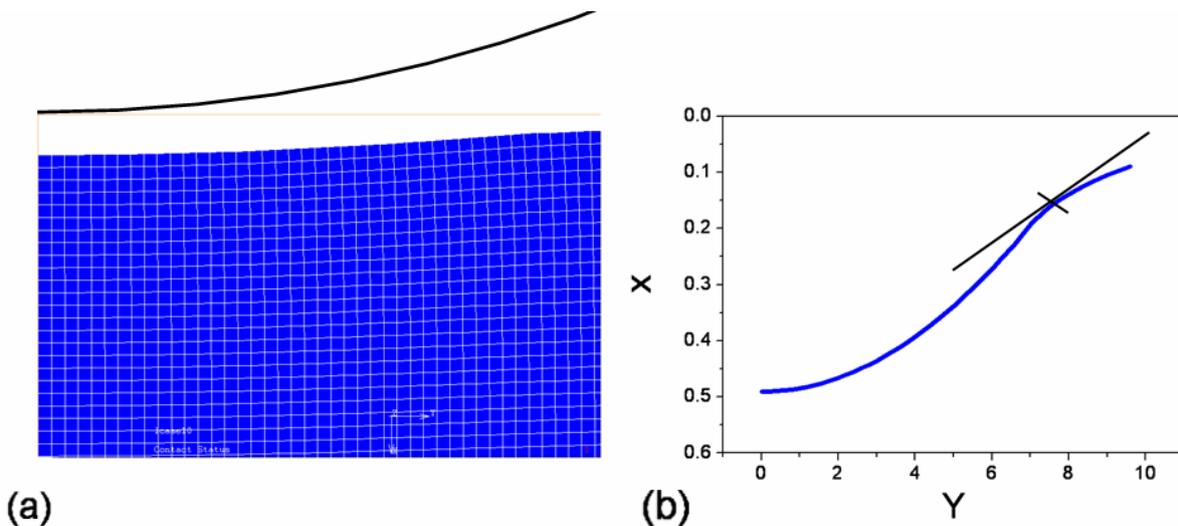


Figure 4 - 5 : (a) Maillage obtenu lors de la phase de recouvrance et (b) profil de la surface et point d'inflexion

La méthode développée considère que le point d'inflexion obtenu lors du tracé du profil de la surface en recouvrance, Figure 4 - 5 (b), correspond au bord de l'empreinte résiduelle. Les coordonnées du point d'inflexion permettent de connaître le rayon et la profondeur réelle de l'empreinte résiduelle. A partir de l'équation (2 - 6), il est possible d'exprimer l'évolution du volume de l'empreinte résiduelle et donc d'obtenir l'évolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de recouvrance.

4.3.4. Conclusion intermédiaire

Les modèles utilisés, la gestion du pilotage mis en place et le post traitement proposé permettent de se rapprocher au maximum des conditions expérimentales. L'identification du comportement viscoélastique du polymère étudié est la difficulté à résoudre pour essayer de corréler les résultats expérimentaux et les résultats obtenus numériquement.

4.4. Identification du comportement viscoélastique d'un polymère amorphe

4.4.1. Loi de comportement utilisée

La loi de comportement viscoélastique utilisée dans le cadre de l'analyse numérique d'un contact viscoélastique correspond au modèle de Maxwell. L'outil numérique à disposition propose l'écriture du modèle de Maxwell, présenté section 1.2.2.3, à partir de la description du module déviatorique et du module de compressibilité présenté section 1.2.1.3. Pour un essai de relaxation, l'écriture du modèle de Maxwell généralisé s'écrit :

$$G(t) = G_{\infty} + \sum_1^i G_i \exp\left(-t/\tau_i\right) \quad (4-1)$$

$$K(t) = K_{\infty} + \sum_1^i K_i \exp\left(-t/\tau_i\right) \quad (4-2)$$

où G_i et K_i correspondent aux paramètres d'ajustement et G_{∞} et K_{∞} correspondent aux modules déviatorique et de compressibilité relaxés. La relaxation du module de compressibilité est choisie ici pour plus de commodité. En effet, la prise en compte de la relaxation du coefficient de Poisson est possible mais il s'agit d'une donnée délicate à obtenir lors des essais expérimentaux réalisés. Le coefficient de Poisson est donc considéré constant et égale à 0.35. Le module instantané du matériau est obtenu à partir de l'ajustement des équations (4 - 1) et (4 - 2) sur les résultats expérimentaux et peut s'écrire indifféremment :

$$E_0 = \left(K_{\infty} + \sum_1^i K_i \right) \cdot 3(1-2\nu) \quad (4-3)$$

$$E_0 = \left(G_{\infty} + \sum_1^i G_i \right) \cdot 2(1+\nu) \quad (4-4)$$

L'identification proposée nécessite donc de réaliser des essais de relaxation pour différentes déformations vraies appliquées.

4.4.2. Essais de relaxation

L'identification est réalisée à partir d'essais de relaxation comme l'impose la loi de comportement utilisée. Un essai de relaxation, présenté en section 2.2.3 et section 1.2.1.2,

consiste à appliquer une déformation constante sur un échantillon et à observer la relaxation de la contrainte en fonction du temps. Plusieurs essais sont réalisés pour différentes déformations vraies appliquées et égales à 0.75%, 1.40%, 2.40% et 4%. Ces valeurs sont choisies car elles correspondent aux déformations vraies caractéristiques du comportement viscoélastique du PMMA comme le montrent la Figure 2 - 5 et la Figure 3 - 1. Le module de relaxation obtenu peut être décomposé en un module déviatorique et un module de compressibilité. La Figure 4 - 6 présente l'évolution du module déviatorique (G_V) et du module de compressibilité (K_V) en fonction du temps pour différentes déformations vraies appliquées et une température de 30 °C.

On observe que les modules obtenus diminuent avec le temps. La diminution observée est d'autant plus importante que la déformation vraie appliquée est grande. Chacune de ces courbes est représentative du comportement viscoélastique du PMMA pour une sollicitation donnée différente.

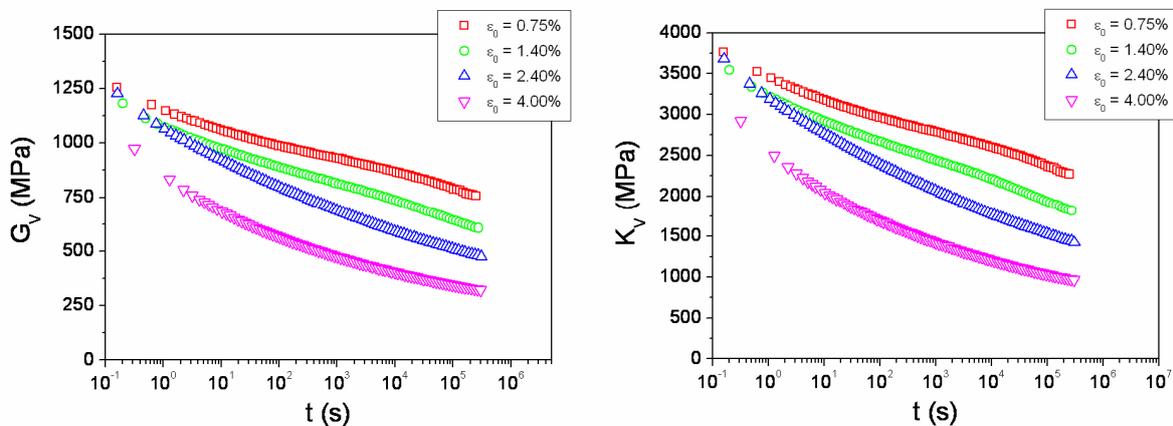


Figure 4 - 6 : Essai de relaxation – Evolution du module déviatorique (G_V) et du module de compressibilité (K_V) en fonction du temps pour différentes déformations vraies appliquées ($T = 30\text{ °C}$)

4.4.3. Résultats des identifications

L'ajustement des points expérimentaux obtenus est réalisé à l'aide des équations (4 - 1) et (4 - 2). Cet ajustement nécessite de fixer le nombre de temps caractéristiques de la loi de comportement utilisée. Les différents ajustements réalisés montrent qu'il est nécessaire de choisir un nombre de temps caractéristiques au moins égal au nombre de décades explorées lors des essais expérimentaux. Un nombre de temps caractéristique plus faible ne permet pas une bonne corrélation avec les résultats expérimentaux, un nombre plus important ne permet pas un ajustement de qualité supérieure. Dans notre cas, le nombre de décades couvertes par les mesures expérimentales (7) impose un nombre de temps caractéristique égal à 8 pour un ajustement de bonne qualité. Le nombre de paramètres importants de l'équation d'ajustement permet de fixer les valeurs des temps caractéristiques de la manière suivante :

$$\tau_i = [10^{-1} s ; 10^0 s ; 10^1 s ; 10^2 s ; 10^3 s ; 10^4 s ; 10^5 s ; 10^6 s]$$

Les différentes identifications réalisées sont présentées Figure 4 - 7, Figure 4 - 8, Figure 4 - 9 et Figure 4 - 10.

id 1

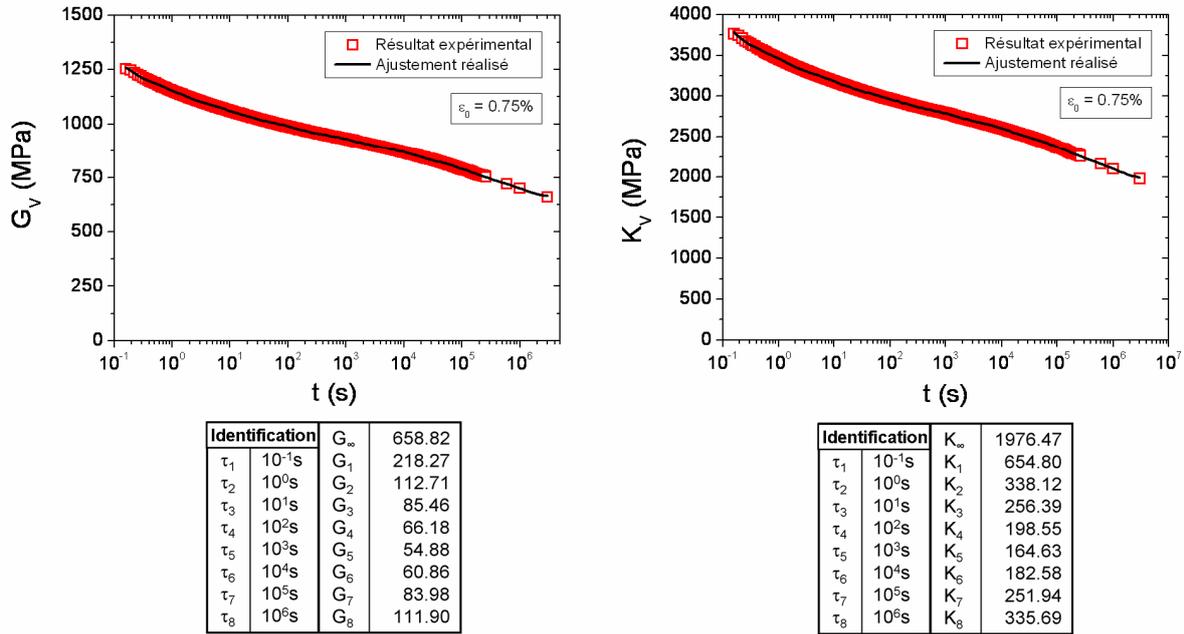


Figure 4 - 7 : Essai de relaxation – Evolution du module déviatorique (G_V) et du module de compressibilité (K_V) en fonction du temps pour une déformation vraie appliquée égale à 0.75% ($T = 30\text{ }^\circ\text{C}$) Ajustement et paramètres d'identification

id 2

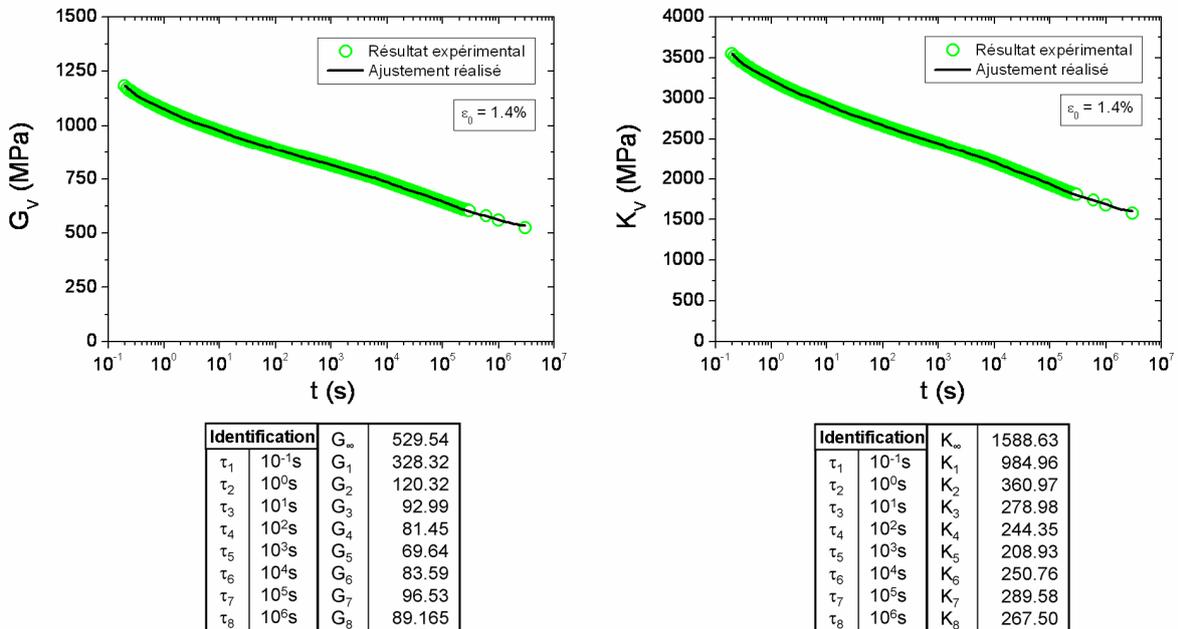


Figure 4 - 8 : Essai de relaxation – Evolution du module déviatorique (G_V) et du module de compressibilité (K_V) en fonction du temps pour une déformation vraie appliquée égale à 1.4% ($T = 30\text{ }^\circ\text{C}$) Ajustement et paramètres d'identification

id 3

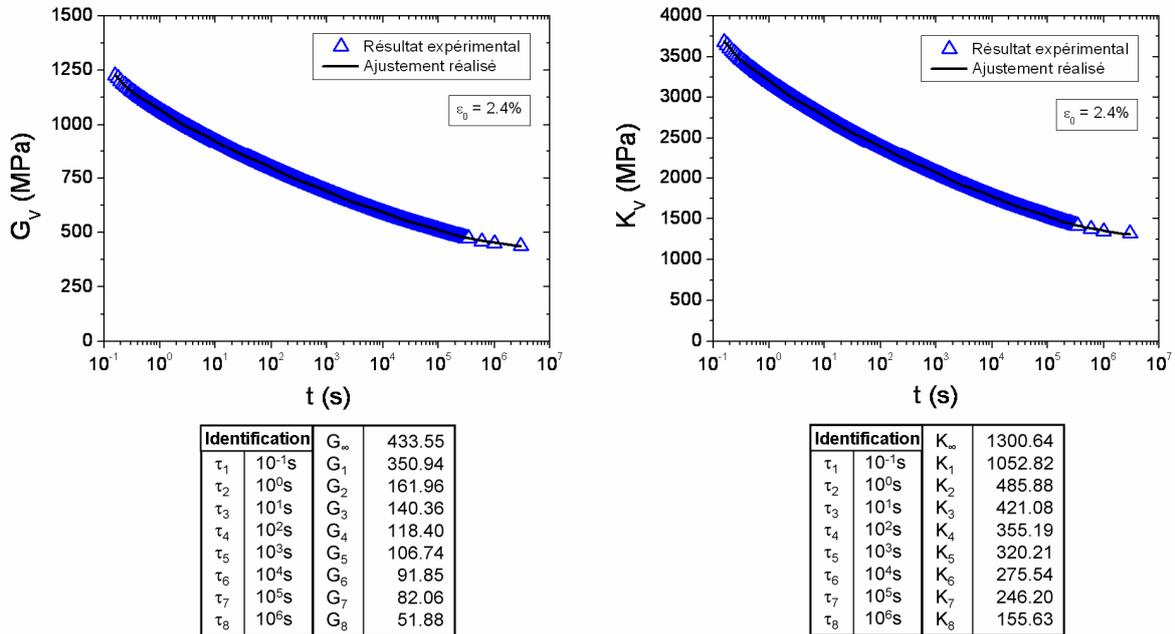


Figure 4 - 9 : Essai de relaxation – Evolution du module déviatorique (G_V) et du module de compressibilité (K_V) en fonction du temps pour une déformation vraie appliquée égale à 2.4% ($T = 30\text{ }^{\circ}\text{C}$) Ajustement et paramètres d'identification

id 4

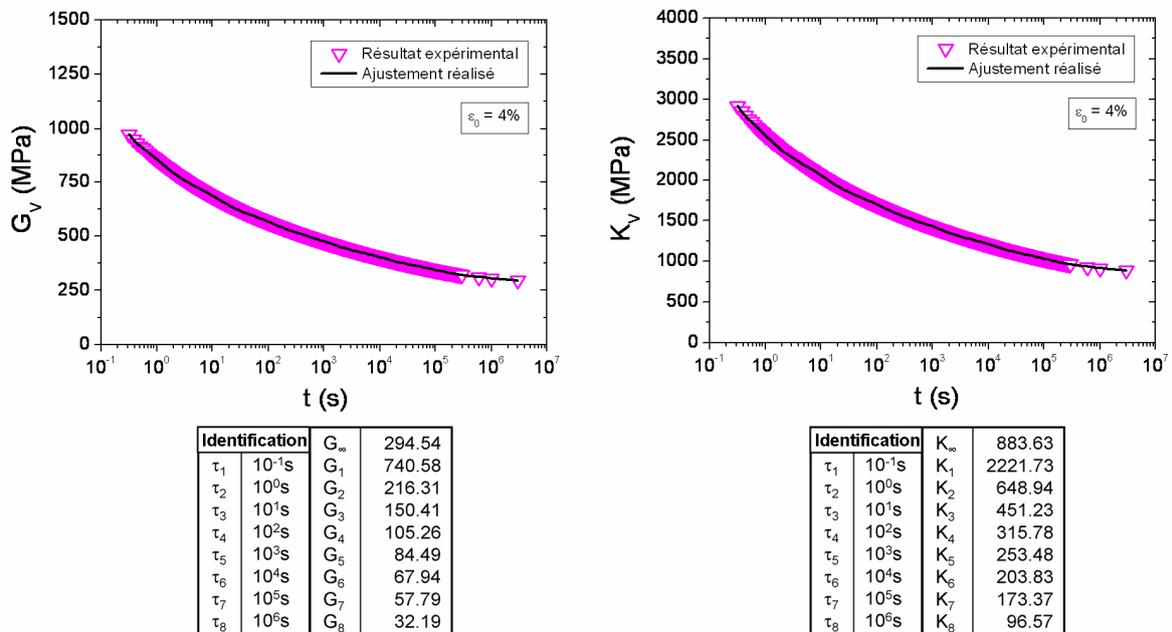


Figure 4 - 10 : Essai de relaxation – Evolution du module déviatorique (G_V) et du module de compressibilité (K_V) en fonction du temps pour une déformation vraie appliquée égale à 4% ($T = 30\text{ }^{\circ}\text{C}$) Ajustement et paramètres d'identification

La qualité d'ajustement d'une courbe expérimentale à partir d'une équation à plusieurs paramètres peut être appréhendée à partir du calcul du coefficient de détermination ajusté (R_{adj}^2), défini par l'équation (4 - 5) :

$$R_{adj}^2 = 1 - \frac{(n-1)(1-R^2)}{n-p-1} \quad (4-5)$$

où R^2 correspond au coefficient de détermination, $n-1$ correspond au nombre de degrés de liberté et p correspond au nombre de variables indépendantes. Le coefficient de détermination est défini par l'équation (4 - 6) :

$$R^2 = 1 - \frac{\text{Somme des carrés des résidus}}{\text{Somme des carrés totale}} \quad (4-6)$$

Les valeurs obtenues des ajustements réalisés sont présentées Table 4 - 1.

R_{adj}^2	Valeurs
Id1	0.99988
Id2	0.99992
Id3	0.99993
Id4	0.99988

Table 4 - 1 : Valeurs du coefficient de détermination ajusté pour les différentes identifications

Les valeurs obtenues montrent un ajustement de très bonne qualité. Ces valeurs valident également le nombre de paramètres choisis pour décrire les résultats expérimentaux.

Les résultats obtenus permettent de tracer l'évolution des paramètres d'identification en fonction des temps caractéristiques pour les différentes déformations vraies appliquées. Par commodité, les valeurs des G_∞ et des K_∞ ont été placées pour un temps caractéristique égal à 10^{12} s. Présentés Figure 4 - 11, les résultats obtenus montrent que les valeurs des paramètres identifiés diminuent avec le temps. Néanmoins, compte tenu de l'allure des courbes, il semble difficile de décrire un comportement viscoélastique général s'affranchissant de la déformation appliquée lors des essais.

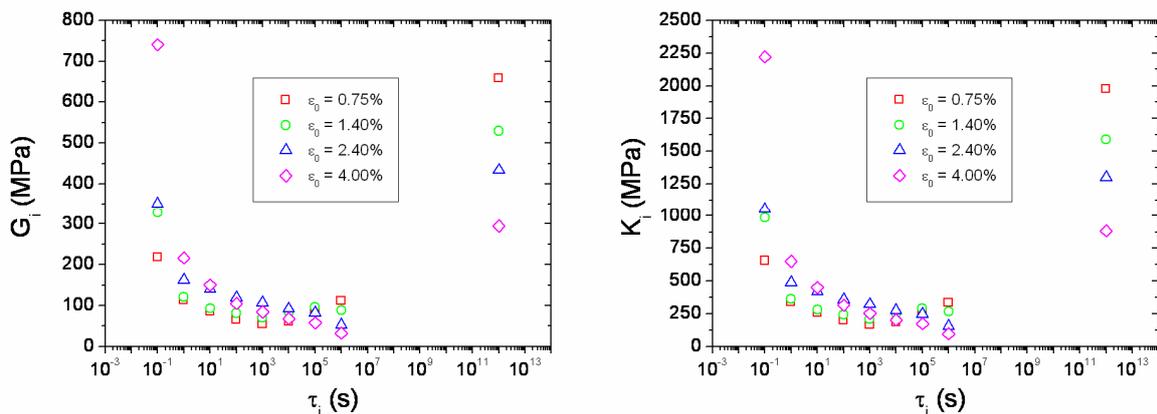


Figure 4 - 11 : Evolution des paramètres identifiés en fonction des temps caractéristiques pour différentes déformations vraies appliquées lors des essais de relaxation

Il est possible de modifier les paramètres obtenus à l'aide du modèle de Maxwell en paramètres correspondant au modèle de CUNAT. Comme présenté en section 1.2.2.4, il est

possible de faire l'analogie entre ces deux modèles. La table suivante présente les paramètres p_i du modèle DNLR obtenus.

id 1 ($\varepsilon_0 = 0.75\%$)				id 2 ($\varepsilon_0 = 1.4\%$)				id 3 ($\varepsilon_0 = 2.4\%$)				id 4 ($\varepsilon_0 = 4\%$)											
τ_1	$10^{-1}s$	E_∞	1778.81	E_0	3923.27	τ_1	$10^{-1}s$	E_∞	1429.76	E_0	4027.16	τ_1	$10^{-1}s$	E_∞	1170.58	E_0	4151.89	τ_1	$10^{-1}s$	E_∞	795.26	E_0	4723.68
τ_2	10^0s	E_1	589.33	p_1	0.275	τ_2	$10^{-1}s$	E_1	886.46	p_1	0.341	τ_2	$10^{-1}s$	E_1	947.54	p_1	0.318	τ_2	$10^{-1}s$	E_1	1999.57	p_1	0.509
τ_3	10^1s	E_2	304.32	p_2	0.142	τ_3	10^0s	E_2	324.86	p_2	0.125	τ_3	10^0s	E_2	437.29	p_2	0.147	τ_3	10^0s	E_2	584.04	p_2	0.149
τ_4	10^2s	E_3	230.74	p_3	0.107	τ_4	10^1s	E_3	251.07	p_3	0.097	τ_4	10^1s	E_3	378.97	p_3	0.127	τ_4	10^1s	E_3	406.11	p_3	0.103
τ_5	10^3s	E_4	178.69	p_4	0.083	τ_5	10^2s	E_4	219.91	p_4	0.085	τ_5	10^2s	E_4	319.68	p_4	0.107	τ_5	10^2s	E_4	284.20	p_4	0.072
τ_6	10^4s	E_5	148.18	p_5	0.069	τ_6	10^3s	E_5	188.03	p_5	0.072	τ_6	10^3s	E_5	288.20	p_5	0.097	τ_6	10^3s	E_5	228.12	p_5	0.058
τ_7	10^5s	E_6	164.32	p_6	0.077	τ_7	10^4s	E_6	225.69	p_6	0.087	τ_7	10^4s	E_6	247.99	p_6	0.083	τ_7	10^4s	E_6	183.44	p_6	0.047
τ_8	10^6s	E_7	226.75	p_7	0.106	τ_8	10^5s	E_7	260.63	p_7	0.100	τ_8	10^5s	E_7	221.56	p_7	0.074	τ_8	10^5s	E_7	156.03	p_7	0.040
		E_8	302.13	p_8	0.141	τ_8	10^6s	E_8	240.75	p_8	0.093	τ_8	10^6s	E_8	140.08	p_8	0.047	τ_8	10^6s	E_8	86.91	p_8	0.022

Table 4 - 2 : Paramètres identifiés du modèle DNLR

Le comportement viscoélastique étant identifié pour les différentes déformations vraies appliquées, il est nécessaire de valider ces paramètres d'identification à partir de la simulation numérique de ces essais de relaxation.

4.4.4. Validation de l'identification - essais de relaxation

Les essais de relaxation réalisés pour identifier le comportement viscoélastique du PMMA, présentés en section 2.2.3 et section 4.4.2, sont ici simulés numériquement. Présentées en section 4.3, les conditions aux limites des simulations numériques sont identiques à celles des essais expérimentaux. Le comportement viscoélastique est intégré dans le logiciel de simulation numérique pour chaque essai de relaxation réalisé. Les paramètres sont E_0 , G_i , K_i et τ_i . Les valeurs des modules relaxés, G_∞ et K_∞ , sont pris en compte par l'outil de simulation numérique à l'aide des équations (4 - 3) et (4 - 4). La Figure 4 - 12 présente l'évolution de la contrainte vraie en fonction du temps pour les différentes déformations vraies appliquées. Les résultats expérimentaux sont comparés aux résultats de l'analyse numérique.

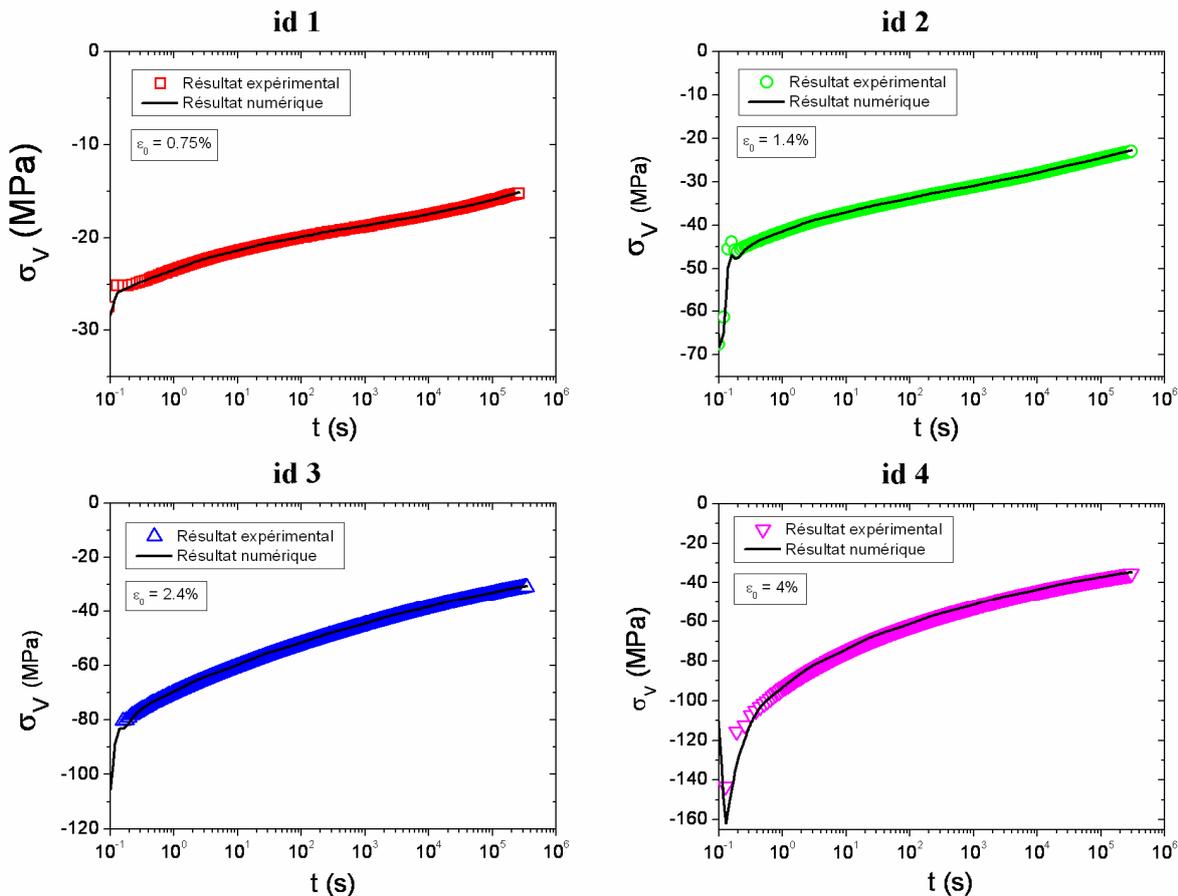


Figure 4 - 12 : Essai de relaxation – Evolution de la contrainte vraie en fonction du temps pour différentes déformations vraies appliquées et comparaison avec les résultats obtenus par analyse numérique ($T = 30\text{ }^{\circ}\text{C}$)

On observe un ajustement de bonne qualité pour les quatre identifications réalisées à partir d'un temps égal à 0.3s. L'ajustement réalisé est validé pour un essai de relaxation.

Lors d'un essai de fluage de contact, une force est appliquée sur l'indenteur. L'abus de langage est encore à souligner ici puisque le fluage de contact étudié dans ce manuscrit a pour conséquence une augmentation de la déformation et une diminution de la contrainte. Il s'agit donc de valider l'ajustement à la fois pour un essai de relaxation mais également pour un essai de fluage.

4.4.5. Essais uniaxiaux de fluage / recouvrance

4.4.5.1. Expériences réalisées

L'expérience réalisée sur les pions cylindriques est composée de deux phases à l'image de ce qui est réalisé dans l'étude du fluage du contact et de la recouvrance des empreintes. La première phase est un test de fluage classique défini en section 1.2.1.1 et section 1.2.1.3. Après un temps de maintien en charge donné, la seconde phase consiste à appliquer une contrainte très faible sur l'échantillon. Cette contrainte très faible permet de suivre la recouvrance du pion en fonction du temps. L'influence du temps de maintien en charge et de la contrainte appliquée lors de la phase de fluage sont étudiées. Les temps de maintien en charge sont égaux à 10^1 s, 10^3 s et 10^5 s et les contraintes appliquées lors de la phase de fluage sont égales à 50 MPa et 70 MPa. Les contraintes appliquées lors de la phase de recouvrance

sont inférieures à 2 MPa. Les résultats obtenus sont confrontés à l'analyse numérique de ces essais pour les identifications *id2* et *id3* réalisées pour des contraintes initiales de l'ordre de 50 MPa et 75 MPa.

4.4.5.2. Résultats

Les Figure 4 - 13 et Figure 4 - 14 présentent l'évolution de la déformation vraie en fonction du temps pour la phase de fluage et la phase de recouvrance en compression uniaxiale. Différents temps de maintien en charge et deux contraintes vraies sont appliqués lors de la phase de fluage.

On observe que la déformation augmente avec le temps de fluage. A partir d'une déformation vraie égale à 4%, le comportement devient non linéaire. La déformation augmente de plus en plus rapidement à mesure que les temps de maintien sous contrainte sont importants. Les courbes obtenues par simulation numérique montrent une corrélation correcte pour les temps de maintien sous contrainte égaux à 10 s (Figure 4 - 13(a) et Figure 4 - 14(a)). Lorsque la non linéarité du comportement viscoélastique du PMMA débute, les résultats numériques divergent des résultats expérimentaux. Le soin apporté à l'intégration des tables de pilotage issues des expériences permet d'obtenir une meilleure corrélation avec les résultats expérimentaux lors de la phase de chargement. En effet, lors de la phase de chargement, un pilotage qui s'éloigne de la réalité est à l'origine de décalage entre les résultats numériques et les résultats expérimentaux, et ce, dès les premiers temps de fluage.

Lors de la phase de recouvrance, la déformation diminue avec le temps. La courbe correspondant à un temps de maintien sous contrainte égale à 10^3 s et une contrainte appliquée égale à 49.5 MPa, Figure 4 - 13, montre, malgré une non linéarité lors de la phase de fluage, que la recouvrance du pion est complète. A partir d'une déformation supérieure à une valeur de 4%, la recouvrance n'est plus complète et nous pouvons conclure que de la plasticité apparaît lors de la phase de fluage. Les résultats des simulations montrent une bonne corrélation lorsque le temps d'application de la contrainte est faible. Lorsque le comportement devient fortement non linéaire et viscoplastique les courbes ne se superposent pas.

D'une manière générale, lors d'un essai uniaxial de relaxation, l'évolution de la contrainte en fonction du temps tend vers l'équilibre lorsque la durée de l'essai tend vers l'infini. A l'inverse, lors d'un essai de fluage, l'évolution de la déformation en fonction du temps tend vers "l'infini" lorsque la durée de l'essai tend vers l'infini. L'essai de fluage du contact et de la recouvrance des empreintes est un essai dont la réponse du matériau sollicité est un mélange entre une réponse du matériau à un essai de relaxation et une réponse du matériau à un essai de fluage. En première approche, l'analyse du fluage du contact et de la recouvrance des empreintes à partir des identifications réalisées est proposée ci-après.

id 2

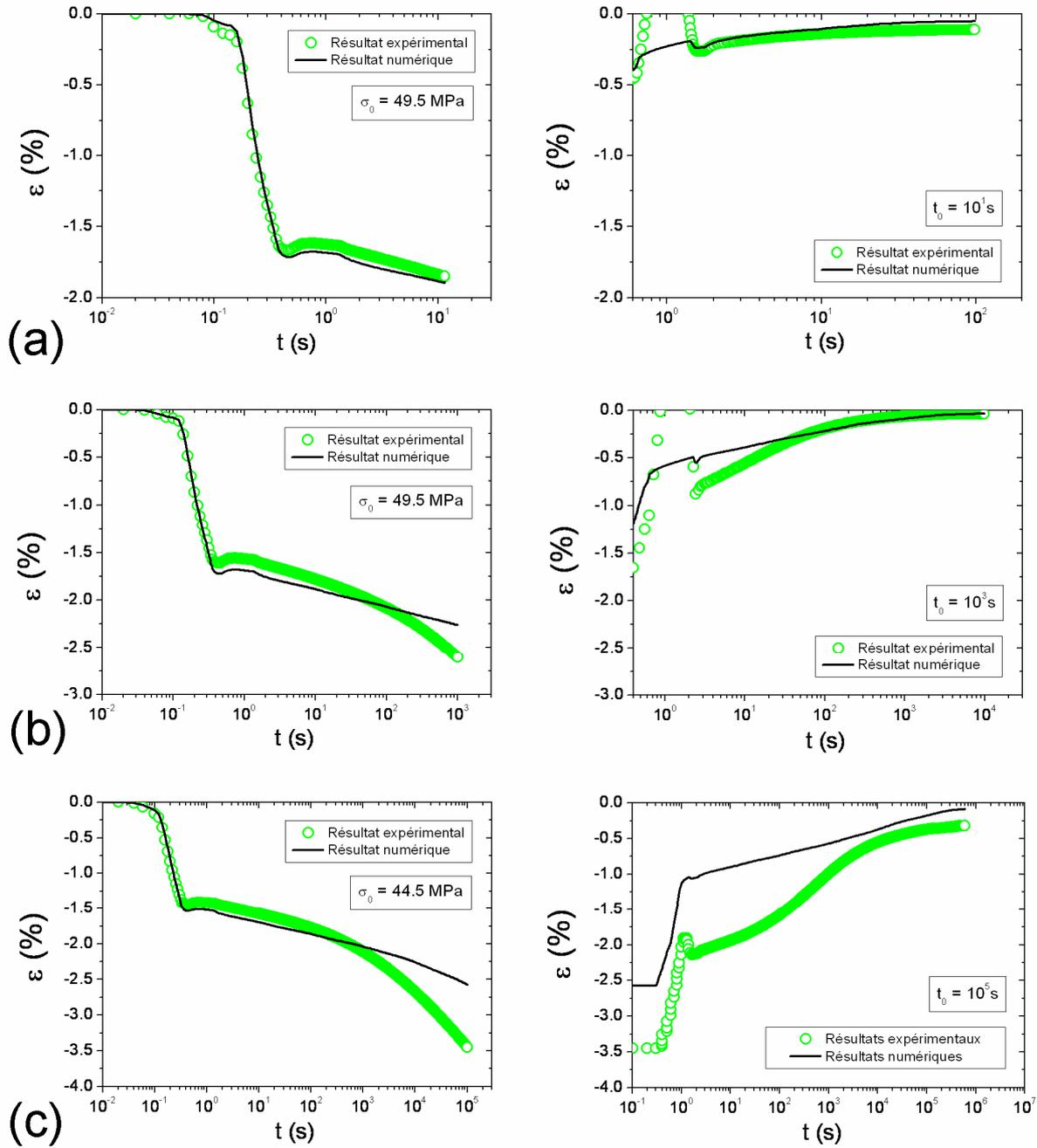


Figure 4 - 13 : Essai de fluage et de recouvrance sur pion de compression uniaxiale – Evolution de la déformation vraie pour la phase de fluage et la phase de recouvrance en fonction du temps de fluage et du temps de recouvrance pour différents temps de maintien en charge - Comparaison avec les résultats obtenus par analyse numérique à l'aide de l'identification id2 ($\varepsilon_0 = 1.4\%$) ($T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$)

id 3

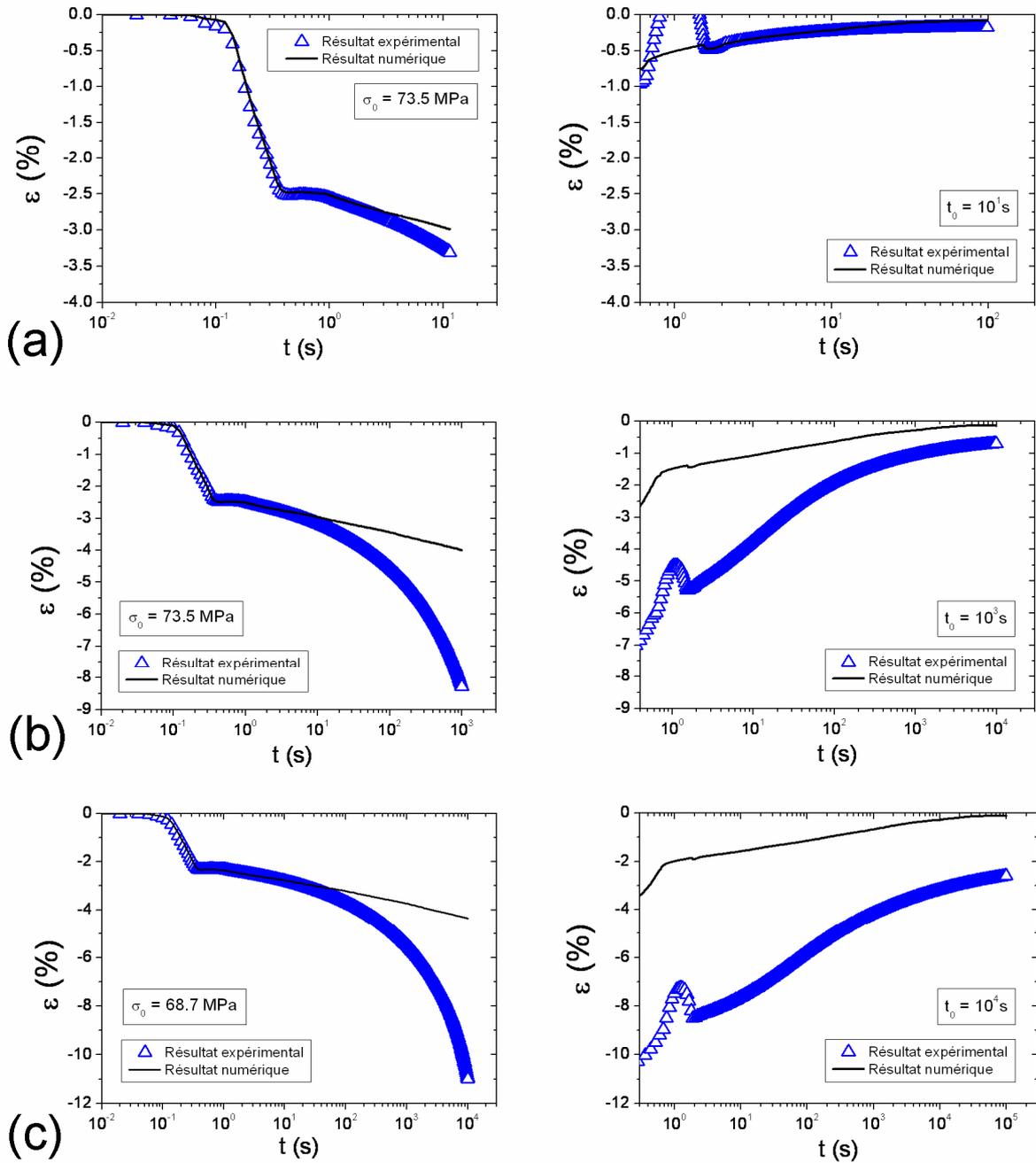


Figure 4 - 14 : Essai de fluage et de recouvrance sur pion de compression uniaxiale – Evolution de la déformation vraie pour la phase de fluage et la phase de recouvrance en fonction du temps de fluage et de recouvrance pour différents temps de maintien en charge - Comparaison avec les résultats obtenus par analyse numérique à l'aide de l'identification id3 ($\epsilon_0 = 2.4\%$) ($T = 30$ °C)

4.5. Simulation numérique d'un contact viscoélastique

4.5.1. Phase de fluage d'un contact sphère / plan

4.5.1.1. Déformation moyenne initiale appliquée égale à 2%

La Figure 4 - 15 présente l'évolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de fluage pour les essais réalisés à différents temps d'application de charge et une déformation moyenne de contact (3D) définie par Tabor égale à 2%. Les résultats expérimentaux sont confrontés à l'analyse numérique d'un contact viscoélastique dont le comportement viscoélastique est identifié lors de l'essai de relaxation (1D) dont la déformation vraie appliquée est égale à 2.4% (*id3*). L'identification est choisie à partir de la définition de la déformation moyenne de contact définie par Tabor [33] et présentée en section 1.3.1.4. L'identification réalisée pour une déformation vraie imposée de 2.4% est la plus proche de la déformation moyenne de contact étudiée ici.

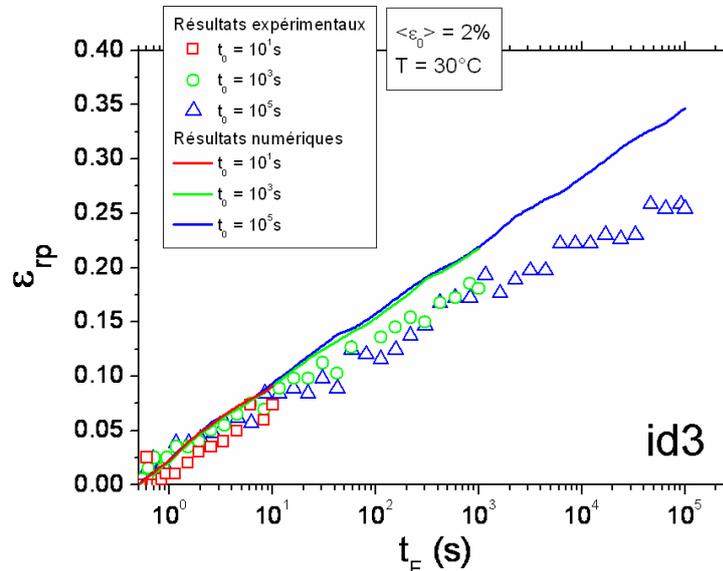


Figure 4 - 15 : Phase de fluage pour un contact sphère / plan – Comparaison entre l'analyse numérique et les résultats expérimentaux pour un contact sphère / plan - Evolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de fluage pour différents temps de maintien en charge ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 2\%$, $R = 400 \mu\text{m}$, $T = 30^\circ\text{C}$, *id3*)

On observe que les courbes correspondant aux simulations numériques du fluage de contact ont une bonne corrélation avec les résultats expérimentaux. La courbe correspondant au temps d'application de charge le plus long surestime néanmoins la courbe expérimentale obtenue. La Figure 4 - 16 présente l'évolution de la pression moyenne de contact en fonction du temps de fluage pour différents temps d'application de charge et une déformation moyenne de contact égale à 2%. Les résultats expérimentaux sont confrontés à l'analyse numérique d'un contact viscoélastique dont l'identification est réalisée à partir de l'essai de relaxation dont la déformation vraie appliquée est égale à 2.4% (*id3*).

L'analyse numérique décrit correctement la pression moyenne de contact obtenue expérimentalement. Les barres d'erreur représentées ici correspondent à une erreur de mesure du rayon de contact de l'ordre de $1.5 \mu\text{m}$.

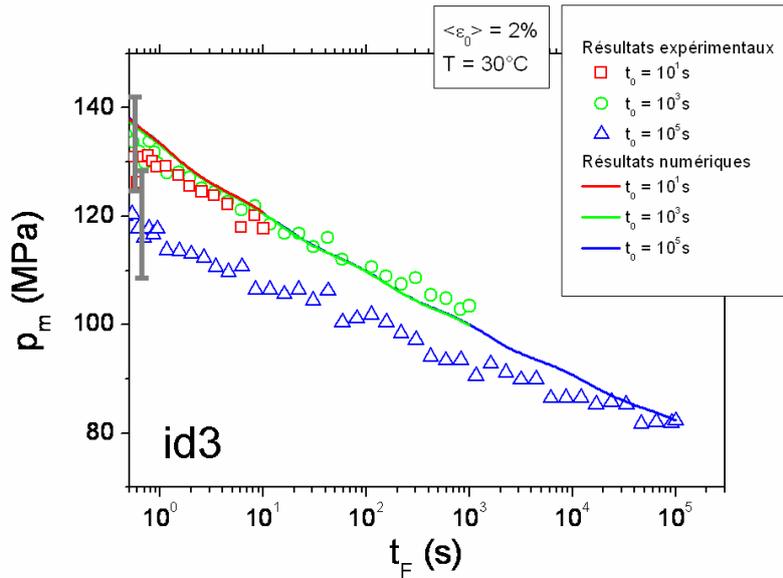


Figure 4 - 16 : Phase de fluage pour un contact sphère / plan – Comparaison entre l'analyse numérique et les résultats expérimentaux - Evolution de la pression moyenne de contact en fonction du temps de fluage pour différents temps de maintien en charge ($\langle \epsilon_0 \rangle = 2\%$, $R = 400 \mu\text{m}$, $T = 30^\circ\text{C}$, id3)

4.5.1.2. Déformation moyenne initiale appliquée égale à 4%

La Figure 4 - 17 présente l'évolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de fluage pour différents temps d'application de charge et une déformation moyenne de contact égale à 4%. Les résultats expérimentaux sont également confrontés à l'analyse numérique d'un contact viscoélastique dont le comportement est identifié à partir de l'essai de relaxation dont la déformation vraie appliquée est égale à 4% (id4).

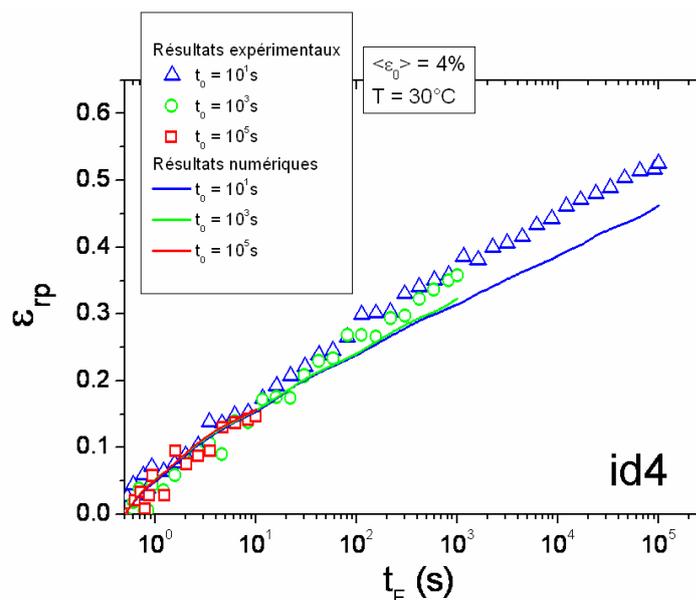


Figure 4 - 17 : Phase de fluage pour un contact sphère / plan – Comparaison entre l'analyse numérique et les résultats expérimentaux - Evolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de fluage pour différents temps de maintien en charge ($\langle \epsilon_0 \rangle = 4\%$, $R = 400 \mu\text{m}$, $T = 30^\circ\text{C}$, id4)

On observe une bonne corrélation entre les résultats obtenus par analyse numérique et les résultats expérimentaux. Néanmoins, la déformation représentative proposée correspondant au temps d'application de charge de 10^5 s est sous-estimée par rapport aux résultats obtenus expérimentalement. La Figure 4 - 18 présente l'évolution de la pression moyenne de contact en fonction du temps de fluage pour différents temps d'application de charge et une déformation moyenne de contact égale à 4%. Les résultats expérimentaux sont confrontés à l'analyse numérique d'un contact viscoélastique pour un comportement identifié à partir de l'essai de relaxation dont la déformation vraie appliquée est égale à 4% (*id4*).

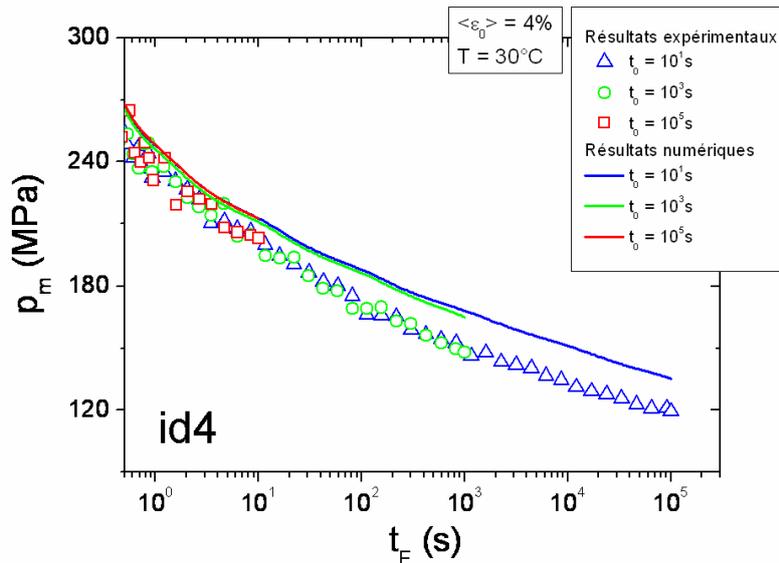


Figure 4 - 18 : Phase de fluage pour un contact sphère / plan – Comparaison entre l'analyse numérique et les résultats expérimentaux - Evolution de la pression moyenne de contact en fonction du temps de fluage pour différents temps de maintien en charge ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $R = 400 \mu\text{m}$, $T = 30^\circ\text{C}$, *id4*)

Les résultats obtenus par analyse numérique sont en bonne adéquation avec les résultats expérimentaux. Néanmoins, les pressions moyennes de contact surestiment sensiblement les valeurs expérimentales.

4.5.2. Phase de recouvrance des empreintes résiduelles

4.5.2.1. Déformation moyenne initiale appliquée égale à 2%

La Figure 4 - 19 présente l'évolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de recouvrance des empreintes résiduelles pour différents temps d'application de charge. Les résultats expérimentaux sont confrontés à l'analyse numérique du retour viscoélastique de l'empreinte résiduelle dont le comportement est identifié lors de l'essai de relaxation dont la déformation vraie appliquée est égale à 2.4% (*id3*).

Ces résultats numériques décrivent correctement les résultats expérimentaux : les tendances des courbes obtenues sont bonnes et décrivent bien la cicatrisation complète des empreintes résiduelles obtenues. Pour mémoire, les images de l'essai réalisé pour un temps d'application de charge égale à 10 s n'ont pas pu être traitées car la recouvrance de l'empreinte résiduelle était quasi instantanée.

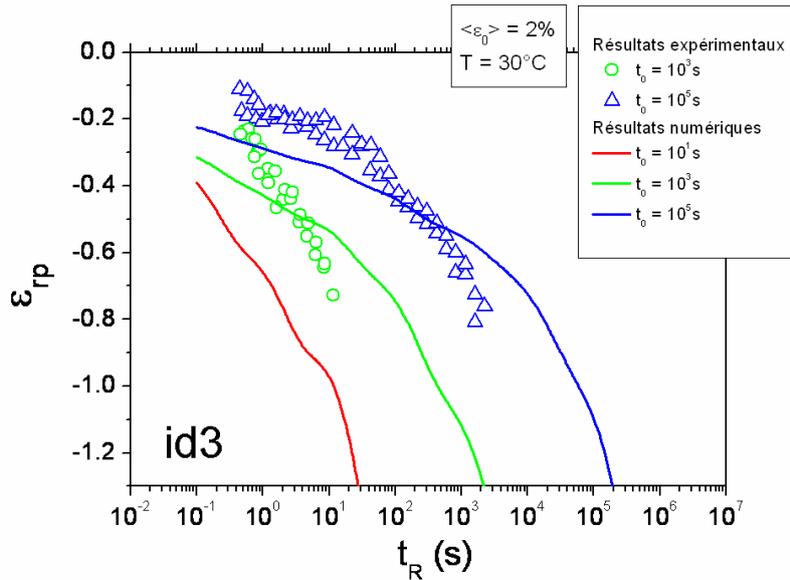


Figure 4 - 19 : Phase de recouvrance de l'empreinte résiduelle – Comparaison entre l'analyse numérique et les résultats expérimentaux - Evolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de recouvrance pour différents temps de maintien en charge ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 2\%$, $R = 400 \mu\text{m}$, $T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$, id3)

4.5.2.2. Déformation moyenne initiale appliquée égale à 4%

La Figure 4 - 20 présente l'évolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de recouvrance des empreintes résiduelles pour différents temps d'application de charge. Les résultats expérimentaux sont confrontés à l'analyse numérique du retour viscoélastique de l'empreinte résiduelle. L'identification du comportement viscoélastique est réalisée à partir de l'essai de relaxation dont la déformation vraie appliquée est égale à 4% (id4).

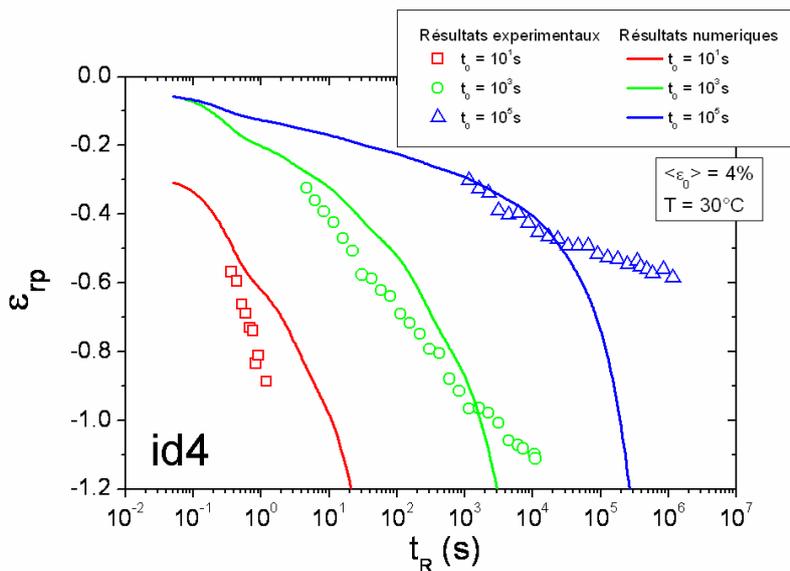


Figure 4 - 20 : Phase de recouvrance de l'empreinte résiduelle – Comparaison entre l'analyse numérique et les résultats expérimentaux - Evolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de recouvrance pour différents temps de maintien en charge ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $R = 400 \mu\text{m}$, $T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$, id4)

Les résultats numériques suivent plus ou moins bien les résultats obtenus expérimentalement. Pour un temps d'application de charge égal à 10 s, la simulation numérique décrit correctement le résultat expérimental, à savoir une cicatrisation très rapide de l'empreinte résiduelle. Pour un temps d'application de charge égal à 10^3 s, la cicatrisation complète de l'empreinte résiduelle est également simulée, néanmoins, à partir d'un temps de recouvrance égal à 10^2 s, les tendances des courbes s'opposent. Le comportement non linéaire à la décharge, décrit en section 3.4.3, n'est pas modélisé par la loi de comportement utilisée. En conséquence, pour un temps d'application de charge égal à 10^5 s, la simulation numérique ne prévoit pas le comportement non linéaire du PMMA et la déformation permanente observée.

4.5.3. Discussions et interprétations des résultats

4.5.3.1. Influence du choix de l'identification

La déformation vraie imposée lors du test de relaxation des pions cylindriques, support de l'identification réalisée, est primordiale dans l'analyse des essais de microindentation en fluage et recouvrance. La déformation moyenne de contact de Tabor est un paramètre intéressant pour définir la déformation vraie à imposer lors de l'essai de relaxation. En effet la Figure 4 - 17 et dans une certaine mesure la Figure 4 - 15 montrent qu'une identification réalisée pour une déformation vraie appliquée égale à la déformation moyenne de contact de Tabor permet d'obtenir les meilleurs résultats. La Figure 4 - 21 présente l'évolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de fluage pour des essais à une déformation moyenne de contact égale à 4% et une température de 30 °C. Le résultat expérimental est confronté à deux simulations numériques du contact viscoélastique correspondant aux deux identifications réalisées pour des déformations vraies égales à 2.4%(id3) et 4%(id4).

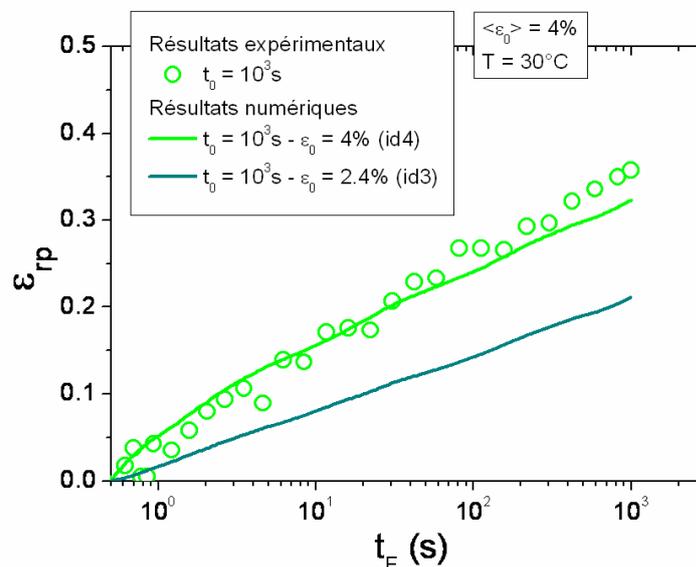


Figure 4 - 21 : Phase de fluage pour un contact sphère / plan – Comparaison entre l'analyse numérique et les résultats expérimentaux - Evolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de fluage – Influence de l'identification réalisé ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $R = 400 \mu\text{m}$, $t_0 = 10^3 \text{ s}$, $T = 30 \text{ °C}$, id3 & id4)

L'identification réalisée pour une déformation vraie égale à 2.4% sous-estime le résultat obtenu. Ce résultat est à prendre en compte dans l'analyse des courbes obtenues Figure 4 - 15. Une identification réalisée pour une déformation vraie égale à 2% aurait permis une meilleure corrélation avec les résultats expérimentaux lors de la phase de fluage de contact.

4.5.3.2. Apparition de la plasticité lors de la phase de fluage

Les résultats concernant la phase de recouvrance présentés Figure 4 - 20 montrent que de la plasticité est apparue lors de la phase de fluage : une empreinte résiduelle permanente existe. Le modèle numérique développé ne prend pas en compte un comportement viscoplastique, les résultats de l'analyse numérique lors de la phase de recouvrance ne peuvent donc pas décrire l'apparition d'une déformation permanente. L'étude préliminaire concernant la prise en compte d'un comportement élasto-viscoélastique-viscoplastique est présentée en section 4.6.1.

Lors de la phase de fluage, les résultats présentés Figure 4 - 17 montrent que les simulations numériques sous-estiment les valeurs expérimentales obtenues. Si la viscoplasticité était prise en compte dans le modèle, les courbes devraient se superposer. En effet, l'apparition de plasticité avec le temps serait à l'origine, dans ces conditions d'essai, d'un écoulement plus important du matériau. Un enfoncement plus important de l'indenteur dans le matériau explique la différence observée par rapport à une description purement viscoélastique du contact.

Néanmoins une cicatrisation complète est observée pour la courbe correspondant à un temps de maintien en charge égale 10^3 s. Soit la plasticité apparaît au début du déchargement (de manière comparable à l'apparition des fissures parallèles à la surface des indents [74]), soit la plasticité est confinée dans un petit volume sub-surfacique lors de la phase de chargement. La plasticité peut freiner le retour viscoélastique de l'empreinte malgré que la cicatrisation soit considérée comme complète. La description des champs de déformations viscoélastiques doit permettre de mieux cerner les différences observées lors de la cicatrisation des empreintes résiduelles.

4.5.3.3. Etude des champs de contraintes et de déformations

4.5.3.3.1. Déformation moyenne initiale appliquée égale à 2%

La Figure 4 - 22 présente les champs de déformations (ε_{11}) obtenus lors d'un contact sphère / plan pour deux temps de maintien en charge ($t_F = 0.5$ s et $t_F = t_0$), un temps de recouvrance ($t_R = t_0/10$), une déformation moyenne initiale égale à 2% et une température de 30 °C. L'identification correspond à une déformation vraie imposée égale à 2.4% (*id3*).

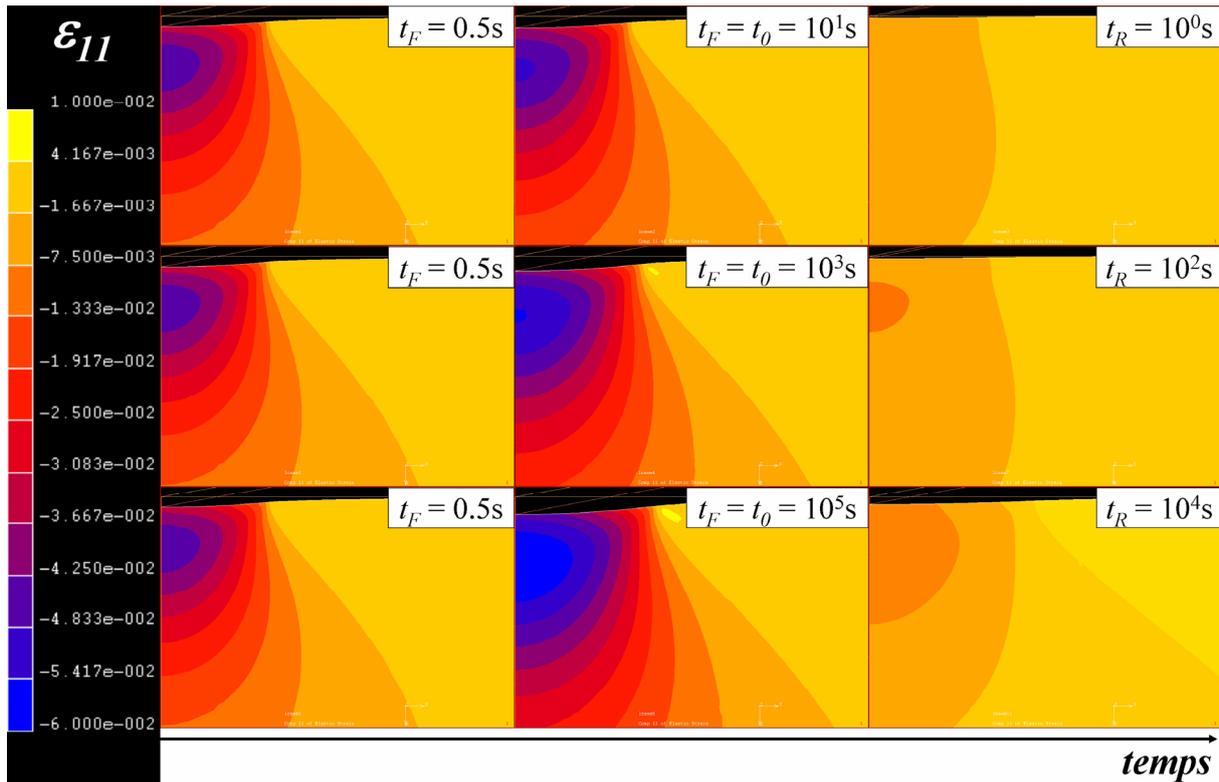


Figure 4 - 22 : Champs de déformations 11 pour deux temps de maintien en charge à $t_F = 0.5$ s et $t_F = t_0$ et un temps de recouvrance $t_R = t_0/10$ pour différents temps de maintien en charge ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 2\%$, $R = 400 \mu\text{m}$, $T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$, id3)

Les valeurs des déformations relevées sont importantes par rapport à la déformation moyenne de contact imposée initialement. A $t_F = 0.5$ s, la valeur maximale est égale à 4% à $t_F = 0.5$ s et croit jusqu'à atteindre une valeur égale à 6% pour le temps de maintien en charge le plus long. Néanmoins, malgré l'importance de ces valeurs, la cicatrisation est réalisée de manière complète quel que soit le temps d'application de charge étudié comme le montre la Figure 4 - 19. Pour un temps de recouvrance égal à $t_0/10$, la déformation résiduelle est égale, dans le cas le plus défavorable, à 1%.

La contrainte de von Mises (σ_{VM}), définie équation (4 - 7) est un bon indicateur de la contrainte équivalente subie par le volume sollicité. Au-delà d'une valeur supérieure à la contrainte d'écoulement plastique du matériau, la plasticité apparaît. La contrainte de von Mises est définie par l'équation suivante :

$$\sigma_{VM} = \left[\left[(\sigma_x - \sigma_y)^2 + (\sigma_y - \sigma_z)^2 + (\sigma_z - \sigma_x)^2 + 6(\tau_{xy}^2 + \tau_{yz}^2 + \tau_{zx}^2) \right]^{1/2} \right] \cdot \sqrt{2} \quad (4 - 7)$$

La Figure 4 - 23 présente les champs de contraintes équivalentes de von Mises lors d'un contact sphère / plan pour deux temps de maintien en charge ($t_F = 0.5$ s et $t_F = t_0$), une déformation moyenne initiale égale à 2% et une température de 30 °C.

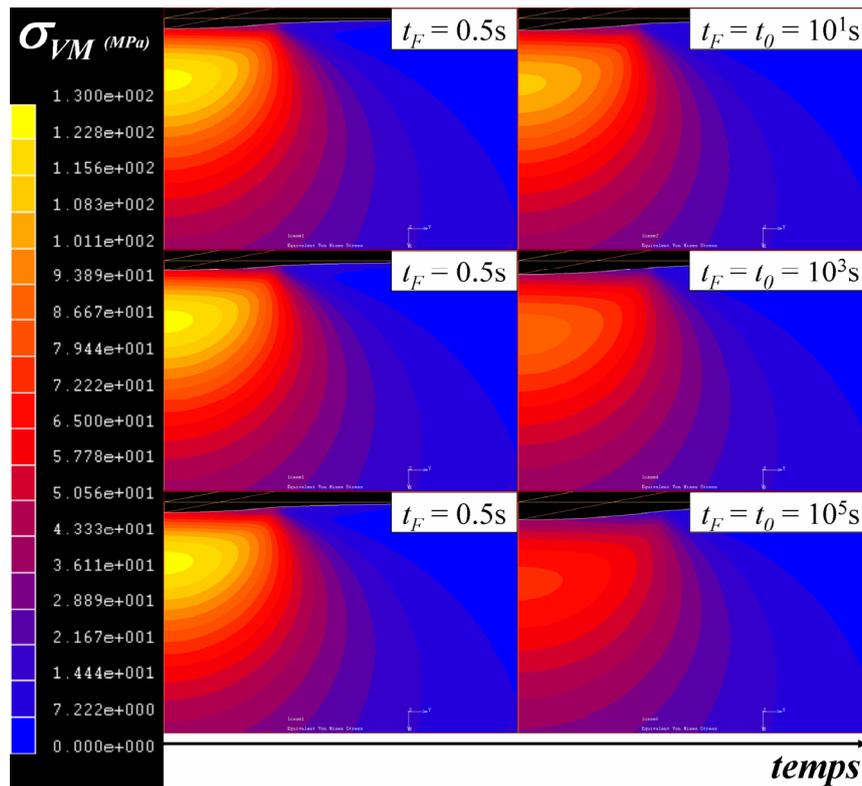


Figure 4 - 23 : Champs des contraintes de von Mises pour deux temps de maintien en charge à $t_F = 0.5s$ et à $t_F = t_0$ pour différents temps de maintien en charge ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 2\%$, $R = 400 \mu m$, $T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$, $id3$)

On observe que la valeur maximale de la contrainte de von Mises est égale à 130 MPa. Compte tenu des résultats présentés Figure 4 - 19, la contrainte d'écoulement plastique n'a pas été dépassée lors de la mise en charge du système puisque la cicatrisation est complète. La contrainte d'écoulement plastique relevée en compression uniaxiale Figure 2 - 6 à une température de 30 °C confirme l'absence de plasticité pour ce niveau de contrainte atteint. Comme la contrainte de von Mises diminue avec le temps de maintien en charge, la valeur maximale obtenue pour le temps de maintien en charge le plus long n'est que de 80MPa. Si la contrainte imposée à t_0 n'a pas généré de déformation plastique, il n'est pas constaté de plasticité lors de l'essai, bien que les déformations atteignent 6%. On peut observer également que la pression moyenne de contact, présenté Figure 4 - 16, est représentative de la contrainte de von Mises maximale obtenue.

4.5.3.3.2. Déformation moyenne initiale appliquée égale à 4%

La Figure 4 - 24 présente les contraintes équivalentes de von Mises lors d'un contact sphère / plan pour deux temps de maintien en charge ($t_F = 0.5s$ et $t_F = t_0$), une déformation moyenne initiale égale à 4% et une température de 30 °C.

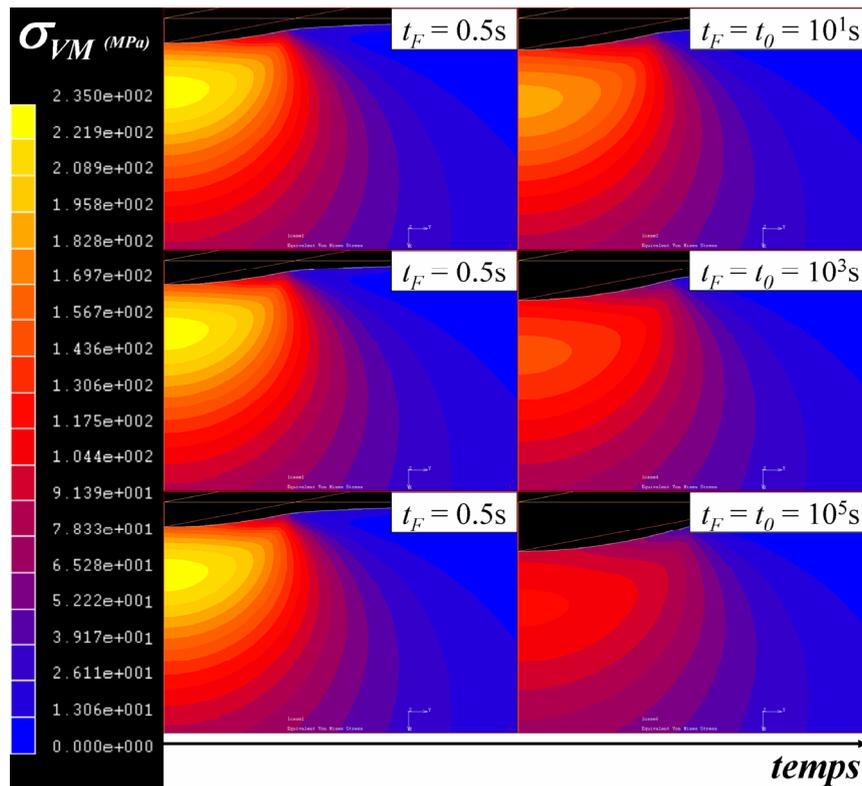


Figure 4 - 24 : Champs des contraintes de von Mises pour deux temps de maintien en charge à $t_F = 0.5 \text{ s}$ et à $t_F = t_0$ pour différents temps de maintien en charge ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$,
 $R = 400 \mu\text{m}$, $T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$, $id4$)

Dès le chargement, la contrainte équivalente de von Mises admet un maximum égal à 235 MPa à t_F égal à 0.5 s. Cette valeur est bien supérieure à la contrainte d'écoulement plastique du PMMA (~130 MPa). Néanmoins des cicatrises complètes sont observées pour les temps d'application de charge les plus courts. Or, pour ces niveaux de contrainte, de la plasticité est présente dans le volume déformé. Les résultats expérimentaux semblent montrer qu'il y a lieu de dissocier l'apparition de plasticité dans un volume situé sous la surface de la plasticité développé dans un volume à la surface. Les simulations numériques montrent que la diminution de la contrainte moyenne et de la contrainte équivalente de von Mises en fonction du temps de maintien en charge est importante et que le niveau de déformation comme la localisation de la déformation pourraient être des éléments plus représentatifs des conditions d'apparition de la plasticité dans le contact.

Lorsque la déformation moyenne initiale de contact est égale à 4%, les valeurs relevées pour les champs de déformations sont fortement modifiées par rapport aux valeurs correspondant à une déformation moyenne initiale de contact égale à 2%. La Figure 4 - 25 présente les champs de déformations (ε_{11}) lors d'un contact sphère / plan pour deux temps de maintien en charge ($t_F = 0.5 \text{ s}$ et $t_F = t_0$), un temps de recouvrance ($t_R = t_0/10$), une déformation moyenne initiale égale à 4% et une température de 30 °C. L'identification correspond à une déformation vraie imposée égale à 4% ($id4$).

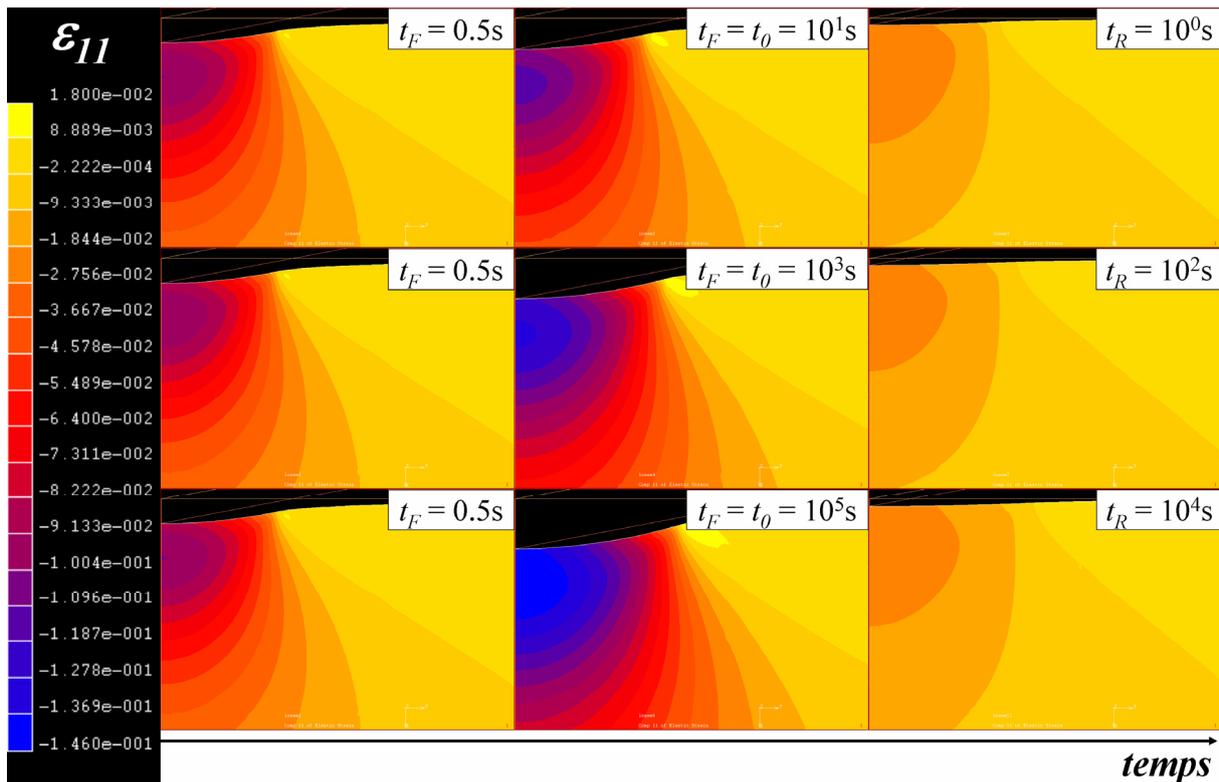


Figure 4 - 25 : Champs de déformations ϵ_{11} pour deux temps de maintien en charge à $t_F = 0.5$ s et $t_F = t_0$ et un temps de recouvrance $t_R = t_0/10$ pour différents temps de maintien en charge ($\langle \epsilon_0 \rangle = 4\%$, $R = 400 \mu\text{m}$, $T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$, id4)

A $t_F = 0.5$ s, la valeur maximale atteinte est égale à 8%. Les courbes correspondant au temps de maintien en charge les plus faibles, présenté Figure 4 - 20, admettent une cicatrisation considéré comme complète. Le champ de déformation correspondant à un temps de maintien en fluage égale à 10^3 s admet un maximum égal à 10%. La recouvrance obtenue pour cet essai admet une cicatrisation effectivement non linéaire mais considérée comme complète. Le champ de déformation correspondant au temps de maintien en fluage le plus long admet un maximum égal à 14.6% et une déformation à la surface du matériau égale à 10%. La recouvrance obtenue pour cet essai n'est pas complète et une déformation permanente est obtenue. De la plasticité s'est développé dans le volume sollicité. Cette plasticité confinée dans un volume sous le contact freine le retour viscoélastique comme le montre la courbe correspondant à un temps de maintien en charge égal à 10^3 s.

En première approche, compte tenu des résultats présentés Figure 4 - 20 il semble que c'est à partir d'une déformation supérieure à 10% et développée à la surface du contact que l'empreinte résiduelle admet une déformation permanente. Cette hypothèse est illustrée Figure 4 - 26 :

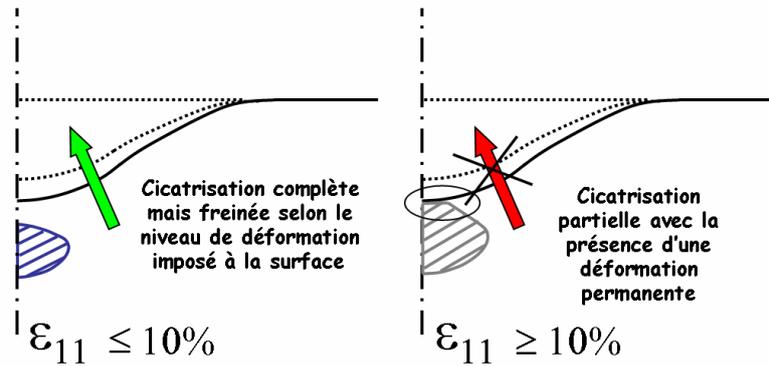


Figure 4 - 26 : Phase de recouvrance – Illustration du blocage de la recouvrance compte tenu du positionnement et des valeurs des déformations relevées sous le contact

Les champs de déformations lors de la recouvrance pour un temps de recouvrance égal à $t_0/10$ présentent une déformation maximale égale à 1.8%. Le comportement purement viscoélastique modélisé ici ne permet pas de dire si cette valeur est représentative de la déformation plastique pour l'essai correspondant à un temps d'application de charge égale à 10^5 s.

Les valeurs des déformations relevées sont très importantes et posent la question du formalisme à utiliser dans le cadre d'un contact dont la déformation moyenne initiale de Tabor est égale à 4%. Il semble nécessaire de travailler en grande déformation. Une comparaison entre les résultats avec un formalisme en petite déformation et ceux obtenus en grande déformation a été réalisée.

4.5.3.4. Comparaison à une formulation en grande déformation

La formulation en grande déformation utilisée est une formulation Lagrangienne actualisée, ce qui signifie que les contraintes et les déformations sont écrites dans la configuration locale du système et non dans la configuration globale. Dans cette configuration, pour une déformation moyenne de contact initiale égale à 4% et un temps de maintien en charge de 10^5 s, la valeur de la déformation maximale obtenue est égale à 16.3%. Soit une augmentation de 11.6% par rapport à la valeur de 14.6% relevée dans le cadre de la formulation en petite déformation. Cette différence ne modifie pas fondamentalement la forme du champ de déformation obtenue. De plus, la cicatrisation obtenue pour la simulation numérique réalisée en grande déformation ne permet pas d'obtenir une meilleure description du résultat expérimental.

La formulation en grande déformation reste néanmoins une perspective logique de ce travail compte tenu des valeurs relevées dans l'analyse des champs de déformations et de contraintes. Plusieurs perspectives supplémentaires sont présentées ici pour espérer une meilleure analyse des résultats expérimentaux et à terme des prédictions de comportement. La compréhension du comportement à la cicatrisation des couches minces est également abordée.

4.6. Perspectives

4.6.1. Un modèle élasto-viscoélastique-viscoplastique

Les premières conclusions de cette étude montrent qu'il est nécessaire de développer un modèle qui permette une meilleure description des phénomènes complexes présents lors d'un essai de microindentation. La prise en compte de la viscoplasticité est un défi important à relever. Il semble qu'un critère d'apparition de la plasticité corrélé à la contrainte d'écoulement plastique ne soit pas la solution idéale pour permettre la prise en compte de la viscoplasticité. En effet, la non cicatrisation semble apparaître pour un niveau de déformation donné et non pour un niveau de contrainte atteint. L'objectif est donc d'incrémenter une part de plasticité corrélée à un niveau de déformation atteint. L'outil numérique utilisé ne semble pas permettre à l'heure actuelle une gestion correcte de la prise en compte d'un tel critère. L'évolution du modèle élasto-viscoélastique vers un modèle élasto-viscoélastique-viscoplastique est une des perspectives importantes à résoudre dans les études à venir.

4.6.2. Amélioration des propriétés viscoélastiques du maillage

Une amélioration du comportement viscoélastique du maillage peut également être envisagée compte tenu des gradients de déformations relevés lors de l'observation des champs de déformations. L'idée principale est la mise en place d'un comportement spécifique à une sollicitation en déformation. Ainsi, l'identification correspondante à la déformation vraie imposée la plus importante doit correspondre aux éléments les plus sollicités. A l'inverse, l'identification correspondante à la déformation vraie imposée la plus faible doit correspondre aux éléments les moins sollicités. La Figure 4 - 27 présente le type de maillage obtenu à partir de l'utilisation des quatre identifications réalisées.

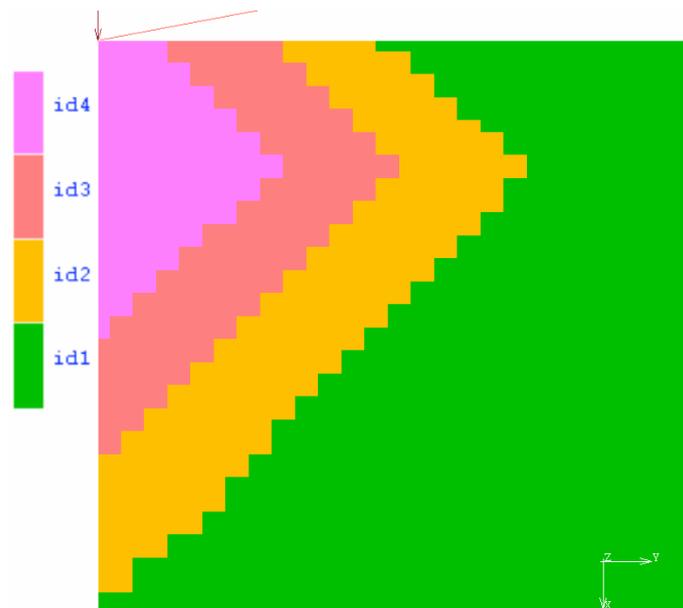


Figure 4 - 27 : Adaptation du maillage au champs de déformations obtenues

Ce type de maillage est une approximation grossière du but recherché pour une modélisation conforme à la réalité physique. Les résultats obtenus sont présentés Figure 4 - 28.

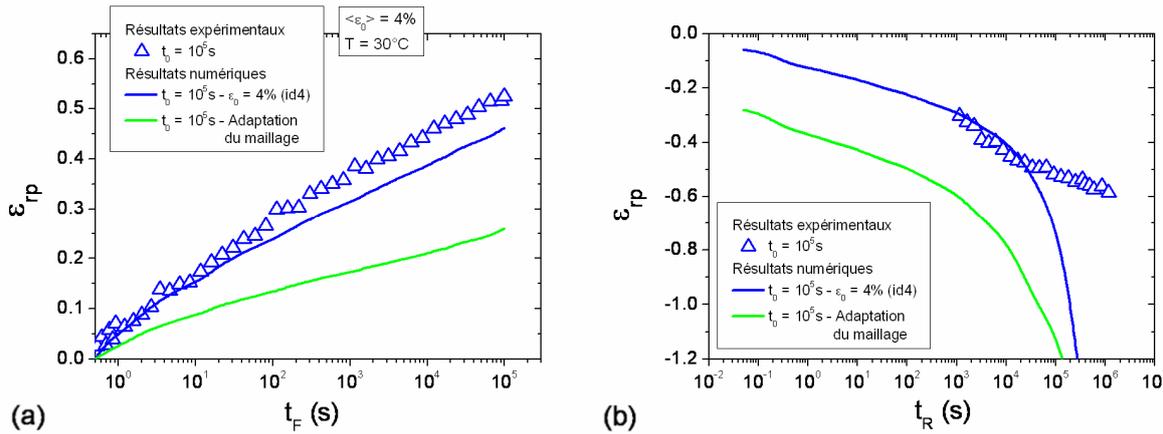


Figure 4 - 28 : Phase de fluage et de recouvrance– Evolution de la déformation représentative proposée en fonction (a) du temps de fluage et (b) du temps de recouvrance - Comparaison entre l'analyse numérique et le résultat expérimental et influence d'une adaptation spécifique du maillage ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $R = 400 \mu\text{m}$, $T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$, $t_0 = 10^5 \text{ s}$)

Lors de la phase de fluage, comme lors de la phase de recouvrance, le résultat obtenu sous-estime nettement le résultat expérimental. L'adaptation du maillage, présenté Figure 4 - 27, ne permet pas d'obtenir une meilleure corrélation par rapport aux résultats obtenus préalablement. Néanmoins, il aurait été intéressant de comparer les résultats obtenus numériquement (à partir de l'utilisation de ce maillage) aux résultats expérimentaux correspondant à une déformation moyenne de contact de 2%. En effet les déformations relevées Figure 4 - 22 sont plus proches des niveaux de déformation appliquée lors des identifications.

L'aboutissement de ce développement devra consister à attribuer une identification propre à un niveau de déformation. L'identification propre à chaque élément sera modifiée pour prendre en compte l'évolution du champ de déformations avec le temps de maintien en charge. Néanmoins, à partir des premières tendances observées, il semble que la déformation imposée lors des tests de relaxation, permettant les identifications nécessaires, doit être plus importante pour permettre une meilleure corrélation avec les résultats expérimentaux. Dans l'état actuel, cette modélisation pourra être un moyen de piloter l'ajustement des résultats si le fluage du contact, après intégration de la viscoplasticité dans le modèle, est trop rapide.

4.6.3. Couches minces

Une perspective supplémentaire concerne l'étude du comportement viscoélastique d'une couche mince soumise à un essai de microindentation. Plusieurs études se sont attachées à décrire l'influence de l'épaisseur d'une couche déposée sur un substrat lors d'un essai de rayure [75] mais également lors d'un essai d'indentation [76] et notamment le développement de modèle permettant le calcul d'un module d'élasticité équivalent [77].

L'étude de Bucaille montre que le rapport e/h est un paramètre qui permet de prédire l'apparition d'une modification des résultats obtenus de part l'effet du substrat. h correspond à l'enfoncement réel de l'indenteur dans le matériau et e correspond à l'épaisseur de la couche. La Figure 4 - 29 présente les résultats obtenus dans la description viscoélastique d'un contact sphère / plan pour une déformation moyenne initiale égale à 4%, un temps d'application de

charge égal à 10^5 s, une température de 30 °C et pour deux couches minces déposées sur un substrat infiniment rigide.

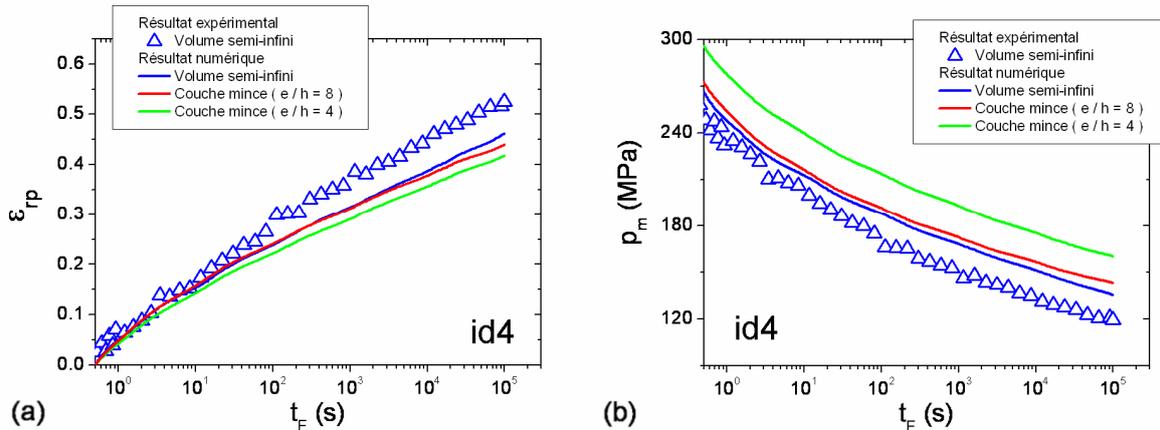


Figure 4 - 29 : Phase de fluage – Evolution (a) de la déformation représentative proposée et (b) de la pression moyenne de contact en fonction du temps de fluage - Comparaison entre l'analyse numérique et le résultat expérimental et influence de l'épaisseur de la couche mince déposée ($\langle \epsilon_0 \rangle = 4\%$,

$$R = 400\ \mu\text{m} , T = 30\text{ °C}$$

Les résultats de fluage du contact sont modifiés par l'effet du substrat. Le confinement obtenu empêche le fluage du contact. L'effet du substrat apparaît d'autant plus tôt et est d'autant plus marqué que l'épaisseur de la couche est petite au regard de l'enfoncement de la sphère dans le matériau. Il est admis qu'à partir d'un rapport $e/h = 6$, le substrat modifie les résultats obtenus lors d'une indentation. Les rapports choisis semblent valider cette valeur. En effet pour un rapport e/h égale à 4, l'effet du substrat est observé dès la mise en contact. Pour un rapport e/h égal à 8%, l'effet du confinement n'est pas obtenu directement mais à partir d'un temps de maintien en fluage égal à 3000 s. Le fluage du contact a pour conséquence une diminution du rapport e/h avec le temps de maintien en charge. Le rapport e/h est égale à 6.5 pour un temps de maintien de charge égal à 3000 s et confirme la valeur de 6 généralement admise. On observe également que la contrainte moyenne augmente avec le confinement. Les résultats obtenus pour la phase de recouvrance (non présentés ici) montrent une cicatrisation sensiblement plus rapide que lorsque le matériau est considéré comme semi infini.

Numériquement, dans le cadre d'un comportement viscoélastique, l'application d'une couche mince sur un matériau tend à améliorer ses propriétés cicatrisantes de part l'influence du substrat. Néanmoins, la piézodépendance et la plasticité ne sont pas pris en compte dans le modèle. Il n'est donc pas possible de généraliser cette tendance. Expérimentalement, la qualité du dépôt est un paramètre important compte tenu des fortes pressions moyennes de contact obtenues et répercutées à l'interface. La comparaison avec des essais expérimentaux dans les conditions d'essai décrites ici n'a pu être réalisée.

4.7. Conclusion

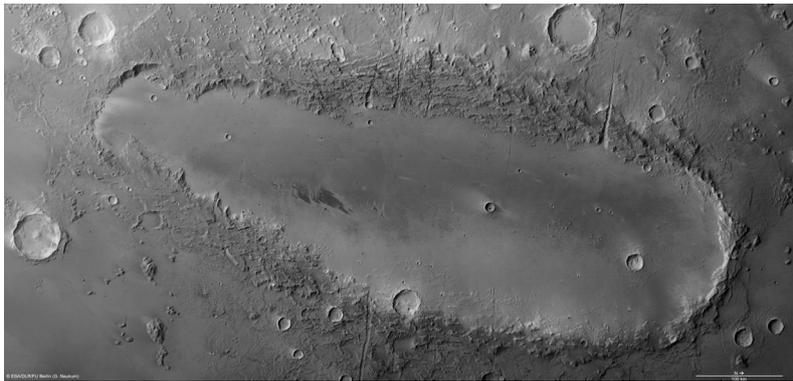
Les modèles numériques développés dans le cadre de cette thèse permettent une première description du comportement viscoélastique du PMMA lors d'un essai de microindentation en fluage et recouvrance. Les particularités de ces modèles, principalement la gestion du pilotage, permettent de modéliser les essais expérimentaux de la manière la plus proche possible des conditions expérimentales. L'identification du comportement viscoélastique à partir des essais de relaxation permet d'obtenir des résultats intéressants dans le domaine de la description d'un comportement viscoélastique linéaire.

Les résultats numériques des essais de microindentation mettent à jour plusieurs points importants concernant l'apparition de plasticité dans le contact. Malgré des déformations importantes relevées dans le volume sollicité et la forte probabilité de la présence d'un volume plastifié sous le contact, une cicatrisation considérée comme complète peut être observée. Il apparaît que lorsque la déformation atteint une valeur de l'ordre de 10% à la surface du contact, la cicatrisation n'est plus réalisée complètement.

Cet aspect rend difficile la prise en compte de la viscoplasticité dans les modèles développés. Le choix du critère de plasticité est important pour rendre compte correctement des phénomènes observés. Il semble que pour une température d'essai de 30 °C et une déformation moyenne initiale comprise entre 2% et 4%, un critère d'apparition de la plasticité en fonction de la déformation doit être choisi. Ce type de critère est abordé dans quelques études [24, 78] et est une des perspectives de ce travail.

Les perspectives concernant une identification spécifique à un niveau de déformation est intéressante mais ne reste pas suffisante pour décrire complètement les phénomènes observés. Les difficultés numériques concernant la prise en compte de la viscoplasticité dans le modèle sont abordées. Si numériquement, la compréhension de la viscoélasticité lors d'un contact confiné se heurte à l'intégration de la plasticité et de la piézodépendance dans le modèle, expérimentalement, des essais devront être réalisés en garantissant l'adhérence d'une couche mince sur un substrat rigide [79].

5. Une première approche de la description d'une rayure viscoélastique



C'est l'inconnu qui m'attire. Quand je vois un écheveau bien enchevêtré, je me dis qu'il serait bien de trouver un fil conducteur.
Pierre Gilles de Gennes (1932 – 2007)

Chapitre 5 : Une première approche de la description d'une rayure viscoélastique

5.1. Introduction.....	128
5.2. Etudes expérimentales	128
5.2.1. Influence de la vitesse de glissement.....	128
5.2.2. Influence du rapport a/R	130
5.2.3. Influence du frottement	131
5.2.4. Discussions et interprétations.....	132
5.3. Simulation numérique d'une rayure viscoélastique.....	133
5.3.1. Moyens numériques mis en œuvre	133
5.3.1.1. Modèle utilisé	133
5.3.1.2. Identification choisie	134
5.3.1.3. Pilotage	134
5.3.1.4. Vitesse de déformation équivalente.....	135
5.3.2. Présentation des résultats	135
5.3.2.1. Influence de la vitesse de glissement.....	135
5.3.2.2. Influence du rapport a/R	136
5.3.2.3. Influence du frottement.....	137
5.3.3. Discussions et interprétations.....	138
5.4. Conclusion et perspectives.....	140

5.1. Introduction

Les travaux réalisés dans le cadre d'une indentation en fluage et de la recouvrance d'une empreinte permettent une première description de la viscoélasticité lors d'un contact. Les moyens, tant expérimentaux que numériques, sont utilisés ici dans le cadre de l'étude de la viscoélasticité du sillon résiduel obtenu lors d'une rayure. Les études réalisées au sein de notre équipe ont permis de mettre à jour le comportement particulier d'un polymère amorphe soumis à un essai de rayure [67, 71, 80, 81]. L'étude présentée ici s'attache à décrire, expérimentalement et numériquement, le retour viscoélastique du fond du sillon résiduel en fonction du temps. Présenté en section 1.4.2, Pelletier *et Al.* montrent que le retour "viscoélastique" du bord du sillon peut être décrit numériquement avec un comportement élasto-plastique. Le retour du sillon résiduel est alors lié à la décharge élastique.

Une première partie présente les résultats expérimentaux et les premières conclusions obtenus. La seconde partie s'attache à obtenir une première description numérique d'une rayure sur une surface de polymère.

5.2. Etudes expérimentales

Le type d'essai réalisé et le post traitement proposé dans le cadre de l'étude du retour viscoélastique du fond du sillon résiduel sont présentés en section 2.5. Il est à noter que les résultats présentés ici sont considérés valides à partir du moment où chaque élément de matière subit un cycle de charge / décharge complet, donc un passage complet de la pointe. Lors de la phase de recouvrance, les franges d'interférence, relevées à une position inférieure à un rayon de contact du centre du dernier contact, permettent l'obtention de points expérimentaux qui sont présentés "grisés" dans la présentation suivante des résultats.

Les images illustrant le comportement relevé lors de la phase de rayure à la suite des graphiques ont été inversées/retournées pour permettre une meilleure lisibilité de l'évolution du sillon à mesure que l'indenteur s'éloigne.

5.2.1. Influence de la vitesse de glissement

La Figure 5 - 1 présente l'évolution de la profondeur du sillon résiduel normée par le rayon de contact glissant (z/a) en fonction du temps de recouvrance (t_R) pour différentes vitesses de glissement (V).

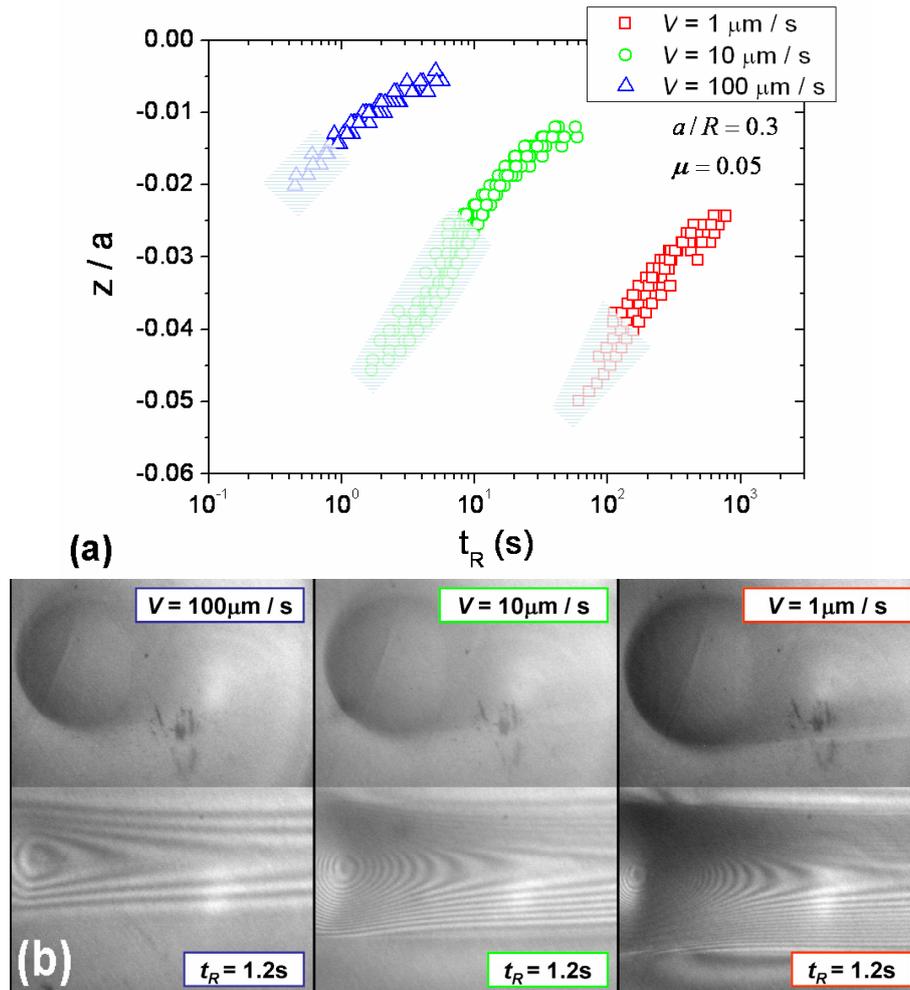


Figure 5 - 1 : Recouvrement des sillons – (a) Evolution de la profondeur du sillon résiduel normée par le rayon du contact glissant (z/a) en fonction du temps de recouvrement (t_R) pour différentes vitesses de glissement (V) – (b) Images correspondant aux différentes vitesses de glissement lors de la phase de rayure ($T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$; $a/R = 0.3$; $\mu = 0.05$; $R = 400 \mu\text{m}$)

La profondeur du sillon résiduel diminue avec le temps de recouvrement. L'influence de la vitesse de glissement est importante dans la cinétique du retour viscoélastique du sillon résiduel. La vitesse de glissement peut également être à l'origine d'une déformation permanente comme semble le montrer la courbe correspond à la vitesse de glissement la plus faible. Pour une différence d'une décade dans la vitesse de glissement imposée, on observe un décalage dans le temps de recouvrement de l'ordre d'une décade et demie.

Il est important de noter que la valeur du rapport a/R indiqué sur la figure et égal à 0.3 est indicatif de la moyenne des trois rapports a/R réellement obtenus lors de ces trois essais. En effet, l'unique paramètre modifié initialement lors de ces trois essais est la vitesse de glissement et il est démontré que, pour une force normale appliquée constante, la vitesse de glissement modifie l'enfoncement réel obtenu de la sphère dans la surface du polymère. Plus la vitesse est importante, plus le rapport a/R diminue. Pour les vitesses de glissement étudiées ici, $1 \mu\text{m/s}$, $10 \mu\text{m/s}$, $100 \mu\text{m/s}$, les rapports a/R sont respectivement égaux à 0.32, 0.3 et 0.28.

Le résultat, Figure 5 - 1, présente l'influence de la vitesse de glissement, mais un effet dû à la modification de la déformation imposée, lié au rapport a/R , peut exister. Pour cela l'influence du rapport a/R est étudiée.

5.2.2. Influence du rapport a/R

La Figure 5 - 2 présente l'évolution de la profondeur du sillon résiduel normée par le rayon de contact glissant (z/a) en fonction du temps de recouvrance (t_R) pour différents rapports a/R .

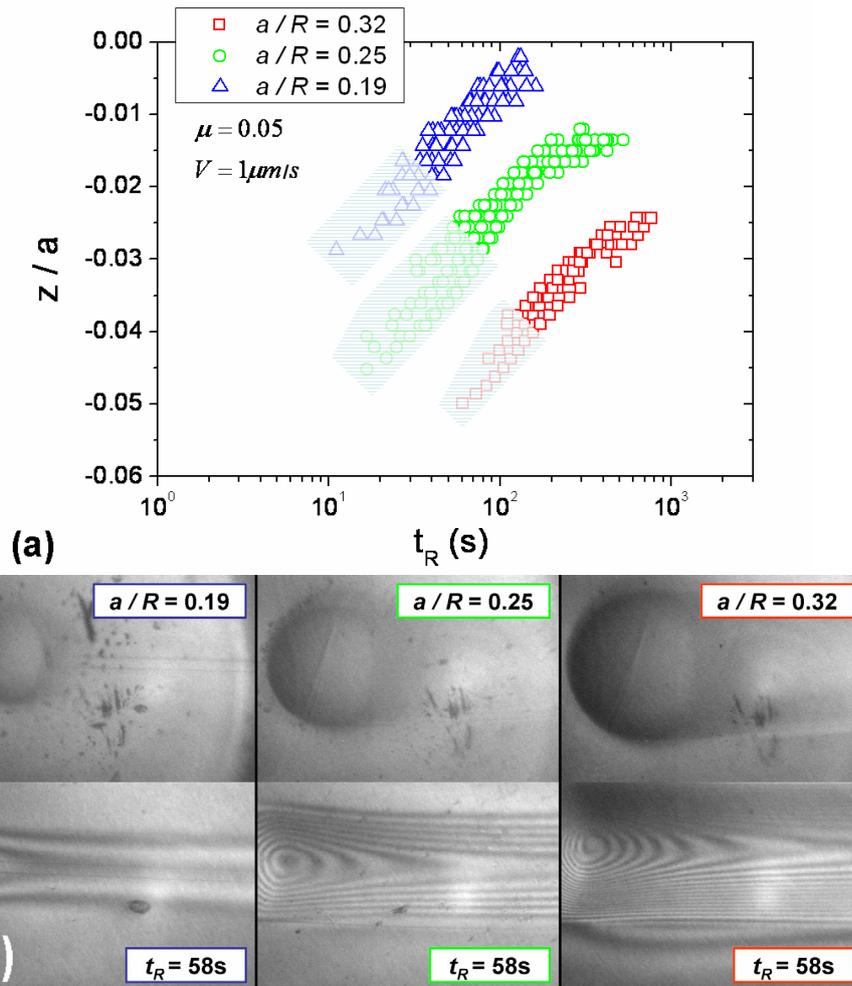


Figure 5 - 2 : Recouvrance des sillons – (a) Evolution de la profondeur du sillon résiduel normée par le rayon du contact glissant (z/a) en fonction du temps de recouvrance (t_R) pour différents rapports a/R – (b) Images correspondant aux différents rapports a/R lors de la phase de rayure ($T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$; $V = 1 \mu\text{m/s}$; $\mu = 0.05$; $R = 400 \mu\text{m}$)

On observe que le rapport a/R a une influence sur le retour viscoélastique d'un sillon résiduel. Ce résultat, attendu, démontre néanmoins qu'il est nécessaire d'augmenter le rapport a/R d'une valeur égale à 0.19 à une valeur égale à 0.32 pour obtenir une différence d'une décade dans la cinétique du retour viscoélastique du sillon résiduel.

5.2.3. Influence du frottement

L'influence du frottement interfacial entre la sphère et le polymère sollicité, est démontré numériquement [82] et la gestion du coefficient de frottement interfacial, présenté en section 2.5.2, doit permettre d'obtenir, expérimentalement, des tendances similaires. La Figure 5 - 3 présente l'évolution de la profondeur du sillon résiduel normée par le rayon de contact glissant (z/a) en fonction du temps de recouvrance (t_R) pour différents niveaux de frottement vrai (μ).

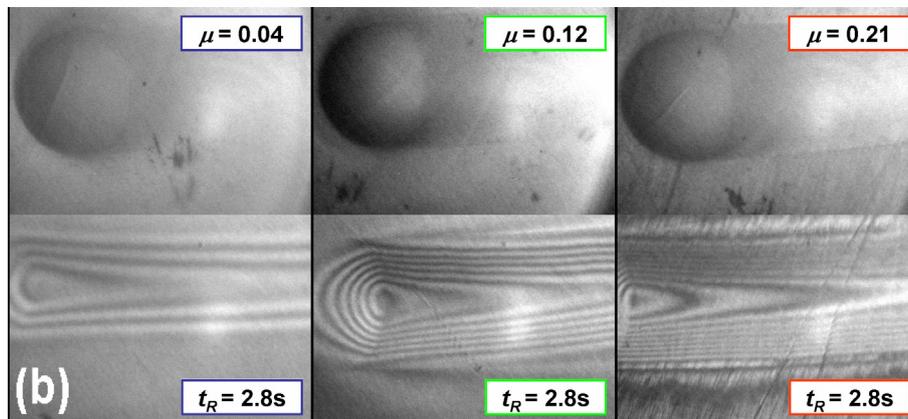
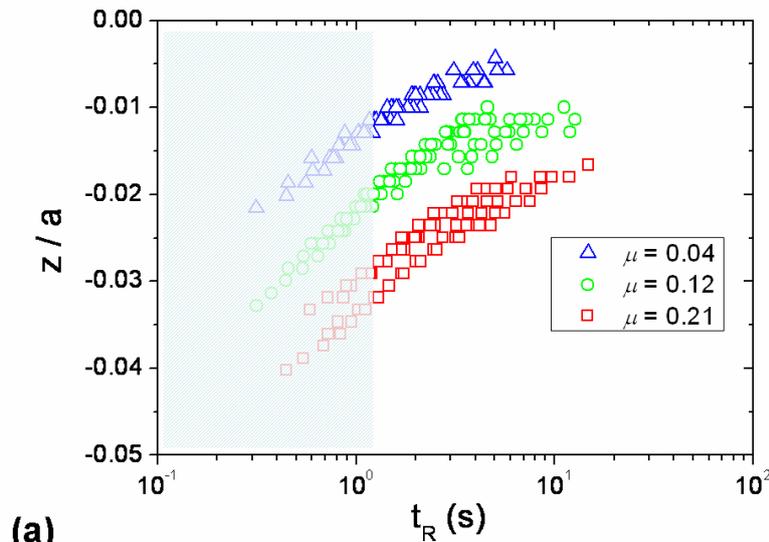


Figure 5 - 3 : Recouvrance des sillons – (a) Evolution de la profondeur du sillon résiduel normée par le rayon du contact glissant (z/a) en fonction du temps de recouvrance (t_R) pour différents niveaux de frottement vrai (μ) – (b) Images correspondant aux différents niveaux de frottement vrai lors de la phase de rayure ($T = 30$ °C ; $V = 100$ $\mu\text{m/s}$; $a/R = 0.28$; $R = 400$ μm)

On observe que le frottement interfacial joue un rôle important dans la cicatrisation d'un sillon résiduel. Plus le frottement est élevé, plus la cicatrisation du sillon résiduel est lente. Une déformation permanente peut être obtenue comme le montre la courbe correspondant au frottement le plus élevé. Les images obtenues lors de la phase de recouvrance montrent également une géométrie différente des profils de cicatrisation. La Figure 5 - 4 illustre l'effet du frottement sur la géométrie du sillon résiduel. Les franges d'interférence qui caractérisent le profil radial du sillon, représentés par des traits bleus, indiquent que la profondeur maximale du sillon résiduel est identique pour les deux images.

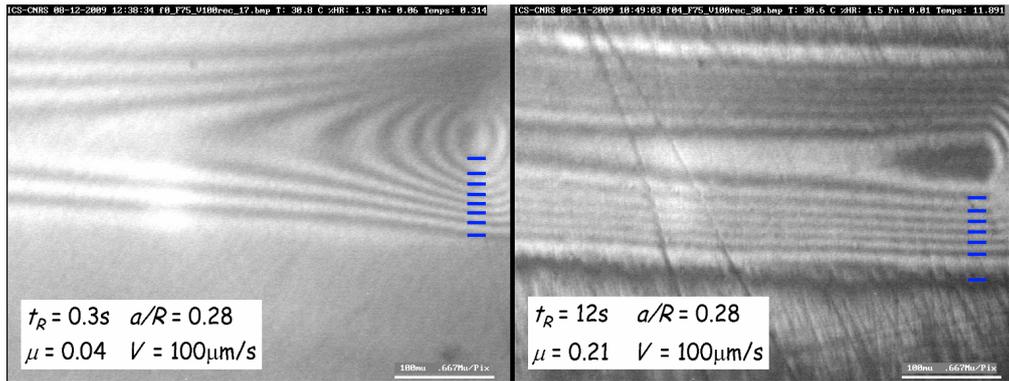


Figure 5 - 4 : Visualisation du sillon résiduel pour une profondeur maximale identique du sillon résiduel ($T = 30\text{ }^{\circ}\text{C}$; $V = 100\text{ }\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$; $a/R = 0.28$; $R = 400\text{ }\mu\text{m}$)

Les profils résiduels des sillons observés sont fortement différents. Pour un frottement faible la cicatrisation complète du sillon est observée. Cette cicatrisation s'opère sur les bords du contact mais également par le fond du sillon résiduel. A l'inverse, pour un frottement interfacial égal à 0.21, les bords du sillon résiduel sont parallèles. L'absence de frange d'interférence dans le fond du sillon résiduel montre une géométrie du sillon résiduel complètement différente. Cette particularité rend difficile le post traitement des essais réalisés pour des frottements élevés à vitesse de glissement faible. La cicatrisation s'opère de manière différente et sur un temps de recouvrance plus long. Pour l'essai réalisé à un frottement égal à 0.04, le sillon résiduel est complètement cicatrisé pour un temps de recouvrance égal à 40s. Pour l'essai réalisé à un frottement égal à 0.21, la cicatrisation n'est pas complète après un temps de recouvrance égal à 10^4 s. Il semble que de la plasticité est apparue lors de la phase de glissement.

L'étude de la recouvrance du sillon résiduel est tributaire de l'analyse du profil radial puisqu'il n'est pas possible d'analyser l'évolution du fond du sillon résiduel si la profondeur maximale du sillon n'est pas connue. Il est nécessaire d'attendre que le temps de cicatrisation soit suffisamment grand pour obtenir une analyse possible des franges d'interférence du profil radial.

5.2.4. Discussions et interprétations

Les résultats présentés Figure 5 - 1 démontrent l'influence de la vitesse de glissement dans le comportement cicatrisant du PMMA. Les rapports a/R sensiblement différents compte tenu de l'effet de la vitesse de glissement associée à un pilotage en force ne peuvent pas expliquer les décalages observés comme le montre la Figure 5 - 2.

La vitesse et la déformation imposé (a/R) sont des paramètres qui gouvernent la physique du contact et la recouvrance d'un sillon. Le frottement interfacial est une spécificité de la rayure et constitue un paramètre de même ordre (cf. Figure 5 - 3). Le frottement interfacial est à l'origine d'une déformation plastique, localisée à la surface du matériau déformé.

La Figure 5 - 5 présente un tableau récapitulatif de l'influence des paramètres expérimentaux étudiés lors d'une rayure d'une sphère sur la surface d'un polymère amorphe.

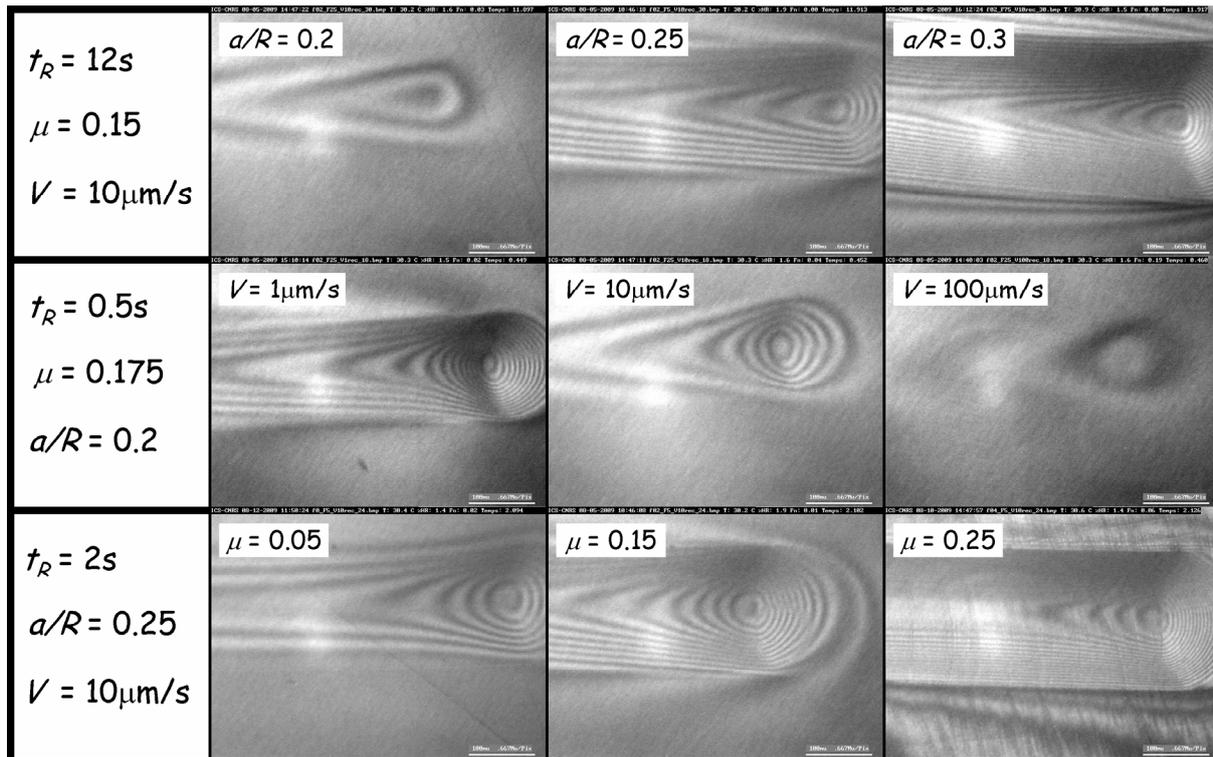


Figure 5 - 5 : Expérimental – Visualisation du sillon résiduel pour différentes conditions expérimentales

L'analyse numérique d'une rayure viscoélastique doit permettre de mieux caractériser l'influence des paramètres expérimentaux étudiés ici.

5.3. Simulation numérique d'une rayure viscoélastique

Cette partie présente les moyens numériques utilisés et les résultats obtenus dans le cadre de la simulation numérique des essais expérimentaux réalisés. La modélisation du comportement mécanique du PMMA est à nouveau une description purement viscoélastique. L'identification de ce comportement est présentée en section 4.4 et le choix du type d'identification est justifié en section 5.3.1.2.

5.3.1. Moyens numériques mis en œuvre

5.3.1.1. Modèle utilisé

La Figure 5 - 6 présente le modèle numérique utilisé dans le cadre de la simulation numérique d'une rayure d'une sphère sur un plan. L'indenteur est infiniment rigide et la taille du maillage est suffisamment importante pour permettre d'éviter les effets de bord au regard des deux rapports a/R étudiés. Le modèle est constitué de 17161 éléments de type hexagonal à 8 nœuds et un point de Gauss. L'interpolation est linéaire entre deux nœuds. Le maillage est affiné autour de la zone de contact.

Un des avantages du logiciel de simulation numérique retenu est que le frottement peut être ajusté. La définition du coefficient de frottement intégré au logiciel correspond à la définition du frottement interfacial défini en section 2.4.3.4. La convergence des simulations réalisées

pour un comportement viscoélastique est obtenue tant que la valeur du coefficient de frottement interfacial n'excède pas une valeur de 0.3.

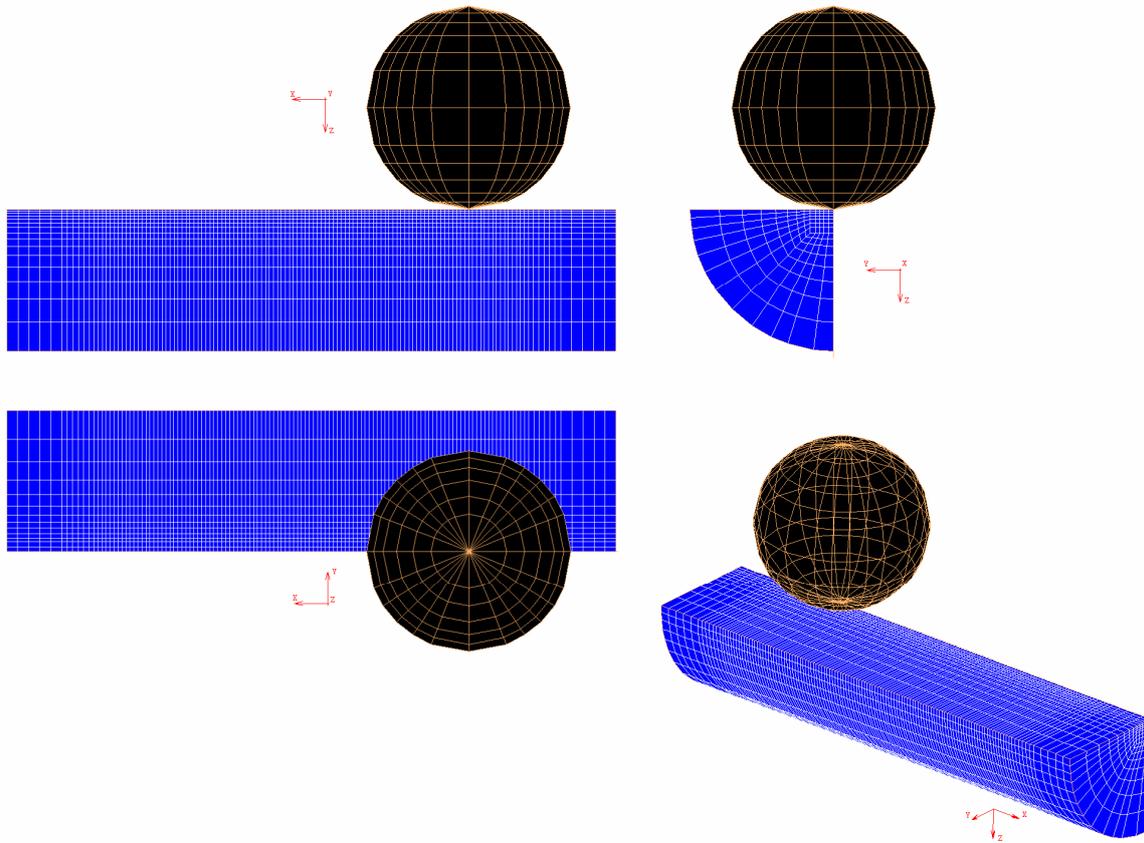


Figure 5 - 6 : Moyen numérique – Modèle numérique d'une rayure

5.3.1.2. Identification choisie

L'identification du comportement viscoélastique est choisie à partir des résultats obtenus lors de la description viscoélastique d'un contact. Deux rapports a/R sont étudiés ici et sont égaux à 0.15 et 0.3. L'identification choisie ici est identique et correspond à l'identification *id4* présentée en section 4.3.3. L'identification *id4* permet la meilleure description de l'essai de microindentation pour une déformation moyenne définie par Tabor égale à 4% et correspondant à un rapport a/R égal à 0.2. Les deux rapports a/R choisis ici encadrent bien la déformation moyenne du contact correctement décrite par l'identification *id4*.

5.3.1.3. Pilotage

Le pilotage réalisé numériquement s'éloigne du pilotage réalisé expérimentalement. En effet, le logiciel de simulation numérique ne permet pas d'intégrer un pilotage en déplacement associé à un pilotage en force tel que cela est réalisé lors des essais expérimentaux. Le rapport a/R est donc obtenu numériquement à partir d'un pilotage en déplacement. La phase de chargement et l'éventuel "over-shoot" ne sont pas pris en compte ici. Il est néanmoins possible de considérer que, tant expérimentalement que numériquement, on s'éloigne suffisamment de la zone de mise en charge pour que les différences liées à la phase de mise en charge et au type de pilotage puissent être négligées.

5.3.1.4. Vitesse de déformation équivalente

Il est possible de comparer les résultats numériques obtenus avec les résultats expérimentaux à partir de la description de la vitesse de déformation équivalente définie par Briscoe *et Al.* [66] présenté en section 1.4.1. Compte tenu des possibilités techniques offertes par le dispositif expérimental à disposition, la définition de la vitesse de déformation équivalente lors d'un essai de rayure s'écrit de la manière suivante :

$$\dot{\varepsilon}_{eq} = \frac{V}{2a} \quad (5 - 1)$$

Avec $\dot{\varepsilon}_{eq}$ la vitesse de déformation équivalente, V la vitesse de rayage et a le rayon du contact glissant. La définition adaptée pour la vitesse de déformation équivalente permet l'analyse de la viscoélasticité d'un sillon résiduel. Les résultats des simulations présentés dans la partie suivante ont été obtenus pour des vitesses de déformation équivalente égales à celles relevées lors des essais expérimentaux. Pour faciliter la lecture des résultats présentés, les légendes correspondant aux simulations numériques présentent les vitesses de glissement égales à celles étudiées lors des essais expérimentaux.

5.3.2. Présentation des résultats

5.3.2.1. Influence de la vitesse de glissement

La Figure 5 - 7 présente l'évolution de la profondeur du sillon résiduel normée par le rayon de contact glissant (z/a) en fonction du temps de recouvrance (t_R) pour différentes vitesses de glissement (V). Les résultats expérimentaux sont comparés aux résultats de l'analyse numérique.

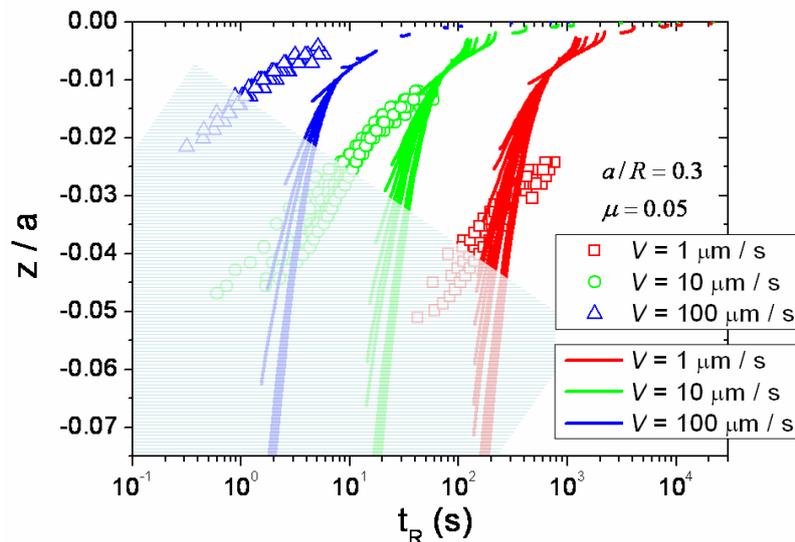


Figure 5 - 7 : Recouvrance des sillons – Comparaison de l'analyse numérique avec les résultats expérimentaux - Evolution de la profondeur du sillon résiduel normée par le rayon du contact glissant en fonction du temps pour différentes vitesses de glissement ($T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$; $a/R = 0.3$; $\mu = 0.05$; $R = 400 \mu\text{m}$; id 4)

Les résultats numériques obtenus décrivent les résultats expérimentaux plus ou moins correctement. La cicatrisation est complète pour les trois vitesses de glissement et l'écart entre chaque courbe est égal à une décade. Cet écart est sensiblement inférieur à l'écart relevé sur les courbes expérimentales. Les pentes des courbes ne sont pas identiques, la cicatrisation est réalisée plus rapidement que la cicatrisation obtenue expérimentalement. Le post traitement des résultats numériques est réalisé de la même manière que celui réalisé pour les expériences et présenté en section 2.5.1 Néanmoins les profils du fond du sillon ne se superposent pas pour les temps courts ce qui confirme qu'il est nécessaire d'analyser, à une distance minimale du contact, la recouvrance du sillon, distance supérieure à un rayon de contact pour éviter les effets de traction à l'arrière de la pointe.

5.3.2.2. Influence du rapport a/R

La Figure 5 - 8 présente l'évolution de la profondeur du sillon résiduel normée par le rayon de contact glissant (z/a) en fonction du temps de recouvrance (t_R) pour différents rapports a/R . Les résultats expérimentaux sont à nouveau comparés aux résultats de l'analyse numérique.

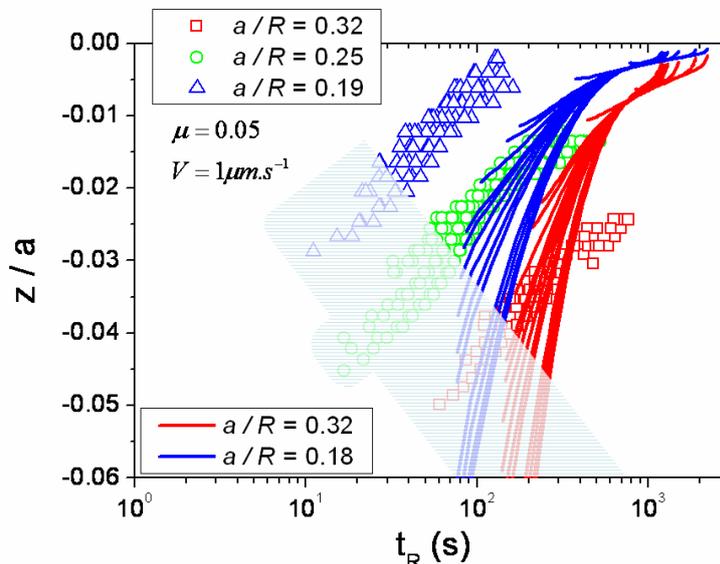


Figure 5 - 8 : Recouvrance des sillons – Comparaison de l'analyse numérique avec les résultats expérimentaux - Evolution de la profondeur du sillon résiduel normée par le rayon du contact glissant en fonction du temps pour différents rapports a/R ($T = 30\text{ }^{\circ}\text{C}$; $V = 1\text{ }\mu\text{m.s}^{-1}$; $\mu = 0.05$; $R = 400\text{ }\mu\text{m}$; id4)

L'influence du rapport a/R est relativement correctement simulée par le modèle numérique proposé. La cicatrisation du fond du sillon résiduel est d'autant plus rapide que le rapport a/R est faible. Néanmoins, les résultats numériques ne permettent pas d'obtenir une prédiction correcte du comportement viscoélastique d'un sillon résiduel. L'écart relevé entre les deux courbes numériques est faible devant les écarts relevés expérimentalement.

5.3.2.3. Influence du frottement

La Figure 5 - 9 présente l'évolution de la profondeur du sillon résiduel normée par le rayon de contact glissant (z/a) en fonction du temps de recouvrance (t_R) pour différents niveaux de frottement vrai (μ). Les résultats expérimentaux sont à nouveau comparés aux résultats de l'analyse numérique.

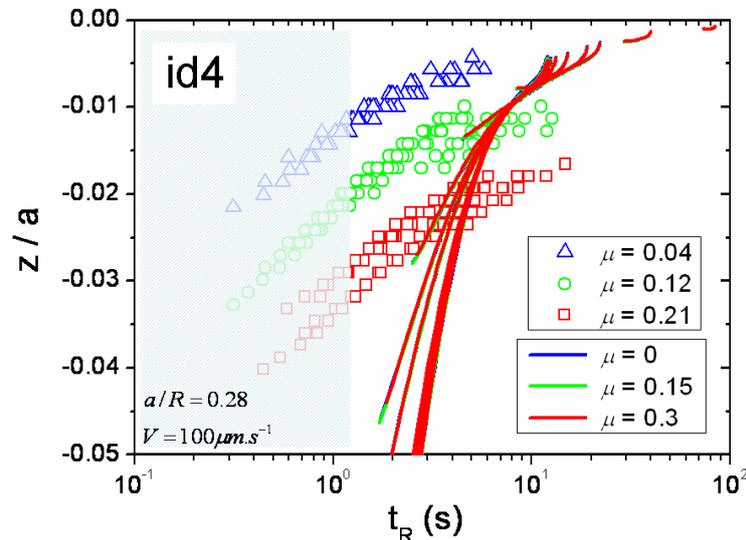


Figure 5 - 9 : Recouvrance des sillons – Comparaison de l'analyse numérique avec les résultats expérimentaux - Evolution de la profondeur du sillon résiduel normée par le rayon du contact glissant en fonction du temps pour différents niveaux de frottement vrai ($T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$; $V = 100 \mu\text{m.s}^{-1}$; $a/R = 0.28$; $R = 400 \mu\text{m}$; id4)

Les résultats obtenus montrent que le frottement interfacial n'a pas d'influence sur la cicatrisation du sillon résiduel. La Figure 5 - 10 présente le contact glissant pour les trois niveaux de frottement étudiés. Le nombre d'éléments en contact est égal à 64.

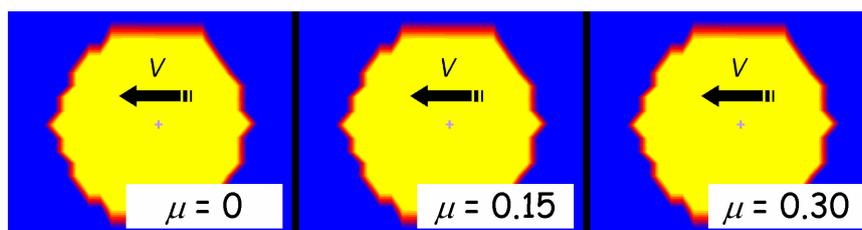


Figure 5 - 10 : Phase de rayure – Visualisation du contact glissant pour trois niveaux de frottement interfacial ($t_R = 12 \text{ s}$; $a/R = 0.28$; $V = 100 \mu\text{m.s}^{-1}$; $T = 30 \text{ }^\circ\text{C}$)

Le contact glissant et les champs de déplacements ne sont pas significativement modifiés par la prise en compte du frottement interfacial. La Figure 5 - 11 et Figure 5 - 12 présentent les champs de déformations (ε_{33})[†] et de contraintes équivalentes de von Mises (σ_{VM}) lors d'une rayure sphère / plan pour un rapport a/R égal à 0.28 et trois niveaux de frottement interfacial différents et égaux à 0 ; 0.15 et 0.3.

[†] l'axe z étant perpendiculaire à la surface

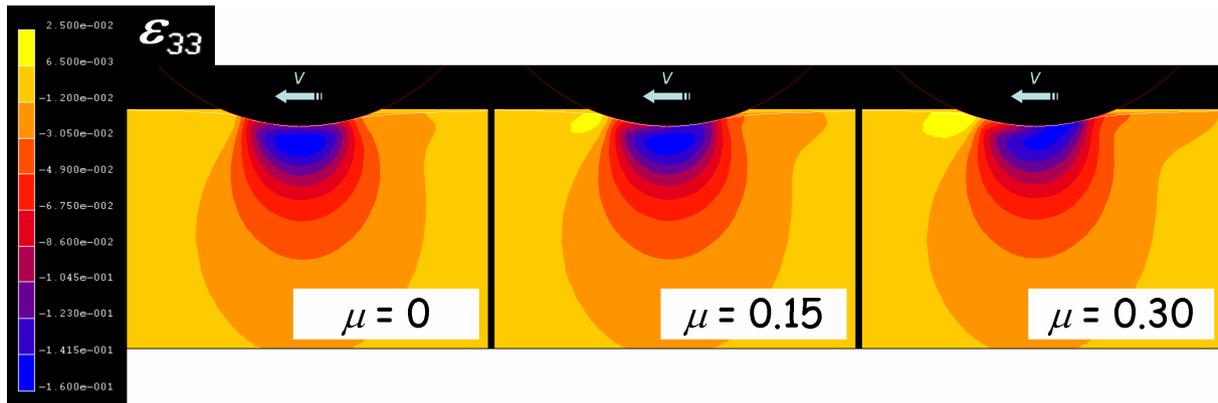


Figure 5 - 11 : Phase de rayure - Champs des déformations 33 pour trois niveaux de frottement interfacial ($t_R = 12$ s ; $a/R = 0.28$; $V = 100 \mu\text{m.s}^{-1}$; $T = 30$ °C)

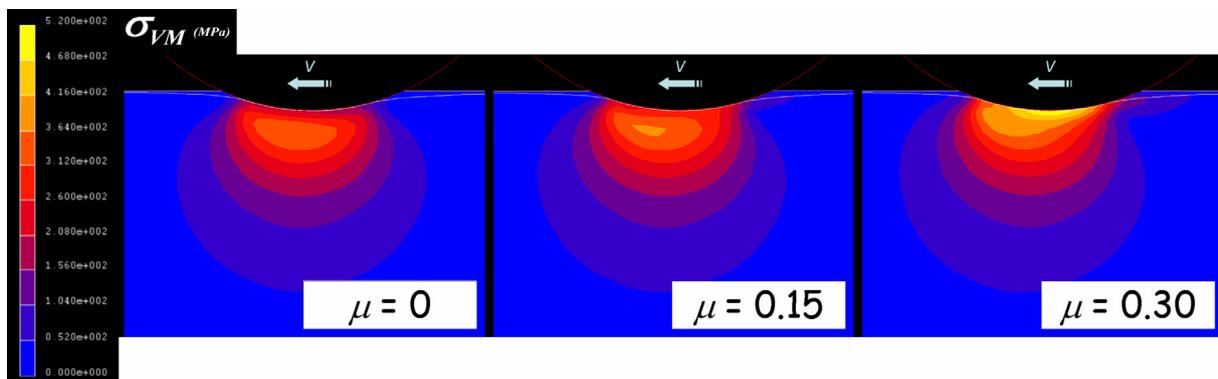


Figure 5 - 12 : Phase de rayure - Champs des contraintes de von Mises pour trois niveaux de frottement interfacial ($t_R = 12$ s ; $a/R = 0.28$; $V = 100 \mu\text{m.s}^{-1}$; $T = 30$ °C)

Les champs de déformations et de contraintes sont modifiés par la prise en compte du frottement interfacial. Néanmoins, les différences relevées ne sont pas à l'origine d'une cicatrisation plus ou moins rapide. L'influence du frottement dans le retour viscoélastique des sillons ne peut pas être obtenue à partir d'une description purement viscoélastique malgré la modification des champs de déformations et de contraintes obtenues.

5.3.3. Discussions et interprétations

La Figure 5 - 7 montre que l'influence de la vitesse peut être modélisée à partir de l'analyse numérique proposée. Néanmoins, la cicatrisation est réalisée de manière complète et renvoi à la non prise en compte de la viscoplasticité dans le modèle numérique. L'écart entre chaque courbe, inférieur pour les résultats numériques, semble être la conséquence de la différence de pilotage. Le pilotage en déplacement permet d'obtenir un rapport a/R égal quelque soit la vitesse de glissement ce qui n'est pas le cas pour les essais expérimentaux où l'augmentation de la vitesse tend à diminuer le rapport a/R appliqué. Si le rapport a/R appliqué est sensiblement plus faible, la cicatrisation sera plus rapide (cf. Figure 5 - 8), ce qui explique les décalages légèrement supérieurs entre les courbes expérimentales par rapport aux décalages obtenus entre les courbes obtenues numériquement.

La Figure 5 - 8 présente des résultats de moindre qualité, si les tendances observées sont correctes, les écarts relevés liés à la différence de rapport a/R appliquée est faible devant

l'écart relevé sur les résultats expérimentaux. Cet écart peut en parti être attribué au fait que l'identification choisie est identique pour les deux rapports a/R étudiés. Il est intéressant de remarquer que l'identification choisie semble mieux décrire les résultats obtenus pour un rapport a/R égal à 0.3. Une identification différente appliquée à la simulation de l'essai dont le rapport a/R est égal à 0.2 permettra de mieux rendre compte de la différence obtenue expérimentalement.

Enfin, l'influence du frottement interfacial n'a pas pu être mis en évidence numériquement dans le retour viscoélastique comme le montre les Figure 5 - 9 et Figure 5 - 10. Néanmoins, les champs de déformations et de contraintes de von Mises présentent de réelles différences liées à la prise en compte du frottement interfacial. Dans le cas d'une vitesse de glissement égale à $100 \mu\text{m.s}^{-1}$, le matériau est soumis à un temps de fluage / relaxation de l'ordre d'une seconde puisque le diamètre du contact glissant est égale à $\sim 100 \mu\text{m}$. La modélisation d'un comportement viscoélastique n'est pas suffisante, en effet pour un temps de chargement court, le comportement du matériau peut être considéré comme élastique. Les cicatrises obtenues pour les trois niveaux de frottement se superposent logiquement compte tenu de la modélisation viscoélastique réalisée.

L'analyse des champs de déformations et de contraintes de von Mises, présentées Figure 5 - 11 et Figure 5 - 12 montre qu'une description viscoélastique / plastique pourrait être suffisante. La plasticité apparaîtra de manière subsurfacique dans le cas d'un frottement nul (tunnel de plasticité sous le contact glissant) ou se positionnera à la surface du matériau dans le cas d'un frottement plus important comme l'indique la localisation des champs de contraintes de von Mises relevée Figure 5 - 12. Une telle loi pourrait permettre de différencier la cicatrisation du sillon.

La Figure 5 - 13 présente un tableau récapitulatif de l'influence des paramètres numériques lors d'une rayure d'une sphère sur la surface d'un polymère amorphe dont le comportement est modélisé de manière viscoélastique avec notamment des sillons identiques dans le dernier cas, en lien avec l'absence de différence à la surface (Figure 5 - 10) lorsque les frottement varient.

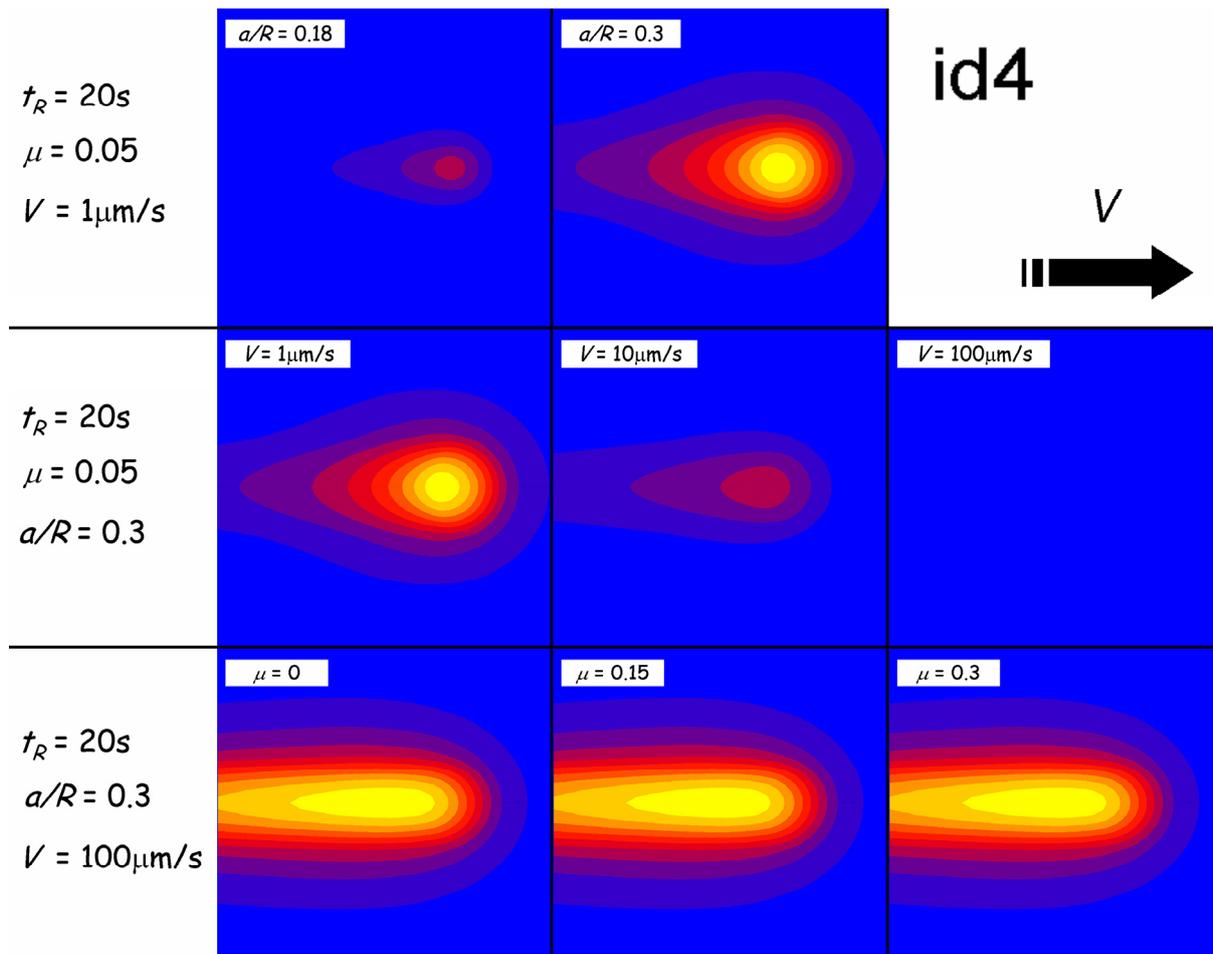


Figure 5 - 13 : Analyse numérique – Visualisation du sillon résiduel pour différentes conditions

5.4. Conclusion et perspectives

L'analyse viscoélastique d'une rayure est une perspective intéressante à ce travail. Les moyens mis en œuvre pour les essais de microindentation ont pu être adaptés à l'analyse de la recouvrance d'un sillon. L'analyse numérique permet une première description des résultats expérimentaux. L'importance du pilotage a été mise à jour concernant la modélisation de l'influence de la vitesse de glissement. Le choix du comportement viscoélastique incrémenté dépend de la sollicitation imposée. Enfin, l'influence du frottement interfacial peut être mieux analysée à partir de la modélisation d'un comportement élasto-viscoélastique-viscoplastique.

Conclusion générale

L'objectif de ce travail était d'étudier le comportement viscoélastique d'un polymère amorphe lors d'un essai d'indentation en fluage et en recouvrance et lors d'un essai de rayure. Le fluage de contact consiste à appliquer un indenteur soumis à une force imposée constante sur la surface d'un matériau et à mesurer l'évolution du contact obtenu en fonction du temps. La recouvrance correspond à l'étude de la cicatrisation de l'empreinte résiduelle obtenue après la phase de fluage. L'essai de rayure réalisé consiste à étudier le retour viscoélastique du sillon résiduel.

Les différents travaux préliminaires présentés dans ce manuscrit ont montrées qu'il était possible de réaliser ces différentes études à partir de l'utilisation du MicroVisiocratch®. Les essais de microindentation et de rayure sont réalisés avec un indenteur sphérique. L'utilisation d'indenteurs comportant des singularités ne permet pas d'analyser correctement les empreintes obtenues. Les singularités sont à l'origine de forte concentration de contraintes le long des arêtes qui bloquent toute recouvrance : les champs de déformations obtenus sont très hétérogènes et rendent l'analyse des empreintes résiduelles impossible.

A partir des indentations réalisées à l'aide d'un indenteur sphérique, l'analyse de la phase de fluage et de la phase de recouvrance d'un polymère est possible. L'analyse des franges d'interférence permet la mesure précise du volume de l'empreinte résiduelle lors de la phase de recouvrance. L'adimensionnalité du comportement viscoélastique, dans la gamme d'échelle étudiée (dizaine de microns), est démontrée. Les résultats expérimentaux révèlent le caractère non linéaire du comportement viscoélastique du PMMA lors d'un essai de microindentation. La prédiction du comportement en recouvrance à partir de l'analyse de la phase de fluage n'est pas possible. Il est d'ailleurs nécessaire d'étudier la recouvrance des empreintes pour obtenir des informations concernant les phénomènes en présence lors de la phase de fluage. En effet, la présence de viscoplasticité est démontrée sans que l'allure des courbes lors de la phase de fluage l'indique. Le modèle de Lee et Radok peut être utilisé pour permettre la prédiction d'un comportement linéaire lors de la phase de fluage. Néanmoins, un comportement linéaire en log du temps lors de la phase de fluage ne signifie pas que le comportement lors de la recouvrance sera linéaire.

L'analyse numérique du comportement viscoélastique est réalisée à partir de l'utilisation du modèle de maxwell généralisé. L'identification des paramètres du modèle est réalisée à partir d'essais de relaxation. Le nombre de temps caractéristiques doit être au moins égal au nombre de décades explorées. Les identifications sont réalisées pour différentes déformations vraies appliquées et sont confrontées à des essais de compression uniaxiale en fluage et recouvrance. Il apparaît que la modélisation choisie permet une bonne prédiction des résultats expérimentaux obtenus dès lors que le comportement peut être considéré comme viscoélastique. Les premières constatations relevées mettent à jour les difficultés d'identifier un comportement viscoélastique à partir d'un essai de relaxation uniaxial alors que la sollicitation lors d'un essai de microindentation se situe entre un essai de relaxation uniaxiale (relaxation de la contrainte moyenne) et un essai de fluage uniaxial (augmentation de la déformation moyenne).

Les modèles numériques développés permettent une bonne description des essais de microindentation lors de la phase de fluage. L'analogie entre le comportement d'un matériau lors d'essai de compression uniaxial et le comportement d'un matériau soumis à un essai de microindentation peut être appréhendée à partir des relations de Tabor. L'identification doit être réalisée pour une déformation vraie appliquée égale à la déformation moyenne de Tabor présenté en section 1.3.1.4. Néanmoins, les résultats expérimentaux obtenus lors de la phase de recouvrance ne sont pas correctement décrits par l'analyse numérique. La modélisation numérique développée (comportement purement viscoélastique) ne permet pas d'obtenir une déformation permanente de l'empreinte résiduelle. L'analyse des champs de déformation offre, malgré tout, quelques pistes concernant les mécanismes d'apparition d'une déformation permanente.

Les déformations relevées dans le volume déformé sont importantes comparées à la déformation moyenne estimée. La plasticité sub-surfacique ne semble pas empêcher l'empreinte résiduelle de cicatriser complètement. Le volume plastifié freine le retour viscoélastique de l'empreinte. Il semble qu'à partir d'une déformation proche de 10% présente à la surface, une déformation permanente est observée. C'est lorsque la plasticité se développe à l'interface entre l'indenteur et le matériau qu'une déformation permanente est obtenue.

L'analyse du retour viscoélastique du sillon résiduel lors d'un essai de rayure permet de quantifier des observations connues. L'influence de la vitesse de glissement et la sollicitation imposée sont des paramètres importants dans la cicatrisation d'une rayure. L'influence du frottement interfacial est présentée et semble corroborer les conclusions concernant l'importance des déformations relevées à la surface du matériau sollicité dans le caractère cicatrisant d'une empreinte ou d'un sillon.

Les perspectives de ce travail sont nombreuses.

L'étude expérimentale du comportement viscoélastique des couches minces sollicitées en indentation, abordée numériquement dans ce manuscrit, est à poursuivre. La gestion de la pression hydrostatique dans le modèle numérique développé devra être résolue pour obtenir une bonne corrélation avec les résultats expérimentaux à venir.

Développer un modèle élasto-viscoélastique-viscoplastique est le défi à résoudre pour permettre une description la plus proche possible des essais de microindentation en fluage et recouvrance. Les résultats présentés dans ce manuscrit montrent qu'un critère de plasticité en contrainte n'est pas forcément idéal pour décrire les résultats expérimentaux. En effet, la relaxation de la contrainte moyenne avec le temps tend à poser un critère de plasticité en déformation. Un critère en contrainte qui dépend du temps de sollicitation peut néanmoins être une piste à explorer.

Une perspective supplémentaire est de réaliser une mesure de l'enfoncement total de l'indenteur dans le matériau et de réussir à piloter l'indenteur de manière à être le plus proche possible du pilotage des essais de nanoindentation. Il peut être possible de comparer les résultats obtenus à l'aide des essais de nanoindentation de ceux obtenus à l'aide des essais de microindentation. Il pourra être possible de comparer les résultats obtenus à l'aide des modèles d'analyse de ceux obtenus directement à l'aide de la visualisation du contact.

L'étude concernant la simulation numérique d'une rayure viscoélastique doit également être poursuivie. Un modèle élasto-viscoélastique-plastique permettra de mieux tenir compte de l'influence du frottement interfacial relevée. Les résultats expérimentaux montre en effet une cicatrisation qui dépend du frottement interfacial. Une modélisation élasto-viscoélastique-plastique permettra de simuler correctement les phénomènes obtenus expérimentalement. En effet, la localisation de la plasticité semble être le paramètre prédominant dans le caractère cicatrisant d'une rayure sur une surface de polymère.

Références

1. Macosko, C.W., *Rheology : principles, measurements, and applications*. Advances in interfacial engineering series. 1994, New York: VCH. xviii, 550 p.
2. Ferry, J.D., *Viscoelastic properties of polymers*. 1961, New York,: Wiley. 482 p.
3. Haddad, Y.M., ed. *Viscoelasticity of engineering materials*. 1995, Chapman & Hall. 369 p.
4. Aniskevich, K. and J. Hristova, *Creep of polyester resin filled with minerals*. Journal of Applied Polymer Science, 2000. **77**(1): p. 45-52.
5. Qvale, D. and K. Ravi-Chandar, *Viscoelastic characterization of polymers under multiaxial compression*. Mechanics of Time-Dependent Materials, 2004. **8**(3): p. 193-214.
6. Gauthier, C., et al., *Creep behaviour of polymer blends based on epoxy matrix and intractable high T-g thermoplastic*. Polymer International, 2004. **53**(5): p. 541-549.
7. Dooling, P.J., C.P. Buckley, and S. Hinduja, *The onset of nonlinear viscoelasticity in multiaxial creep of glassy polymers: A constitutive model and its application to PMMA*. Polymer Engineering and Science, 1998. **38**(6): p. 892-904.
8. Samyn, P., et al., *Full-scale analysis of deformation and stress distribution for constrained composite bearing elements under compressive yielding conditions*. Materials & Design, 2007. **28**(9): p. 2450-2470.
9. Cunat, C., *The DNL approach and relaxation phenomena. Part I - Historical account and DNL formalism*. Mechanics of Time-Dependent Materials, 2001. **5**(1): p. 39-65.
10. Aharoune, A., P. Marceron-Balland, and C. Cunat, *The DNL approach and relaxation phenomena. Part II - Application: Volume recovery of PVAc. Comparison between the DNL approach and some other modellings*. Mechanics of Time-Dependent Materials, 2001. **5**(4): p. 345-377.
11. Capaldi, F.M., M.C. Boyce, and G.C. Rutledge, *Molecular response of a glassy polymer to active deformation*. Polymer, 2004. **45**(4): p. 1391-1399.
12. Quinson, R., et al., *Beta-Relaxations and Alpha-Relaxations in Poly(Methyl-Methacrylate) and Polycarbonate - Nonlinear Anelasticity Studies by Antistress Relaxation*. Polymer, 1995. **36**(4): p. 743-752.
13. Cherière, J.M., L. Belec, and J.L. Gacougnolle, *The three successive stages of creep of PMMA between 55 degrees C and 90 degrees C*. Polymer Engineering and Science, 1997. **37**(10): p. 1664-1671.
14. Arruda, E.M., M.C. Boyce, and R. Jayachandran, *Effects of Strain-Rate, Temperature and Thermomechanical Coupling on the Finite Strain Deformation of Glassy-Polymers*. Mechanics of Materials, 1995. **19**(2-3): p. 193-212.
15. Ward, I.M. and J. Sweeney, *An introduction to the mechanical properties of solid polymers*. 2nd ed. 2004, Chichester, West Sussex, England: Wiley. x, 382 p.
16. Perez, J., *Physique et mécanique des polymères amorphes*. 1992: Technique & Documentation - Lavoisier. 384p.
17. McCrum, N.G., C.P. Buckley, and C.B. Bucknall, *Principles of polymer engineering*. 2nd ed. 1997, Oxford ; New York: Oxford University Press. xiv, 447 p.
18. Sherby, O.D. and J.E. Dorn, *Anelastic creep of polymethyl methacrylate*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 1958. **6**(2): p. 145-162.
19. Lefebvre, J.M. and B. Escaig, *The Role of Molecular Mobility in the Yielding of Solid Polymers*. Polymer, 1993. **34**(3): p. 518-527.

20. Leaderman, H. and Textile Foundation., *Elastic and creep properties of filamentous materials and other high polymers*. 1943, Washington, D.C.:. The Textile foundation. xii, 278 p.
21. Oudet, C., *Polymères - Structure et propriétés*. 1994: MASSON, Paris. 249p.
22. Taylor, C.R. and J.D. Ferry, *Nonlinear Stress Relaxation of Polyisobutylene in Simple Extension and Recovery After Partial Relaxation*. Journal of Rheology, 1979. **23**(4): p. 533-542.
23. Quinson, R., et al., *Yield criteria for amorphous glassy polymers*. Journal of Materials Science, 1997. **32**(5): p. 1371-1379.
24. Marano, C. and M. Rink, *Shear yielding threshold and viscoelasticity in an amorphous glassy polymer: A study on a styrene-acrylonitrile copolymer*. Polymer, 2001. **42**(5): p. 2113-2119.
25. David, L., et al., *The role of anelasticity in high stress mechanical response and physical properties of glassy polymers*. Polymer Engineering and Science, 1997. **37**(10): p. 1633-1640.
26. Quinson, R., et al., *Components of non-elastic deformation in amorphous glassy polymers*. Journal of Materials Science, 1996. **31**(16): p. 4387-4394.
27. Dawson, D., *History of Tribology*. 1998, University of Leeds: Professional Engineering Publishing Limited. xxiv, 768 p.
28. Hertz, H., *Über die Berührung fester elastischer Körper*. J. für reine und angewandte Mathematik, 1881. **92**.
29. Diwisch, L., M. Foulon, and A. Rey, *Le mémoire de Hertz sur les contacts ponctuels*. Publication scientifique et technique n° 30, Paris, ENSAM, 1985.
30. Brinell, J.A., *Mémoire sur les épreuves à bille en acier*, in *Congrès International des Méthodes d'Essai des Matériaux de Construction (Paris)* 1901. p. 83-94.
31. Grodzinski, P., 'Elastic' and 'plastic' hardness of hard metals. Nature, 1952. **169**(4309): p. 925-926.
32. Crawford, R.J., *Microhardness Testing of Plastics*. Polymer Testing, 1982. **3**(1): p. 37-54.
33. Tabor, D., *The hardness of solids*. Rev Phys Technol, 1970: p. 145-179.
34. Briscoe, B.J. and K.S. Sebastian, *The elastoplastic response of poly(methyl methacrylate) to indentation*. Proceedings of the Royal Society of London Series a-Mathematical Physical and Engineering Sciences, 1996. **452**(1946): p. 439-457.
35. Landau, L.D. and E.M. Lifchitz, *Théorie de l'élasticité*. 1967: MIR. 268 p.
36. Darlix, B., B. Monasse, and P. Montmitonnet, *Hardness Measurement as a Means of Determining Simultaneously the Elastic-Modulus and Yield Stress of Polymers as a Function of Temperature*. Polymer Testing, 1986. **6**(2): p. 107-120.
37. McCrum, N.G., B.E. Read, and G. Williams, *Anelastic and dielectric effects in polymeric solids*. 1967, London, New York [etc.]: John Wiley. xv, 617 p.
38. Oliver, W.C. and G.M. Pharr, *Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology*. Journal of Materials Research, 2004. **19**(1): p. 3-20.
39. Sneddon, I.N., *The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile*. International Journal of Engineering Science, 1965. **3**(1): p. 47-57.
40. Fischer-Cripps, A.C., *Nanoindentation*. Mechanical engineering series. 2002, New York: Springer. xx, 197 p.
41. Bolshakov, A. and G.M. Pharr, *Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques*. Journal of Materials Research, 1998. **13**(4): p. 1049-1058.

42. McElhaney, K.W., J.J. Vlassak, and W.D. Nix, *Determination of indenter tip geometry and indentation contact area for depth-sensing indentation experiments*. Journal of Materials Research, 1998. **13**(5): p. 1300-1306.
43. Taljat, B., T. Zacharia, and G.M. Pharr, *Pile-up behavior of spherical indentations in engineering materials*. Fundamentals of Nanoindentation and Nanotribology, 1998. **522**: p. 33-38.
44. Ngan, A.H.W. and B. Tang, *Viscoelastic effects during unloading in depth-sensing indentation*. Journal of Materials Research, 2002. **17**(10): p. 2604-2610.
45. Briscoe, B.J., L. Fiori, and E. Pelillo, *Nano-indentation of polymeric surfaces*. Journal of Physics D-Applied Physics, 1998. **31**(19): p. 2395-2405.
46. Chudoba, T. and F. Richter, *Investigation of creep behaviour under load during indentation experiments and its influence on hardness and modulus results*. Surface & Coatings Technology, 2001. **148**(2-3): p. 191-198.
47. Mammeri, F., et al., *Time dependence of the indentation behavior of hybrid coatings*. Journal of Non-Crystalline Solids, 2004. **345-46**: p. 610-614.
48. Hochstetter, G., A. Jimenez, and J.L. Loubet, *Strain-rate effects on hardness of glassy polymers in the nanoscale range. Comparison between quasi-static and continuous stiffness measurements*. Journal of Macromolecular Science-Physics, 1999. **B38**(5-6): p. 681-692.
49. Huang, G. and H.B. Lu, *Measurement of Young's relaxation modulus using nanoindentation*. Mechanics of Time-Dependent Materials, 2006. **10**(3): p. 229-243.
50. Li, X.D. and B. Bhushan, *A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications*. Materials Characterization, 2002. **48**(1): p. 11-36.
51. Cao, Y.P., D.C. Ma, and D. Raabe, *The use of flat punch indentation to determine the viscoelastic properties in the time and frequency domains of a soft layer bonded to a rigid substrate*. Acta Biomaterialia, 2009. **5**(1): p. 240-248.
52. Cheng, L., et al., *Flat-punch indentation of viscoelastic material*. Journal of Polymer Science Part B-Polymer Physics, 2000. **38**(1): p. 10-22.
53. Lu, H., et al., *Measurement of creep compliance of solid polymers by nanoindentation*. Mechanics of Time-Dependent Materials, 2003. **7**(3-4): p. 189-207.
54. Guin, J.P., et al., *Indentation creep of Ge-Se chalcogenide glasses below T-g: elastic recovery and non-Newtonian flow*. Journal of Non-Crystalline Solids, 2002. **298**(2-3): p. 260-269.
55. Low, I.M., *Effects of load and time on the hardness of a viscoelastic polymer*. Materials Research Bulletin, 1998. **33**(12): p. 1753-1758.
56. Adams, M.J., et al., *Indentation depth recovery in poly(methyl methacrylate) sheet on the microlength scale*. Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties, 2002. **82**(10): p. 2121-2131.
57. Tweedie, C.A. and K.J. Van Vliet, *On the indentation recovery and fleeting hardness of polymers*. Journal of Materials Research, 2006. **21**(12): p. 3029-3036.
58. Johnson, K.L., *Contact mechanics*. 1985, Cambridge [Cambridgeshire] ; New York: Cambridge University Press. xi, 452 p.
59. Kourtesis, G., et al., *Mechanical property characterization of a number of polymers using uniaxial compression and spherical tipped indentation tests*. Journal of Materials Science, 1997. **32**(17): p. 4493-4500.
60. Lee, E.H. and J.R.M. Radok, *The contact problem for viscoelastic bodies*. Tans. ASME, Series E, Journal of applied Mechanics, 1960. **27**: p. 438-444.
61. Cheng, L., et al., *Spherical-tip indentation of viscoelastic material*. Mechanics of Materials, 2005. **37**(1): p. 213-226.

62. Pelletier, C.G.N., et al., *Quantitative assessment and prediction of contact area development during spherical tip indentation of glassy polymers*. Philosophical Magazine, 2008. **88**(9): p. 1291-1306.
63. Gauthier, C. and R. Schirrer, *Time and temperature dependence of the scratch properties of poly(methylmethacrylate) surfaces*. Journal of Materials Science, 2000. **35**(9): p. 2121-2130.
64. Li, L.Y. and J.Z. Gu, *An analytical solution for the unloading in spherical indentation of elastic-plastic solids*. International Journal of Engineering Science, 2009. **47**(3): p. 452-462.
65. Pelletier, H., C. Gauthier, and R. Schirrer, *Friction effect on contact pressure during indentation and scratch into amorphous polymers*. Materials Letters, 2009. **63**(20): p. 1671-1673.
66. Briscoe, B.J., E. Pelillo, and S.K. Sinha, *Scratch hardness and deformation maps for polycarbonate and polyethylene*. Polymer Engineering and Science, 1996. **36**(24): p. 2996-3005.
67. Gauthier, C., S. Lafaye, and R. Schirrer, *Elastic recovery of a scratch in a polymeric surface: experiments and analysis*. Tribology International, 2001. **34**(7): p. 469-479.
68. Bertrand-Lambotte, P., et al., *Nano-indentation, scratching and atomic force microscopy for evaluating the mar resistance of automotive clearcoats: study of the ductile scratches*. Thin Solid Films, 2001. **398**: p. 306-312.
69. Krupicka, A., et al., *The effect of long-term recovery and storage on the mechanical response of ductile poly(urethane) coatings*. Progress in Organic Coatings, 2003. **48**(1): p. 14-27.
70. Aleksy, N., et al., *Numerical study of scratch velocity effect on recovery of viscoelastic-viscoplastic solids*. International Journal of Mechanical Sciences, 2010. **52**(3): p. 455-463.
71. Pelletier, H., et al., *Viscoelastic and elastic-plastic behaviors of amorphous polymeric surfaces during scratch*. Tribology International, 2008. **41**(11): p. 975-984.
72. Lafaye, S., C. Gauthier, and R. Schirrer, *Analysis of the apparent friction of polymeric surfaces*. Journal of Materials Science, 2006. **41**(19): p. 6441-6452.
73. McCrum, N.G., B.E. Read, and G. Williams, *Anelastic and dielectric effects in polymeric solids*. Dover ed. 1991, New York: Dover Publications. xv, 617 p.
74. Lawn, B.R. and M.V. Swain, *Microfracture beneath Point Indentations in Brittle Solids*. Journal of Materials Science, 1975. **10**(1): p. 113-122.
75. Demirci, I., C. Gauthier, and R. Schirrer, *Mechanical analysis of the damage of a thin polymeric coating during scratching: role of the ratio of the coating thickness to the roughness of a scratching tip*. Thin Solid Films, 2005. **479**(1-2): p. 207-215.
76. Bucaille, J.L., *Simulation numérique de l'indentation et de la rayure des verres organiques*. PhD thesis, Thèse Ecole des Mines de Paris, 9 novembre 2001., 2001.
77. Perriot, A. and E. Barthel, *Elastic contact to a coated half-space: Effective elastic modulus and real penetration*. Journal of Materials Research, 2004. **19**(2): p. 600-608.
78. Kameda, J., Y. Yokoyama, and T.R. Allen, *Strain-controlling mechanical behavior in noncrystalline materials I: Onset of plastic deformation*. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 2007. **448**(1-2): p. 235-241.
79. Gacoin, E., et al., *Measurement of the mechanical properties of thin films mechanically confined within contacts*. Tribology Letters, 2006. **21**(3): p. 245-252.
80. Gauthier, C., et al., *Nonlinear mechanical response of amorphous polymers below and through glass transition temperature*. Journal of Applied Polymer Science, 1997. **65**(12): p. 2517-2528.

81. Gauthier, C. and R. Schirrer, *Viscoelastic-viscoplastic analysis of a scratching and sliding single contact on a polymer surface*. Advances in Mechanical Behaviour, Plasticity and Damage, Vols 1 and 2, Proceedings, 2000: p. 213-218
1516.
82. Pelletier, H., C. Gauthier, and R. Schirrer, *Experimental and finite-element analysis of scratches on amorphous polymeric surfaces*. Mecanique & Industries, 2008. **9**(4): p. 261-271.

Liste des figures

Chapitre 1

Figure 1 - 1 : Comportement viscoélastique d'un polymère amorphe	7
Figure 1 - 2 : Modèle de Kelvin-Voigt et réponse en déformation pour un échelon de contrainte appliquée	10
Figure 1 - 3 : Modèle de Maxwell et réponse en déformation pour un échelon de contrainte appliquée.....	11
Figure 1 - 4 : Modèle de Maxwell généralisé à 4 branches.....	12
Figure 1 - 5 : Evolution de la contrainte vraie en fonction de déformation vraie du poly(méthyle de méthacrylate pour une vitesse de déformation égale à $10^{-3}s^{-1}$ ($T = 25^{\circ}C$) [14]	14
Figure 1 - 6 : Evolution des modules de perte et de conservation et du tangente de perte en fonction de la fréquence de sollicitation [15].....	16
Figure 1 - 7 : Modèle de Eyring appliquée à un solide visqueux – (a) Barrière d'énergie à l'équilibre et (b) barrière d'énergie modifiée par une sollicitation mécanique [17]	17
Figure 1 - 8 : Evolution de la vitesse de déformation viscoélastique en fonction de la déformation viscoélastique du poly(méthyle de méthacrylate) pour différentes températures et une contrainte appliquée de 56MPa [18] ...	18
Figure 1 - 9 : Courbe maîtresse de l'évolution de la vitesse de déformation viscoélastique en fonction de la déformation viscoélastique du poly(méthyle de méthacrylate) pour une contrainte appliquée de 56MPa [18]...	18
Figure 1 - 10 : Courbe maîtresse du module de relaxation pour un polymère amorphe (poly(isobutylène)) en fonction du temps [21]	19
Figure 1 - 11: Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour un essai de cisaillement et de traction en fluage ($t=30s$) (a) et évolution de la fonction de complaisance en cisaillement (J) et du module de fluage en traction (D) en fonction du temps (symbole) et ajustement réalisé (ligne) (b) [7]	20
Figure 1 - 12: Evolution de la déformation en cisaillement en fonction du temps lors d'un essai de cisaillement en fluage pour différentes contrainte en cisaillement appliquées (A 10.26MPa, B 8.20MPa, C 6.10MPa, D 4.05MPa, E 2.00MPa) [7]	21
Figure 1 - 13: Procédure expérimentale (a) et évolution du retour viscoélastique calculé en fonction du retour viscoélastique mesuré et comparaison avec les modèles de Mooney-Rivlin (M-R) et la formulation néo-Hookéenne (N-H), [22]	22
Figure 1 - 14: Evolution de la déformation résiduelle (ϵ_{res}) en fonction du temps de recouvrance (t_R) pour différents niveaux de contraintes atteints (plusieurs essais de compression uniaxiale) [25].....	22
Figure 1 - 15: Courbe maîtresse de recouvrance – Evolution de la déformation résiduelle (ϵ_{res}) en fonction du temps normé par le facteur de décalage (a_T) permettant le recalage des courbes obtenues pour différentes températures d'essai [26].....	23
Figure 1 - 16: Différents indenteurs communément utilisés	25
Figure 1 - 17 : Evolution du module d'élasticité du poly(éthylène) en fonction de la température– Comparaison entre les mesures obtenues à partir des tests d'indentation instrumenté (●) et les valeurs obtenues pour des tests de spectrométrie (–) [36]	27
Figure 1 - 18 : Schéma représentant la courbe force / enfoncement obtenue lors d'un test de nanoindentation [38]	28
Figure 1 - 19 : Schéma décrivant les paramètres caractérisant la géométrie d'un contact lors d'une indentation Berkovich pendant la phase de charge et pendant la phase de décharge [38].....	28
Figure 1 - 20 : Résultat numérique – Evolution du profil de matière indentée autour de l'indenteur et influence du rapport E/σ_Y et de l'écrouissage du matériau [38].....	29
Figure 1 - 21 : Analyse numérique - Evolution du profil de matière indentée pour différentes profondeurs d'indentation atteintes pendant le chargement [43].....	30
Figure 1 - 22 : Evolution de la force en fonction de l'enfoncement pour différentes vitesses de décharge [44] ..	31
Figure 1 - 23 : Evolution de la force en fonction de l'enfoncement pour deux temps de maintien en charge différents [45]	31
Figure 1 - 24 : Image AFM décrivant le défaut de pointe d'un indenteur "sphéro-conique" [40].....	32
Figure 1 - 25 : Schéma décrivant la différence, lors d'une indentation, entre un indenteur cône de géométrie parfaite et un indenteur "réel" ayant un défaut de pointe [40]	33
Figure 1 - 26 : Evolution du déplacement de l'indenteur en fonction du temps pour une force imposée constante (indenteur de type poinçon plat sur une surface de poly(styrène)) [52]	34

Figure 1 - 27 : Evolution de la dureté en fonction du temps d'application de la charge pour deux temps de mesure différents après décharge [55]	35
Figure 1 - 28 : Profils des empreintes résiduelles obtenues lors d'essai d'indentation avec un indenteur de type Vickers pour quatre types de verres différents. En pointillé, le profil idéal en fin de la phase de fluage [54]	35
Figure 1 - 29: Evolution de la profondeur d'indentation en fonction du temps et évolution du pilotage en force réalisé en fonction du temps [56].....	36
Figure 1 - 30 : Microscopie à balayage - Empreinte résiduelle pour trois temps de recouvrance (ligne droite pleine: $t_R = 0s$; ligne courbe pointillée: $t_R = 4$ minutes ; ligne courbe pleine: $t_R = 48$ heures) [57].....	37
Figure 1 - 31 : Schéma présentant les paramètres du modèle de Hertz - Evolution des contraintes principales (σ_x ; σ_θ ; σ_z) et du cisaillement (τ_1) en fonction de la distance au centre du contact (r) et de la profondeur (z) (ν est choisi égal à 0.3) [58]	38
Figure 1 - 32 : Schéma présentant les paramètres du modèle de Lee et Radok – Evolution de la pression de contact en fonction de la largeur du contact pour différents temps de maintien en charge (τ_0) [58, 60].....	39
Figure 1 - 33 : Evolution du déplacement en fonction du temps pour une charge appliquée maintenue constante sur une surface de poly(styrène) – Comparaison entre le résultat expérimental et l'ajustement réalisé [61]	40
Figure 1 - 34 : Evolution de la fonction de complaisance en fonction du temps lors d'un test de nanoindentation avec un indenteur sphérique sur du poly(méthyle de méthacrylate) (appelé "Step load") et comparaison avec la fonction de complaisance obtenue lors d'un test conventionnel ("conventional J") [53]	41
Figure 1 - 35 : (a) Mesure in-situ de l'aire de contact durant le test d'indentation ; (b) Courbe force / déplacement ; (c) Evolution de l'aire de contact en fonction du déplacement de l'indenteur, la ligne pleine décrit la réponse du contact élastique de Hertz ; la numérotation correspond aux images en (a) [62]	42
Figure 1 - 36 : Evolution du contact glissant et du sillon résiduel lors d'une rayure sur polymère amorphe pour différentes vitesses de glissement (La force normale appliquée(F_N) et la température (T) sont maintenues constantes) [67]	44
Figure 1 - 37 : Evolution des paramètres dimensionnels décrivant le sillon résiduel en fonction du temps de recouvrance [69].....	45
Figure 1 - 38 : Comparaison entre résultats expérimentaux et résultats numériques - Evolution du bord du contact en fonction du temps pour différents rapports $(a/R)_V$ [71].....	46

Chapitre 2

Figure 2 - 1 : Eprouvette de cisaillement.....	51
Figure 2 - 2 : Présentation du matériau – Composition chimique, schéma d'enchevêtrement des chaînes de polymère et échantillons utilisés (pions de compression et plaque)	52
Figure 2 - 3 : Test de spectrométrie – Evolution du module de conservation (E'), du module de perte (E''), du facteur de perte ($\tan \delta$) pour trois fréquences de sollicitation différentes	53
Figure 2 - 4 : Test de compression uniaxial - Evolution de la contrainte vraie (σ_V) en fonction de la déformation vraie (ε_V) pour différentes températures (T) et différentes vitesses de déformation ($\dot{\varepsilon}_V$).....	53
Figure 2 - 5 : Test de compression uniaxiale - Evolution de la contrainte vraie (σ_V) en fonction de la déformation vraie (ε_V) pour différentes déformations vraies atteintes avant décharge rapide ($T = 30^\circ\text{C}$, $\dot{\varepsilon}_V = 10^{-3}\text{s}^{-1}$).....	54
Figure 2 - 6 : Test de compression uniaxial – (a) Evolution du module d'élasticité (E) et (b) de la contrainte d'écoulement plastique (σ_Y) en fonction de la température (T) pour différentes vitesses de déformation ($\dot{\varepsilon}_V$)	54
Figure 2 - 7 : Le Micro-Visio-Scratch ®	55
Figure 2 - 8 : Phase de fluage - Description des paramètres expérimentaux lors d'un essai de microindentation	56
Figure 2 - 9 : Phase de fluage - Evolution du contact réel en fonction du temps de fluage (t_F) sur une surface de PMMA lors d'un essai d'indentation ($a_0/R=0.2$; $R = 400\mu\text{m}$; $F_N = 6\text{N}$; $t_0 = 2000\text{s}$; $T = 30^\circ\text{C}$).....	57
Figure 2 - 10 : Schéma illustrant l'obtention de la profondeur de contact (h) en fonction du rayon de l'indenteur (R) et du rayon de contact vrai (a).....	57
Figure 2 - 11 : Schéma illustrant l'obtention du volume de contact (V) en fonction du rayon de l'indenteur (R) et de la profondeur de contact réel (h).....	58
Figure 2 - 12 : Phase de recouvrance – Comparaison entre la visualisation d'une empreinte résiduelle avec une lame de verre et sans lame de verre.....	59
Figure 2 - 13 : Phase de recouvrance - Description des paramètres expérimentaux et du procédé d'interférométrie lors d'un essai de microindentation.....	59
Figure 2 - 14 : Phase de recouvrance - Evolution de l'empreinte résiduelle en fonction du temps de recouvrance (t_R) d'une surface de PMMA lors d'un essai d'indentation ($t_0 = 2000\text{s}$; $a_0/R=0.2$; $R = 400\mu\text{m}$; $F_N = 6\text{N}$; $T = 30^\circ\text{C}$).....	60
Figure 2 - 15 : Phase de recouvrance - évolution du retour du bord de l'empreinte résiduelle normé et du fond de l'empreinte résiduelle normé et évolution des cinétiques de recouvrance en fonction du temps de recouvrance ($a_0/R=0.2$; $R = 400\mu\text{m}$; $F_N = 6\text{N}$; $t_0 = 1000\text{s}$; $T = 30^\circ\text{C}$)	60
Figure 2 - 16 : Phase de fluage – Images caractéristiques lors d'un contact Berkovich et d'un contact Vickers sur une surface de PMMA ($F_N = 6\text{N}$; $t_0 = 200\text{s}$; $T = 30^\circ\text{C}$).....	61
Figure 2 - 17 : Profilométrie des indenteurs Berkovich et Vickers et estimation du défaut de pointe.....	62
Figure 2 - 18 : Microscopie à balayage électronique – Images des indenteurs Berkovich et Vickers et estimation du défaut de pointe.....	62
Figure 2 - 19 : Phase de recouvrance – Images caractéristiques d'une empreinte résiduelle en recouvrance obtenues après un contact Berkovich et un contact Vickers sur une surface de PMMA ($F_N = 6\text{N}$; $t_0 = 200\text{s}$; $T = 30^\circ\text{C}$).....	63
Figure 2 - 20 : Analyse AFM – Empreinte résiduelle et profil de matière d'une empreinte résiduelle suite à une indentation Berkovich ($F_N = 0.25\text{N}$; $t_0 = 10\text{s}$; $T = 90^\circ\text{C}$ puis trempé dans H_2O à $\sim 15^\circ\text{C}$).....	64
Figure 2 - 21 : Indenteur sphérique de rayon (R) égale à 160 microns	65
Figure 2 - 22 : Phase de fluage - Evolution du volume normé par le volume à $t_F = 0.5\text{s}$ en fonction du temps de fluage pour trois essais réalisés dans les mêmes conditions ($a_0/R=0.2$; $R = 400\mu\text{m}$; $F_N = 6\text{N}$; $t_0 = 1000\text{s}$; $T = 30^\circ\text{C}$).....	66

<i>Figure 2 - 23 : Phase de fluage - Evolution du volume normé par le volume à $t_F = 0.5s$ en fonction du temps de fluage pour trois rayons d'indenteur sphérique différents ($a_0/R = 0.2$; $R = 400\mu m$; $F_N = 5N$ ($R = 400\mu m$) ; $F_N = 3.5N$ ($R = 330\mu m$) ; $F_N = 0.8N$ ($R = 160\mu m$) ; $t_0 = 1000s$; $T = 40^\circ C$)</i>	67
<i>Figure 2 - 24 : Phase de fluage – Evolution du volume normé par le volume à $t_F = 0.5s$ en fonction du temps de fluage pour deux coefficients de frottement interfacial différents ($a_0/R = 0.17$; $R = 400\mu m$; $F_N = 6N$; $t_0 = 200s$; $T = 20^\circ C$)</i>	68
<i>Figure 2 - 25 : Vérification de l'absence de bourrelet - Profil d'une empreinte résiduelle figée suite à un contact sphère / plan ($a_0/R = 0.2$; $R = 400\mu m$; $F_N = 1.8N$; $t_0 = 2000s$; $T = 90^\circ C$ puis trempé dans H_2O à $\sim 15^\circ C$)</i>	69
<i>Figure 2 - 26 : Phase de fluage – Illustration du logiciel de post-traitement développé au sein de l'équipe Mécanique et Physique des Polymères</i>	70
<i>Figure 2 - 27 : Phase de recouvrance – Illustration du logiciel de post-traitement développé au sein de l'équipe Mécanique et Physique des Polymères</i>	70
<i>Figure 2 - 28 : Paramètres utilisés dans la définition de la déformation représentative proposée</i>	72
<i>Figure 2 - 29 : Illustration des conditions aux limites de la définition de la déformation représentative proposée pendant la phase de recouvrance</i>	72
<i>Figure 2 - 30 : Phase de recouvrance - Description des paramètres expérimentaux et du procédé d'interférométrie lors d'un essai de rayure</i>	73
<i>Figure 2 - 31 : Phase de rayure et de recouvrance - Evolution du contact glissant en fonction du temps de rayure et évolution de l'empreinte résiduelle en fonction du temps de recouvrance d'une surface de PMMA lors d'un essai de rayure ($R = 400\mu m$; $F_N = 7N$; $a/R = 0.3$; $T = 25^\circ C$; $V = 1\mu m/s$; $\mu_{loc} = 0.15$)</i>	74
<i>Figure 2 - 32 : Frottements obtenus à l'aide des différents procédés de préparation des surfaces ($T = 30^\circ C$; $V = 1\mu m/s, 10\mu m/s, 100\mu m/s$; $a/R = 0.2, 0.25, 0.3$)</i>	75

Chapitre 3

<i>Figure 3 - 1 : Courbes isochrones – Essais de relaxation uniaxial en compression pour différentes déformations vraies appliquées (0.75%, 1.4%, 2.4% et 4%) ($T = 30^{\circ}\text{C}$)</i>	78
<i>Figure 3 - 2 : Phase de fluage - Evolution de la déformation représentative en fonction du temps de fluage pour différentes températures ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 2\%$, $t_0 = 200\text{s}$, $R = 400\mu\text{m}$)</i>	79
<i>Figure 3 - 3 : Phase de fluage - Evolution de la déformation représentative en fonction du temps de fluage pour différentes températures ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $t_0 = 200\text{s}$, $R = 400\mu\text{m}$)</i>	80
<i>Figure 3 - 4 : Phase de fluage – (a) Evolution de la pression moyenne de contact normée par la température en fonction du log de la vitesse de la déformation représentative proposée et (b) évolution du log de la vitesse de la déformation représentative proposée en fonction de l'inverse de la température exprimée en Kelvin ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $t_0 = 200\text{s}$, $R = 400\mu\text{m}$)</i>	81
<i>Figure 3 - 5 : Phase de recouvrance – Evolution de la déformation représentative en fonction du temps de recouvrance pour différentes températures ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 2\%$, $t_0 = 200\text{s}$, $R = 400\mu\text{m}$)</i>	82
<i>Figure 3 - 6 : Phase de recouvrance – Evolution de la déformation représentative en fonction du temps de recouvrance pour différentes températures ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $t_0 = 200\text{s}$, $R = 400\mu\text{m}$)</i>	82
<i>Figure 3 - 7 : Phase de fluage – Evolution de la déformation représentative en fonction du temps de fluage pour différentes déformations moyennes initiales imposées ($t_0 = 10^5\text{s}$, $R = 400\mu\text{m}$, $T = 30^{\circ}\text{C}$)</i>	84
<i>Figure 3 - 8 : Essai de cisaillement – Evolution de la fonction de complaisance en fluage en fonction du temps pour une contrainte appliquée de 15MPa ($T = 30^{\circ}\text{C}$)</i>	85
<i>Figure 3 - 9 : Phase de fluage – Evolution de la déformation représentative en fonction du temps de fluage pour différentes déformations moyennes initiales imposées ($t_0 = 10^5\text{s}$, $R = 400\mu\text{m}$, $T = 30^{\circ}\text{C}$) – Comparaison avec le modèle de Lee et Radok [60]</i>	86
<i>Figure 3 - 10 : Phase de recouvrance – Evolution de la déformation représentative en fonction du temps de recouvrance pour différentes déformations moyennes initiales imposées ($t_0 = 10^5\text{s}$, $R = 400\mu\text{m}$, $T = 30^{\circ}\text{C}$)</i>	86
<i>Figure 3 - 11 : Phase de fluage – (a) Evolution de la déformation représentative et (b) évolution de la pression moyenne de contact en fonction du temps de fluage pour différents temps de maintien en fluage ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $R = 400\mu\text{m}$, $T = 30^{\circ}\text{C}$)</i>	88
<i>Figure 3 - 12 : Phase de recouvrance – Evolution de la déformation représentative en fonction (a) du temps de recouvrance et (b) du temps de recouvrance normé par le temps de maintien en charge pour différents temps de maintien en fluage ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 2\%$, $R = 400\mu\text{m}$, $T = 30^{\circ}\text{C}$)</i>	88
<i>Figure 3 - 13 : Phase de recouvrance – Evolution de la déformation représentative en fonction (a) du temps de recouvrance et (b) du temps de recouvrance normé par le temps de maintien en charge pour différents temps de maintien en fluage ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 3\%$, $R = 400\mu\text{m}$, $T = 30^{\circ}\text{C}$)</i>	89
<i>Figure 3 - 14 : Phase de recouvrance – Evolution de la déformation représentative en fonction (a) du temps de recouvrance et (b) du temps de recouvrance normé par le temps de maintien en charge pour différents temps de maintien en fluage ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $R = 400\mu\text{m}$, $T = 30^{\circ}\text{C}$)</i>	89
<i>Figure 3 - 15 : Courbes isochrones – Comparaison entre (a) les courbes isochrones obtenues à partir d'essais de relaxation uniaxial en compression pour différentes déformations vraies appliquées et (b) les courbes isochrones obtenues à partir des essais de microindentation pour différentes déformations moyennes initiales ($T = 30^{\circ}\text{C}$)</i>	91
<i>Figure 3 - 16 : Tableau récapitulatif des différents comportements viscoélastiques obtenus pour différentes conditions expérimentales</i>	93

Chapitre 4

Figure 4 - 1 : Modèle numérique axisymétrique d'un pion de compression	97
Figure 4 - 2 : Modèle numérique axisymétrique d'un contact sphère / plan.....	97
Figure 4 - 3 : Evolution de la force normale appliquée en fonction du temps lors de la phase de chargement ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $R = 400\mu\text{m}$, $T = 30^\circ\text{C}$).....	98
Figure 4 - 4 : Maillage obtenu lors de la phase de fluage – Post traitement réalisé à partir du "contact-status"	99
Figure 4 - 5 : (a) Maillage obtenu lors de la phase de recouvrance et (b) profil de la surface et point d'inflexion	99
Figure 4 - 6 : Essai de relaxation – Evolution du module déviatorique (G_V) et du module de compressibilité (K_V) en fonction du temps pour différentes déformations vraies appliquées ($T = 30^\circ\text{C}$).....	101
Figure 4 - 7 : Essai de relaxation – Evolution du module déviatorique (G_V) et du module de compressibilité (K_V) en fonction du temps pour une déformation vraie appliquée égale à 0.75% ($T = 30^\circ\text{C}$) Ajustement et paramètres d'identification	102
Figure 4 - 8 : Essai de relaxation – Evolution du module déviatorique (G_V) et du module de compressibilité (K_V) en fonction du temps pour une déformation vraie appliquée égale à 1.4% ($T = 30^\circ\text{C}$) Ajustement et paramètres d'identification	102
Figure 4 - 9 : Essai de relaxation – Evolution du module déviatorique (G_V) et du module de compressibilité (K_V) en fonction du temps pour une déformation vraie appliquée égale à 2.4% ($T = 30^\circ\text{C}$) Ajustement et paramètres d'identification	103
Figure 4 - 10 : Essai de relaxation – Evolution du module déviatorique (G_V) et du module de compressibilité (K_V) en fonction du temps pour une déformation vraie appliquée égale à 4% ($T = 30^\circ\text{C}$) Ajustement et paramètres d'identification	103
Figure 4 - 11 : Evolution des paramètres identifiés en fonction des temps caractéristiques pour différentes déformations vraies appliquées lors des essais de relaxation.....	104
Figure 4 - 12 : Essai de relaxation – Evolution de la contrainte vraie en fonction du temps pour différentes déformations vraies appliquées et comparaison avec les résultats obtenus par analyse numérique ($T = 30^\circ\text{C}$)	106
Figure 4 - 13 : Essai de fluage et de recouvrance sur pion de compression uniaxiale – Evolution de la déformation vraie pour la phase de fluage et la phase de recouvrance en fonction du temps de fluage et du temps de recouvrance pour différents temps de maintien en charge - Comparaison avec les résultats obtenus par analyse numérique à l'aide de l'identification id2 ($\varepsilon_0 = 1.4\%$) ($T = 30^\circ\text{C}$).....	108
Figure 4 - 14 : Essai de fluage et de recouvrance sur pion de compression uniaxiale – Evolution de la déformation vraie pour la phase de fluage et la phase de recouvrance en fonction du temps de fluage et de recouvrance pour différents temps de maintien en charge - Comparaison avec les résultats obtenus par analyse numérique à l'aide de l'identification id3 ($\varepsilon_0 = 2.4\%$) ($T = 30^\circ\text{C}$).....	109
Figure 4 - 15 : Phase de fluage pour un contact sphère / plan – Comparaison entre l'analyse numérique et les résultats expérimentaux pour un contact sphère / plan - Evolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de fluage pour différents temps de maintien en charge ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 2\%$, $R = 400\mu\text{m}$, $T = 30^\circ\text{C}$, id3)	110
Figure 4 - 16 : Phase de fluage pour un contact sphère / plan – Comparaison entre l'analyse numérique et les résultats expérimentaux - Evolution de la pression moyenne de contact en fonction du temps de fluage pour différents temps de maintien en charge ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 2\%$, $R = 400\mu\text{m}$, $T = 30^\circ\text{C}$, id3)	111
Figure 4 - 17 : Phase de fluage pour un contact sphère / plan – Comparaison entre l'analyse numérique et les résultats expérimentaux - Evolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de fluage pour différents temps de maintien en charge ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $R = 400\mu\text{m}$, $T = 30^\circ\text{C}$, id4)	111
Figure 4 - 18 : Phase de fluage pour un contact sphère / plan – Comparaison entre l'analyse numérique et les résultats expérimentaux - Evolution de la pression moyenne de contact en fonction du temps de fluage pour différents temps de maintien en charge ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $R = 400\mu\text{m}$, $T = 30^\circ\text{C}$, id4).....	112

Figure 4 - 19 : Phase de recouvrance de l'empreinte résiduelle – Comparaison entre l'analyse numérique et les résultats expérimentaux - Evolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de recouvrance pour différents temps de maintien en charge ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 2\%$, $R = 400\mu\text{m}$, $T = 30^\circ\text{C}$, id3)...	113
Figure 4 - 20 : Phase de recouvrance de l'empreinte résiduelle – Comparaison entre l'analyse numérique et les résultats expérimentaux - Evolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de recouvrance pour différents temps de maintien en charge ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $R = 400\mu\text{m}$, $T = 30^\circ\text{C}$, id4) .	113
Figure 4 - 21 : Phase de fluage pour un contact sphère / plan – Comparaison entre l'analyse numérique et les résultats expérimentaux - Evolution de la déformation représentative proposée en fonction du temps de fluage – Influence de l'identification réalisé ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $R = 400\mu\text{m}$, $t_0 = 10^3\text{s}$, $T = 30^\circ\text{C}$, id3 & id4).....	114
Figure 4 - 22 : Champs de déformations 11 pour deux temps de maintien en charge à $t_F = 0.5\text{s}$ et $t_F = t_0$ et un temps de recouvrance $t_R = t_0/10$ pour différents temps de maintien en charge ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 2\%$, $R = 400\mu\text{m}$, $T = 30^\circ\text{C}$, id3).....	116
Figure 4 - 23 : Champs des contraintes de von Mises pour deux temps de maintien en charge à $t_F = 0.5\text{s}$ et à $t_F = t_0$ pour différents temps de maintien en charge ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 2\%$, $R = 400\mu\text{m}$, $T = 30^\circ\text{C}$, id3).....	117
Figure 4 - 24 : Champs des contraintes de von Mises pour deux temps de maintien en charge à $t_F = 0.5\text{s}$ et à $t_F = t_0$ pour différents temps de maintien en charge ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $R = 400\mu\text{m}$, $T = 30^\circ\text{C}$, id4).....	118
Figure 4 - 25 : Champs de déformations 11 pour deux temps de maintien en charge à $t_F = 0.5\text{s}$ et $t_F = t_0$ et un temps de recouvrance $t_R = t_0/10$ pour différents temps de maintien en charge ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $R = 400\mu\text{m}$, $T = 30^\circ\text{C}$, id4).....	119
Figure 4 - 26 : Phase de recouvrance – Illustration du blocage de la recouvrance compte tenu du positionnement et des valeurs des déformations relevées sous le contact.....	120
Figure 4 - 27 : Adaptation du maillage au champs de déformations obtenues.....	121
Figure 4 - 28 : Phase de fluage et de recouvrance– Evolution de la déformation représentative proposée en fonction (a) du temps de fluage et (b) du temps de recouvrance - Comparaison entre l'analyse numérique et le résultat expérimental et influence d'une adaptation spécifique du maillage ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $R = 400\mu\text{m}$, $T = 30^\circ\text{C}$, $t_0 = 10^5\text{s}$).....	122
Figure 4 - 29 : Phase de fluage – Evolution (a) de la déformation représentative proposée et (b) de la pression moyenne de contact en fonction du temps de fluage - Comparaison entre l'analyse numérique et le résultat expérimental et influence de l'épaisseur de la couche mince déposée ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $R = 400\mu\text{m}$, $T = 30^\circ\text{C}$).....	123

Chapitre 5

Figure 5 - 1 : Recouvrance des sillons – (a) Evolution de la profondeur du sillon résiduel normée par le rayon du contact glissant (z/a) en fonction du temps de recouvrance (t_R) pour différentes vitesses de glissement (V) – (b) Images correspondant aux différentes vitesses de glissement lors de la phase de rayure ($T = 30^\circ\text{C}$; $a/R = 0.3$; $\mu = 0.05$; $R = 400\mu\text{m}$).....	129
Figure 5 - 2 : Recouvrance des sillons – (a) Evolution de la profondeur du sillon résiduel normée par le rayon du contact glissant (z/a) en fonction du temps de recouvrance (t_R) pour différents rapports a/R – (b) Images correspondant aux différents rapports a/R lors de la phase de rayure ($T = 30^\circ\text{C}$; $V = 1\mu\text{m/s}$; $\mu = 0.05$; $R = 400\mu\text{m}$).....	130
Figure 5 - 3 : Recouvrance des sillons – (a) Evolution de la profondeur du sillon résiduel normée par le rayon du contact glissant (z/a) en fonction du temps de recouvrance (t_R) pour différents niveaux de frottement vrai (μ) – (b) Images correspondant aux différents niveaux de frottement vrai lors de la phase de rayure ($T = 30^\circ\text{C}$; $V = 100\mu\text{m/s}$; $a/R = 0.28$; $R = 400\mu\text{m}$).....	131
Figure 5 - 4 : Visualisation du sillon résiduel pour une profondeur maximale identique du sillon résiduel ($T = 30^\circ\text{C}$; $V = 100\mu\text{m.s}^{-1}$; $a/R = 0.28$; $R = 400\mu\text{m}$)	132
Figure 5 - 5 : Expérimental – Visualisation du sillon résiduel pour différentes conditions expérimentales	133
Figure 5 - 6 : Moyen numérique – Modèle numérique d'une rayure	134
Figure 5 - 7 : Recouvrance des sillons – Comparaison de l'analyse numérique avec les résultats expérimentaux - Evolution de la profondeur du sillon résiduel normée par le rayon du contact glissant en fonction du temps pour différentes vitesses de glissement ($T = 30^\circ\text{C}$; $a/R = 0.3$; $\mu = 0.05$; $R = 400\mu\text{m}$; id 4)	135
Figure 5 - 8 : Recouvrance des sillons – Comparaison de l'analyse numérique avec les résultats expérimentaux - Evolution de la profondeur du sillon résiduel normée par le rayon du contact glissant en fonction du temps pour différents rapports a/R ($T = 30^\circ\text{C}$; $V = 1\mu\text{m.s}^{-1}$; $\mu = 0.05$; $R = 400\mu\text{m}$; id 4)	136
Figure 5 - 9 : Recouvrance des sillons – Comparaison de l'analyse numérique avec les résultats expérimentaux - Evolution de la profondeur du sillon résiduel normée par le rayon du contact glissant en fonction du temps pour différents niveaux de frottement vrai ($T = 30^\circ\text{C}$; $V = 100\mu\text{m.s}^{-1}$; $a/R = 0.28$; $R = 400\mu\text{m}$; id 4).....	137
Figure 5 - 10 : Phase de rayure – Visualisation du contact glissant pour trois niveaux de frottement interfacial ($t_R = 12\text{s}$; $a/R = 0.28$; $V = 100\mu\text{m.s}^{-1}$; $T = 30^\circ\text{C}$)	137
Figure 5 - 11 : Phase de rayure - Champs des déformations 33 pour trois niveaux de frottement interfacial ($t_R = 12\text{s}$; $a/R = 0.28$; $V = 100\mu\text{m.s}^{-1}$; $T = 30^\circ\text{C}$)	138
Figure 5 - 12 : Phase de rayure - Champs des contraintes de von Mises pour trois niveaux de frottement interfacial ($t_R = 12\text{s}$; $a/R = 0.28$; $V = 100\mu\text{m.s}^{-1}$; $T = 30^\circ\text{C}$)	138
Figure 5 - 13 : Analyse numérique – Visualisation du sillon résiduel pour différentes conditions	140

Liste des tables

Table 3 - 1 : Valeurs de la déformation moyenne de Tabor à la fin du temps de maintien en charge pour différentes températures ($\langle \varepsilon_0 \rangle = 4\%$, $t_0 = 200\text{s}$, $R = 400\mu\text{m}$).....	83
Table 4 - 1 : Valeurs du coefficient de détermination ajusté pour les différentes identifications	104
Table 4 - 2 : Paramètres identifiés du modèle DNLR	105

Résumé

Le test d'indentation instrumenté permet de caractériser mécaniquement la surface des matériaux. Le principe est d'appliquer un indenteur d'une forme géométrique donnée sur la surface d'un matériau. La courbe force / enfoncement relevée permet d'obtenir des informations quantitatives sur le matériau. Dans le cadre de l'étude du comportement mécanique de la surface des polymères, la viscoélasticité, présente dans la réponse mécanique à une sollicitation, peut perturber fortement l'analyse de cette courbe force / enfoncement. Une approche expérimentale innovante est proposée ici pour étudier la viscoélasticité d'un polymère lors d'un test d'indentation. Ce test permet d'appliquer un indenteur sur la surface d'un matériau pour un chargement maintenu constant. La transparence de l'échantillon permet l'observation *in-situ* de l'évolution du contact réel en fonction du temps. Cette phase est appelée phase de fluage. Après un temps de maintien en charge programmé, il est possible d'observer la cicatrization de l'empreinte en fonction du temps. Il s'agit de la phase de recouvrance. L'indenteur choisi dans le cadre de cette étude est un indenteur sphérique et le polymère est un poly(méthyle de méthacrylate) (PMMA). Les résultats montrent qu'il est nécessaire d'étudier le retour viscoélastique des empreintes résiduelles pour conclure sur la linéarité ou non du comportement viscoélastique d'un polymère lors d'un test d'indentation. De plus, il est possible d'obtenir un comportement non linéaire lors de la phase de recouvrance sans que celui-ci soit à l'origine d'une déformation permanente. La modélisation numérique du comportement viscoélastique du PMMA permet d'obtenir plus d'informations sur les phénomènes en jeux sous le contact. Le processus d'identification est réalisé à partir de tests de compression en relaxation et de l'utilisation du modèle de Maxwell généralisé. Ces résultats montrent qu'il est possible de décrire le comportement viscoélastique du PMMA lors de la phase de fluage. Les résultats relatifs à la phase de recouvrance montrent que l'identification du comportement viscoélastique n'est pas suffisante. Néanmoins, la description des champs de déformation relevés sous le contact indique que l'apparition d'une déformation permanente est probablement corrélée au positionnement à l'interface sphère / matériau d'un niveau de déformation. La seconde partie du travail concerne le retour viscoélastique du sillon obtenu lors d'un essai de rayure. L'influence du frottement interfacial, du niveau de déformation appliqué et de la vitesse de rayure sont étudiés. L'ensemble de ces résultats donne des pistes pour identifier les propriétés à l'origine de la cicatrization des surfaces.

Mots – clés

Polymère, indentation, viscoélasticité, fluage, recouvrance, cicatrization, rayure

Abstract

The instrumented indentation test permits to characterize mechanically the surface of materials. The principle is to apply an indenter of a given geometric shape on the surface of a material. The load / displacement curve permits to obtain quantitative information of the material. As part of the study of mechanical behavior of the polymer surface, the viscoelasticity may strongly affect the analysis of the load / displacement curve. An innovative experimental approach is proposed here to study the viscoelasticity of a polymer during an indentation test. The test consists to apply an indenter on the surface of a material with a constant load. The transparency of the sample allows the *in-situ* observation of true contact evolution with time. This phase is called the creep phase. After a holding time, it is possible to observe the self-healing of the residual imprint as a function of time. This is the recovery phase. The indenter selected for this study is a spherical indenter and the polymer is poly(methyl methacrylate) (PMMA). The results show that it is necessary to study the evolutions of the residual imprint to conclude on the non-linearity of the viscoelastic behavior during an indentation test. Moreover, it is possible to obtain a nonlinear behavior in the recovery phase without it either cause permanent strain. Numerical modeling of viscoelastic behavior of PMMA can help on the physical phenomena under the contact. The identification process is obtained from relaxation compression tests and use the generalized Maxwell model. These results show that it is possible to describe the viscoelastic behavior of PMMA during the creep phase. The results for the recovery phase show that the identification of the viscoelastic behavior is not sufficient yet. However, the description of strain fields could indicate that the onset of plastic or permanent strain is probably correlated to the positioning at the interface sphere / surface of strain level. The second part of the work involves the recovery of viscoelastic groove obtained during a scratch test. The influence of interfacial friction, the strain level applied and the scratching speed are investigated. All these results suggest ways to identify the properties responsible for the healing surfaces.

Keywords

Polymer, indentation, viscoelasticity, creep, recovery, self-healing, scratch