

Conception d'expériences de nanoindentation basée sur l'identifiabilité pour l'extraction de propriétés viscoélastiques

MC. BARICK^a, Y. GAILLARD^a, A. LEJEUNE^a,
F. AMIOT^a, F. RICHARD^a

a. Univ. Bourgogne Franche-Comté,
Institut FEMTO-ST, CNRS/UFC/ENSMM/UTBM,
Département Mécanique Appliquée, 25000 Besançon,

fabrice.richard@univ-fcomte.fr

Résumé :

La nanoindentation est une technique très utilisée pour extraire des propriétés mécaniques d'un échantillon à partir de courbes force-enfoncement. Cependant, l'unicité et le caractère intrinsèque au matériau des valeurs estimées restent des problèmes largement ouverts, particulièrement lorsque des comportements visqueux sont exhibés. Dans ce travail, l'unicité/non-unicité des propriétés viscoélastiques d'un polymère déterminé par cette technique est étudiée. Une méthode de conception des expériences assurant l'extraction robuste de ces propriétés est proposée.

Pour modéliser le comportement du matériau, une loi viscoélastique standard à quatre paramètres est postulée : deux modules (E et c_1), le coefficient de Poisson ν et un coefficient de viscosité η . Un modèle éléments finis 2D-axisymétrique est utilisé pour simuler l'évolution temporelle de la force $P(t)$ et de l'enfoncement $h(t)$ d'une pointe conique.

Une analyse du problème d'identification paramétrique lors d'une charge-décharge triangulaire à enfoncement imposée est menée à l'aide d'un indice d'identifiabilité (I-index). Cet I-Index est une mesure du conditionnement numérique du problème inverse d'identification. Les effets de la vitesse d'enfoncement et de l'angle de la pointe de l'indenteur sont étudiés. On montre que l'extraction des quatre paramètres viscoélastiques avec une seule pointe d'indenteur conique est un problème mal posé et qu'il existe une corrélation entre le I-index en nanoindentation et l'énergie dissipée par le matériau lors d'un essai uniaxial cyclique.

Afin de tenter d'identifier simultanément les quatre paramètres (E, c_1, ν, η), quelques combinaisons d'essais sont étudiées. La méthode d'indentation à double pointes (cube corner et Berkovich) avec des charge/décharge triangulaires à enfoncement imposé s'avère robuste. Ce résultat et la méthode proposée ouvrent la voie à l'utilisation de cet indice d'identifiabilité pour concevoir une combinaison d'essais de nanoindentation capable de garantir l'unicité et le caractère intrinsèque au matériau des propriétés extraites, quel que soit le comportement exhibé.

Abstract :

Nanoindentation is a popular technique to extract mechanical properties of a sample from force-displacement curves. However, the uniqueness and the material intrinsic character of the estimated values remain largely open issues, particularly when the viscous behaviors are exhibited. In this work, the uniqueness/non-uniqueness of the viscoelastic properties of a polymer determined through this technique is studied. A method to design experiments allowing the robust extraction of properties is proposed.

A four-parameter standard viscoelastic law is used to model the material behavior: two moduli (E and c_1), the Poisson's ratio ν and the viscosity coefficient η . A 2D-axisymmetric finite element model is constructed to simulate the temporal evolution of the force $P(t)$ and the displacement $h(t)$ of a conical tip.

An analysis of the parametric identification problem during a triangular loading-unloading in displacement-controlled mode is performed using an identifiability index (I-index). This I-index is a measure of the numerical conditioning of the identification inverse problem. The effects of the displacement rate and the half angle of the indenter tip are investigated. We show that the extraction of the four viscoelastic parameters using single conical indenter tip is an ill-posed problem and that in nanoindentation there is a correlation between the I-index and the energy dissipated by the material during a cyclic uniaxial test.

In an attempt to simultaneously identify the four parameters, some combinations are studied. The dual indentation method (cube corner and Berkovich) with triangular loading-unloading in displacement-controlled mode turns out to be robust. This result and the proposed method pave the way for the design of a combination of nanoindentation tests based on this I-index can guarantee the uniqueness and the material intrinsic character of the extracted properties, whatever the exhibited behavior.

Mots clefs : Viscoélasticité, Nanoindentation, Polymères, Identifiabilité, Unicité, FEMU

1 Introduction

L'indentation est initialement une technique de mesure de dureté par pénétration. Cette propriété aux multiples définitions caractérise la résistance qu'oppose un échantillon plan à l'enfoncement d'un pénétrateur de grande dureté et de géométrie supposée connue. L'indentation est dite continue (instrumentée) quand l'enfoncement $h(t)$ du pénétrateur et la force d'appui $P(t)$ sont enregistrés en continu au cours de l'essai. Ces mesures peuvent donner accès sans mesure d'empreinte à une dureté et à un module élastique à l'échelle submicrométrique [1–4], mais trouvent cependant rapidement leurs limites dès que le matériau testé exhibe un comportement visqueux.

Basées sur les travaux de quelques pionniers du contact viscoélastique [5–8], des méthodes de caractérisation viscoélastiques par nanoindentation ont récemment été proposées [9–13] mais de nombreuses questions demeurent. Comme en élastoplasticité, la complexité de l'analyse des données lorsque les matériaux exhibent un comportement visqueux pose la question fondamentale de l'unicité des propriétés déterminées par une analyse des données $P(t) - h(t)$ [14,15].

L'objectif de cette étude est dans un premier temps de quantifier le caractère mal posé du problème d'extraction des propriétés viscoélastique par nanoindentation conique à l'aide d'une seule charge-décharge triangulaire. Dans un second temps, une stratégie de conception d'expériences basée sur

l'identifiabilité paramétrique permet de mieux poser le problème inverse et d'assurer autant que possible la fiabilité des propriétés extraites et leur caractère intrinsèque.

2 Matériels et méthodes

2.1 Loi de comportement du matériau

Une loi viscoélastique linéaire isotrope à coefficient de Poisson constant est choisie pour modéliser le comportement du matériau. La déformation totale $\boldsymbol{\varepsilon}$ est supposée être la somme d'une déformation élastique $\boldsymbol{\varepsilon}^e$ et d'une déformation visqueuse $\boldsymbol{\varepsilon}^{an}$ (anélastique) : $\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}^e + \boldsymbol{\varepsilon}^{an}$.

L'énergie libre massique de Helmholtz ψ [16] s'exprime :

$$\psi = \frac{1}{2\rho} (\boldsymbol{\varepsilon}^e : \mathbf{C} : \boldsymbol{\varepsilon}^e + \boldsymbol{\alpha}^{an} : \mathbf{C}^{an} : \boldsymbol{\alpha}^{an}) \quad (1)$$

$\boldsymbol{\alpha}^{an}$ est le tenseur des variables internes représentant les phénomènes anélastiques, ρ est la masse volumique, $\mathbf{C}(E, \nu)$ et $\mathbf{C}^{an}(c_1, \nu)$ sont les tenseurs des rigidités élastiques et anélastiques. E, ν et c_1 sont respectivement le module d'Young, le coefficient de Poisson et le module d'anélasticité. Les lois d'états dérivent de cette énergie libre :

$$\boldsymbol{\sigma} = \rho \frac{\partial \psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}^e} \quad \text{et} \quad \mathbf{X}^{an} = \rho \frac{\partial \psi}{\partial \boldsymbol{\alpha}^{an}} \quad (2)$$

Où $\boldsymbol{\sigma}$ est le tenseur des contraintes de Cauchy et \mathbf{X}^{an} est le tenseur des contraintes anélastiques. Le potentiel de dissipation Ω est donné par l'expression suivante [16] :

$$\Omega = \frac{E}{2\eta} (\boldsymbol{\sigma} - \mathbf{X}^{an}) : \mathbf{S} : (\boldsymbol{\sigma} - \mathbf{X}^{an}) \quad (3)$$

Où η est le coefficient de viscosité et \mathbf{S} le tenseur des souplesses élastiques tel que $\mathbf{S} : \mathbf{C} = \mathbf{I}$ (tenseur identité). Les dérivées de ce potentiel Ω fournissent les évolutions des variables internes :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{an} = \frac{\partial \Omega}{\partial \boldsymbol{\sigma}} \quad \text{et} \quad \dot{\boldsymbol{\alpha}}^{an} = -\frac{\partial \Omega}{\partial \mathbf{X}^{an}} \quad (4)$$

Cette loi de comportement viscoélastique linéaire standard à coefficient de Poisson constant est pilotée par 4 paramètres matériau $\boldsymbol{\theta} = (\theta_1, \theta_2, \theta_3, \theta_4) = (E, c_1, \nu, \eta)$.

D'un point de rhéologique, ce comportement se représente pour la partie sphérique comme pour la partie déviatorique par un ressort linéaire en série avec un solide de Kelvin-Voigt (Figure 1).

2.2 Modèle EF de l'essais de nanoindentation

Le modèle est un modèle éléments finis (EF) élaboré à l'aide du logiciel ANSYS (Figure 1). Ce modèle 2D-axisymétrique permet de simuler l'indentation conique viscoélastique en grandes déformations. La pointe conique est supposée indéformable et de demi-angle au sommet égal à $70,3^\circ$. Cette géométrie présente une fonction d'aire équivalente à celle de la pointe Berkovich utilisée expérimentalement [17]. Le coefficient de frottement entre la pointe et l'échantillon est pris égal à 0,2. Des éléments quadrangles linéaires à 4 nœuds (Q4 PLAN182) ont été utilisés. La taille de l'échantillon modélisé est 60 fois plus grande que le déplacement maximal h_{max} . La zone directement située sous l'indenteur est plus finement maillée que le reste de l'échantillon sur une longueur 8 fois plus grande que le déplacement de l'indenteur, ce qui permet de modéliser au mieux le contact et d'augmenter la précision sur le résultat de la simulation. Le maillage est progressivement plus grossier en s'éloignant de la zone indentée, permettant de diminuer le nombre d'éléments et donc de réduire les temps de

calculs. Le modèle comporte environ 20000 éléments. Les nœuds appartenant à la surface inférieure de la partie de l'échantillon modélisée sont encastres. À h_{max} , environ neuf éléments de l'échantillon sont en contact avec la pointe de l'indenteur.

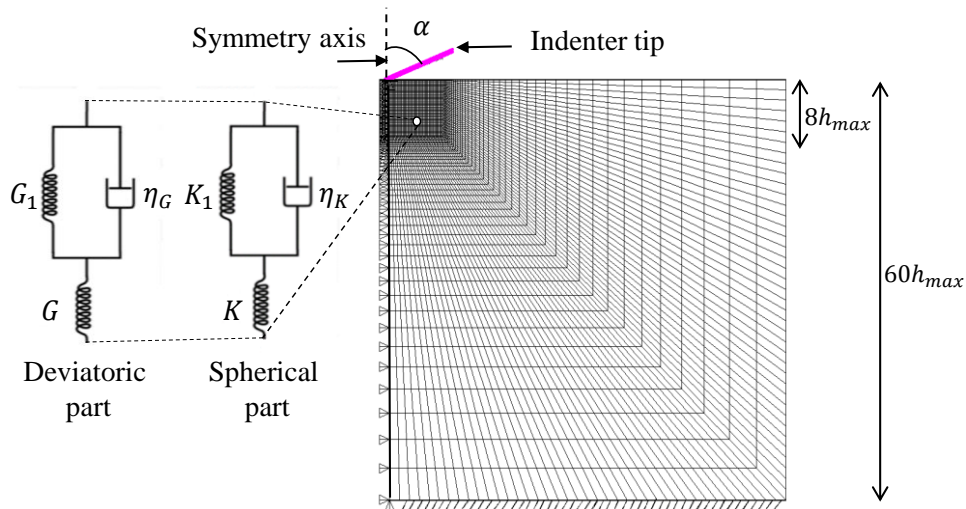


Figure 1. Maillage, conditions aux limites du modèle 2D-axisymétrique de l'essai de nanoindentation et schéma rhéologique ($E/G = c_1/G_1 = \eta/\eta_G = 2(1 + \nu)$, $E/K = c_1/K_1 = \eta/\eta_K = 3(1 - 2\nu)$).

Ce modèle EF de l'essai est paramétré. Il est ainsi possible d'étudier la sensibilité de la réponse $P(t) - h(t)$ à différents paramètres : viscoélastiques (E, c_1, ν, η), demi-angle de pointe α , vitesse du chargement \dot{h} ...

2.3 Données expérimentales

Afin d'étudier un comportement réaliste, un essai de nanoindentation a été réalisé avec un Ultra-Nanoindenteur (UNHT) équipé d'une pointe Berkovich sur un échantillon de polypropylène (PP301440) de dimensions $(150 \times 150 \times 0,5) \text{ mm}^3$ fourni par Goodfellow. Ce dispositif permet d'asservir la force jusqu'à 50 mN ($\pm 0,1 \mu\text{N}$) et le déplacement jusqu'à $40 \mu\text{m}$ ($\pm 0,1 \text{ nm}$). L'essai est réalisé à température et degré d'hygrométrie ambiants et piloté en déplacement. Il est constitué d'un cycle de charge-décharge de durée t_{max} . Une fois en contact avec l'échantillon, la pointe pénètre à une vitesse $\dot{h} \approx 1000 \text{ nm/min}$ jusqu'à atteindre $h_{max} \approx 550 \text{ nm}$, puis amorce la phase de décharge avec la même vitesse jusqu'à $h = 0$ (Figure 2). La force $P_{exp}(t)$ et le déplacement $h_{exp}(t)$ sont enregistrés au cours du temps t . La même expérience est réalisée 5 fois afin d'estimer l'incertitude expérimentale.

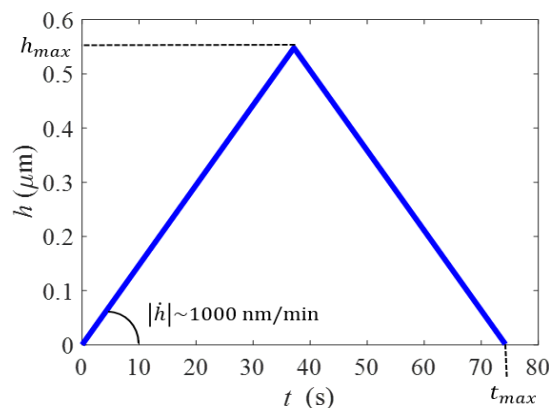


Figure 2. Chargement triangulaire à déplacement imposé au cours du temps $h(t)$.

2.4 Méthode d'estimation par recalage du modèle EF

Le recalage du modèle de l'essai sur les données expérimentales permet d'estimer un ou des vecteur-paramètres $\hat{\boldsymbol{\theta}}$ qui minimisent l'écart entre la force calculée $P(t; \boldsymbol{\theta})$ et la force expérimentale $P^{exp}(t)$. Le problème inverse peut se formuler comme un problème de minimisation d'une fonction objectif ω représentant cet écart :

$$\hat{\boldsymbol{\theta}} = \underset{\boldsymbol{\theta}}{\operatorname{argmin}} \omega [P(t; \boldsymbol{\theta}), P^{exp}(t)] \quad (5)$$

La fonction coût ω est minimisée par une technique d'optimisation locale basée sur l'algorithme de Levenberg-Marquard [18,19] à l'aide du logiciel MIC2M [20]. Elle peut s'exprimer en supposant une incertitude absolue constante sur chaque mesure de force [21] :

$$\omega(\boldsymbol{\theta}) = \frac{1}{2T} \sum_{k=1}^T \left(\frac{P_k(\boldsymbol{\theta}) - P_k^{exp}}{P_{max}^{exp}} \right)^2 \quad (6)$$

Où $P_k(\boldsymbol{\theta}) = P(t_k; \boldsymbol{\theta})$, et P_{max}^{exp} la valeur maximale de la force d'indentation expérimentale. T est le nombre d'observations temporelles de la force échantillonnée à fréquence constante et doit être suffisamment grand pour ne plus influencer sur le résultat du recalage ($T = 1000$ dans cette étude).

L'algorithme de minimisation utilisé nécessite un point de départ. L'influence de ce point de départ sur le résultat doit donc être étudiée pour analyser l'unicité/non-unicité. A la fin du processus de recalage, les incertitudes paramétriques peuvent être estimées à partir de l'équation :

$$\frac{\Delta\theta_i}{\theta_i} = \sqrt{2\omega[\bar{\mathbf{H}}^{-1}]_{ii}} \quad i = 1, \dots, 4 \quad (7)$$

Où $\bar{\mathbf{H}}$ est une matrice pseudo-hessienne (sans dimension) qui dépend de la sensibilité de la force $P(t; \boldsymbol{\theta})$ aux paramètres matériau. Elle est calculée par différences finies progressives avec une perturbation relative de 10^{-3} . Les composantes de $\bar{\mathbf{H}}$ s'écrivent [23-24] :

$$\bar{H}_{ij} = \frac{1}{T} \frac{\theta_i \theta_j}{P_{max}^2} \sum_{k=1}^T \frac{\partial P_k(\boldsymbol{\theta})}{\partial \theta_i} \frac{\partial P_k(\boldsymbol{\theta})}{\partial \theta_j} \quad i, j = 1, \dots, 4 \quad (8)$$

avec P_{max} la valeur maximale de la force d'indentation calculée.

Lorsqu'une combinaison de n essais d'indentation est utilisée, les équations précédentes s'écrivent :

$$\omega(\boldsymbol{\theta}) = \sum_{e=1}^n \left[\frac{1}{2T} \sum_{k=1}^T \left(\frac{P_k^{(e)}(\boldsymbol{\theta}) - P_k^{exp(e)}}{P_{max}^{exp(e)}} \right)^2 \right] \quad (9)$$

$$\frac{\Delta\theta_j}{\theta_j} = \sqrt{\frac{2}{n} \omega[\bar{\mathbf{H}}^{-1}]_{jj}} \quad (10)$$

$$\bar{H}_{ij} = \sum_{e=1}^n \left[\frac{1}{T} \frac{\theta_i \theta_j}{(P_{max}^{(e)})^2} \sum_{k=1}^T \frac{\partial P_k^{(e)}(\boldsymbol{\theta})}{\partial \theta_i} \frac{\partial P_k^{(e)}(\boldsymbol{\theta})}{\partial \theta_j} \right] \quad i, j = 1, \dots, 4 \quad (11)$$

2.5 Identifiabilité paramétrique a priori

Afin de quantifier le caractère plus ou moins bien posé du problème d'identification des 4 paramètres (E, c_1, ν, η) de la loi viscoélastique, un indice d'identifiabilité basé sur le conditionnement du problème inverse est utilisé. Cet I -index est défini par [23-24] :

$$I = \log_{10} \left(\frac{\lambda_{max}}{\lambda_{min}} \right) > 0 \quad (12)$$

Où λ_{max} et λ_{min} sont respectivement la valeur propre maximale et minimale de la matrice $\bar{\mathbf{H}}$ en $\boldsymbol{\theta} = (\theta_1, \theta_2, \theta_3, \theta_4) = (E, c_1, \nu, \eta)$. Plus l'indice est élevé et moins les paramètres sont identifiables. Lorsque $I \leq 2$ le conditionnement du problème inverse est bon (paramètres potentiellement identifiables) et lorsque $I > 3$ le conditionnement est mauvais (paramètres non identifiables). Ces valeurs seuils sont indicatives et correspondent à des rapports entre les incertitudes relatives sur deux paramètres estimés pouvant atteindre 10 (pour $I = 2$) et 30 (pour $I = 3$). Pour un indice compris entre 2 et 3, les paramètres sont difficilement identifiables [24].

En utilisant les matrices pseudo-hessiennes réduites associées aux combinaisons, cet I -index peut être calculé en $\boldsymbol{\theta}$ pour les 11 combinaisons de paramètres viscoélastiques (6 de 2 paramètres, 4 de 3 paramètres et une de 4 paramètres). Ceci permet de faire un classement des paramètres potentiellement identifiables et d'analyser le caractère global de ce classement. Cet I -index dépend de la vitesse du chargement \dot{h} et du demi-angle de pointe α , il est donc possible d'étudier a priori (avant de faire les essais réels) l'effet de \dot{h} et de α sur l'identifiabilité.

Lorsqu'il y a plusieurs essais, cet I -index dépend de la combinaison d'essais utilisé. Il est donc possible de rechercher a priori parmi toutes les combinaisons possibles la meilleure (celle qui correspond à la valeur minimale de l'indice : I_{min}) et la pire (celle qui correspond à la valeur maximale de l'indice : I_{max}).

3 Résultats et discussion

Dans un premier temps l'unicité/non-unicité de la solution du recalage du modèle EF sur les données expérimentales de nanoindentation est étudié. Ensuite l'effet sur l'identifiabilité de la vitesse \dot{h} de l'essai et du demi-angle α de la pointe est analysé, ainsi que le lien identifiabilité-dissipation. Pour finir, quelques combinaisons d'essais sont étudiées afin de trouver celle qui permet de poser le problème inverse d'identification paramétrique de la meilleure façon.

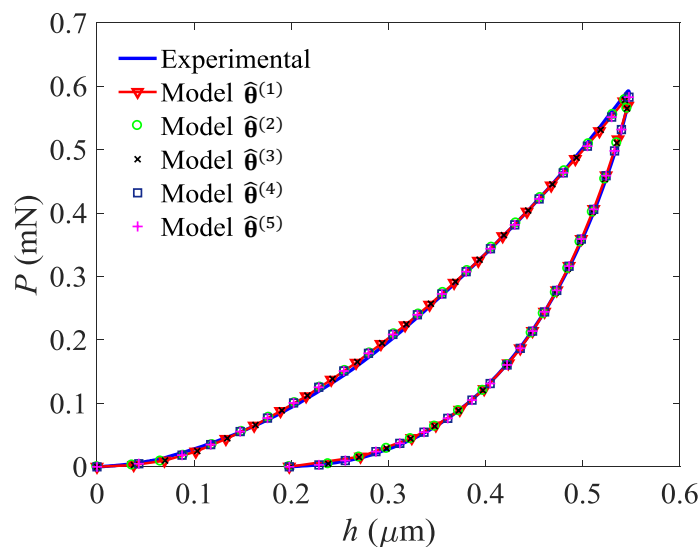
3.1 Non unicité des propriétés viscoélastiques

Afin d'étudier l'influence du point de départ de l'algorithme de minimisation sur le résultat, plusieurs points sont testés. Des recalages sont également effectués en supposant la valeur d'un paramètre élastique connu et cohérente par rapport à la littérature concernant le polypropylène : $E = 1.50$ GPa pour le cas (4), $\nu = 0.40$ pour le cas (5). Le Tableau 1 présente 5 solutions de recalages et les incertitudes paramétriques.

Les valeurs estimées sont très différentes et les incertitudes obtenues sont importantes, voir considérables pour le coefficient de Poisson. La Figure 3 illustre graphiquement la faible valeur de la fonction objectif ω à l'issue des recalages. Les cinq simulations sont dans l'épaisseur du trait de la courbe expérimentale, épaisseur qui correspond à l'ordre de grandeur de l'incertitude expérimentale ($\sim 1\%$). La non-unicité de la solution est donc prouvée.

Tableau 1 : Exemples de solutions du problème inverse et incertitudes associées.

	E (GPa)	c_1 (GPa)	ν	η (GPa.s)
$\hat{\theta}_i^{(1)}$	1.63	1.05	0.13	18.56
$\Delta\theta_i^{(1)}/\theta_i$	7%	6%	90%	15%
$\hat{\theta}_i^{(2)}$	1.63	1.05	0.03	18.48
$\Delta\theta_i^{(2)}/\theta_i$	6%	6%	167%	15%
$\hat{\theta}_i^{(3)}$	1.63	1.06	0.03	18.50
$\Delta\theta_i^{(3)}/\theta_i$	7%	6%	138%	15%
$\hat{\theta}_i^{(4)}$	1.50 (imposé)	0.96	0.02	22.87
$\Delta\theta_i^{(4)}/\theta_i$	-	24%	291%	29%
$\hat{\theta}_i^{(5)}$	1.47	0.94	0.40 (imposé)	17.08
$\Delta\theta_i^{(5)}/\theta_i$	44%	48%	-	41%

Figure 3 : Courbes d'indentation expérimentale ($\dot{h} = 1000 \text{ nm/min}$) et simulées correspondant aux solutions du recalage du modèle EF de l'essai de nanoindentation

Les données expérimentales ne permettent pas de bien poser le problème d'identification. L'analyse d'identifiabilité a priori, par une exploration numérique des essais techniquement réalisables, peut le permettre. Environ 3 décades de la vitesses \dot{h} (de 50 à 20000 nm/min) et les géométries classiques de pointe (du Berkovich au cube corner) sont donc investiguées. Cette investigation est réalisée en $\hat{\theta}^{(5)}$, solution la plus cohérente par rapport aux coefficients d'élasticité instantanée du polypropylène trouvés dans la littérature.

3.2 Effet de la vitesse de l'essai sur l'identifiabilité

Le I -index est calculé en $\hat{\theta}^{(5)}$ pour différentes vitesses de chargement triangulaire \dot{h} (50, 100, 500, 1000, 2500, 5000, 10000, 20000 nm/min) et un demi-angle de pointe $\alpha = 70,3^\circ$ (Berkovich équivalent). La Figure 4 illustre les 8 courbes d'indentations correspondantes. On peut noter que le phénomène visqueux est particulièrement activé pour des vitesses de l'ordre de grandeur du chargement expérimental.

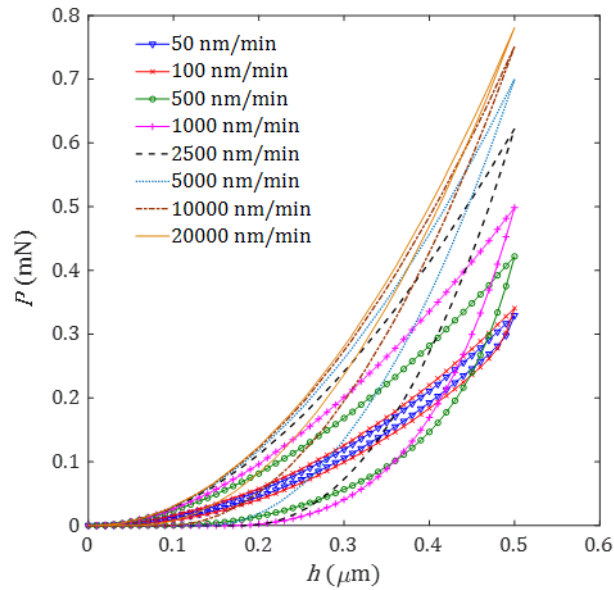


Figure 4 : Courbes d'indentation simulées en $\widehat{\theta}^{(5)}$ pour un demi-angle de pointe $\alpha = 70,3^\circ$ (Berkovich équivalent) correspondant aux 8 vitesses du chargement triangulaire \dot{h} .

Le tableau 5 récapitule les valeurs minimales et maximales du I -index pour toutes les combinaisons possibles de 2 et 3 paramètres et les valeurs du I -index pour celle à 4 paramètres (E, c_1, ν, η). Pour les vitesses particulières (500, 1000 et 2500 nm/min), il est possible d'identifier 2 paramètres ($I_{max} \leq 2$) quelque que soit la paire choisie. Même s'il ne permet pas d'identifier les 4 paramètres, l'essai à 500 nm/min est le plus à même de « faire parler la matière ».

Tableau 2 : $[I_{min}; I_{max}]$ -index en $\widehat{\theta}^{(5)}$ en fonction de la vitesse du chargement triangulaire \dot{h} (en nm/min) de l'essai de nanoindentation Berkovich pour les combinaisons de paramètres.

	50	100	500	1000	2500	5000	10000	20000
2 paramètres	[1.6; 2.8]	[1.1; 2.5]	[0.6; 1.6]	[0.8; 1.9]	[1.3; 2.0]	[1.1; 2.8]	[1.2; 3.7]	[1.6; 4.2]
3 paramètres	[3.0; 3.5]	[2.9; 3.5]	[1.8; 2.9]	[1.9; 3.0]	[2.5; 3.7]	[3.0; 4.0]	[3.1; 4.0]	[3.3; 4.4]
(E, c_1, ν, η)	3.5	3.5	3.6	3.7	4.0	4.1	4.3	4.4
<i>$I \leq 2$ (potentiellement identifiable), $2 < I \leq 3$ (difficilement identifiable), $I > 3$ (non identifiable)</i>								

Pour le comportement viscoélastique standard utilisé, il est possible de faire le lien entre le conditionnement numérique du problème inverse d'identification paramétrique (I -index) et l'amortissement intrinsèque (facteur de perte) du matériau. Dans le cas d'un chargement harmonique de fréquence $f = 1/t_{max}$ en traction simple, le facteur de perte s'exprime :

$$\tan(\delta) = \frac{2\pi f E \eta}{c_1(E + c_1) + (2\pi f)^2 \eta^2} \quad (13)$$

La Figure 5 illustre la corrélation entre le facteur de perte $\tan(\delta)$ et le I -Index pour 3 combinaisons particulières de paramètres. On observe clairement la corrélation entre le meilleur conditionnement du problème inverse (I -index minimum) et l'amortissement maximum ($\tan(\delta)$ maximum). Cet optimum correspond à l'essai à une vitesse d'environ 500 nm/min.

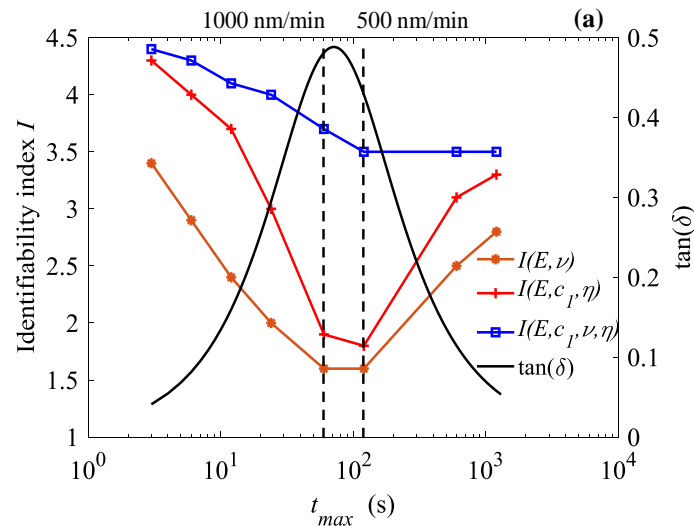


Figure 5 : I -index en $\hat{\theta}^{(5)}$ pour des chargements triangulaires d'indentation Berkovich à déplacement imposée et facteur de perte $\tan(\delta)$ en fonction de la période t_{max} de l'essai.

Le I -index est donc une mesure indirecte de la dissipation intrinsèque du matériau. Cette mesure indirecte est basée sur la sensibilité de la force d'indentation aux paramètres pilotant le comportement viscoélastique du matériau. L'optimum étant à environ 500 nm/min, l'effet de la géométrie de la pointe sera étudié à cette vitesse.

3.3 Effet de l'angle de pointe sur l'identifiabilité

L'effet sur l'identifiabilité du demi-angle de pointe de l'indenteur est investigué en $\hat{\theta}^{(5)}$ pour la vitesse de chargement de 500 nm/min. Cinq demi-angles sont considérés : $\alpha = 42.28^\circ$ (cube corner équivalent), 57° , 60° , 65° and 70.3° (Berkovich équivalent). La Figure 5 illustre les courbes d'indentations correspondantes.

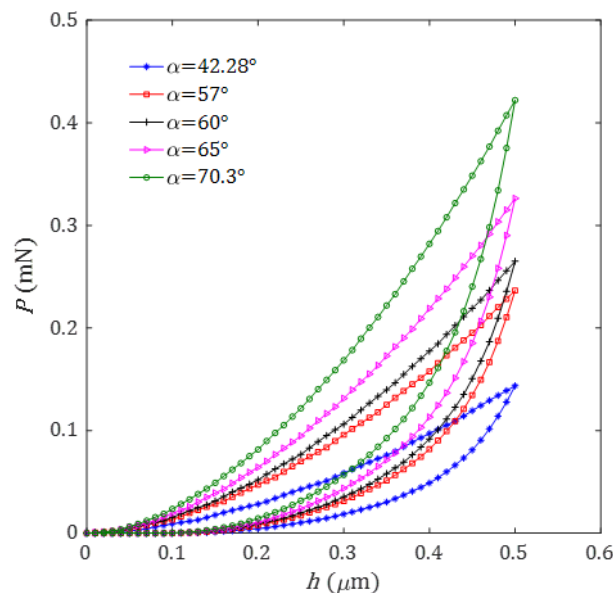


Figure 6 : Courbes d'indentation simulées $\hat{\theta}^{(5)}$ pour un chargement triangulaire à $\dot{h} = 500$ nm/min correspondant aux 5 demi-angles de pointe α .

Le Tableau 3 récapitule les valeurs minimales et maximales du I -index obtenues pour toutes les combinaisons possibles de 2,3 et 4 paramètres. On peut noter que l'angle de pointe n'a pas une grande

influence sur l'identifiabilité. Les 4 paramètres sont dans le meilleur des cas (cube corner) très difficilement identifiable ($I = 2,8$).

Tableau 3 : $[I_{min}; I_{max}]$ -index en $\hat{\theta}^{(5)}$ lors d'un chargement triangulaire à 500 nm/min en fonction du demi-angle de pointe pour différentes combinaisons de paramètres (parmi les 4).

	(cube corner)				(Berkovich)
	$\alpha = 42.28^\circ$	$\alpha = 57^\circ$	$\alpha = 60^\circ$	$\alpha = 65^\circ$	$\alpha = 70.3^\circ$
2 paramètres	[0.5; 0.6]	[0.6; 1.6]	[0.6; 1.6]	[0.6; 1.6]	[0.6; 1.6]
3 paramètres	[1.7; 2.7]	[1.8; 2.8]	[1.8; 2.8]	[1.8; 2.8]	[1.8; 2.9]
(E, c_1, ν, η)	2.8	3.2	3.1	3.4	3.6

$I \leq 2$ (potentiellement identifiable), $2 < I \leq 3$ (difficilement identifiable), $I > 3$ (non identifiable)

3.4 Quelques combinaisons d'essais possibles

Afin de tenter d'identifier les quatre paramètres, l'intérêt de quelques combinaisons d'essais à différentes vitesses et angles de pointe est exploré.

3.4.1 Plusieurs essais triangulaires

Le I -index est calculé pour toutes les combinaisons possibles des 8 essais de nanoindentation du paragraphe 3.2. Le Tableau 4 synthétise les valeurs minimales et maximales du I -index pour quelques combinaisons d'essais et toutes les combinaisons possibles de 2,3 et 4 paramètres.

Tableau 4 : $[I_{min}; I_{max}]$ -index en $\hat{\theta}^{(5)}$ pour différentes combinaisons de paramètres (parmi les 4) et d'essais de nanoindentation Berkovich (parmi les 8).

	1 test	2 tests	4 tests	6 tests	8 tests
2 paramètres	[0.6; 4.2]	[0.4; 3.9]	[0.3; 2.6]	[0.4; 2.0]	[0.6; 1.7]
3 paramètres	[1.8; 4.4]	[1.1; 4.3]	[1.0; 3.9]	[1.1; 2.7]	[1.3; 2.6]
(E, c_1, ν, η)	[3.5; 4.4]	[3.5; 4.3]	[3.5; 4.2]	[3.6; 3.9]	3.7

$I \leq 2$ (potentiellement identifiable), $2 < I \leq 3$ (difficilement identifiable), $I > 3$ (non identifiable)

L'augmentation du nombre d'essais pris en compte tend à diminuer le I -index. Il n'y a donc pas de phénomène de dilution de l'information et il est préférable de combiner les essais pour augmenter la robustesse de l'identification. En combinant les 8 essais, tous les couples de paramètres sont potentiellement identifiables ($I_{max} = 1,7$). Cependant, même en combinant ces 8 essais, l'identification des 4 paramètres reste impossible ($I = 3,7$), et l'identification d'une combinaison à trois paramètres est très difficile : $I(E, c_1, \nu) = 2,6$.

3.4.2 Plusieurs géométries de pointe

Le I -index est calculé pour toutes les combinaisons possibles des 6 essais de nanoindentation avec les demi-angles de pointe du paragraphe 3.3. Le Tableau 4 synthétise les valeurs minimales et maximales du I -index pour les combinaisons de deux essais (dual nanoindentation) et toutes les combinaisons possibles de 2,3 et 4 paramètres. Quelle que soit la combinaison de 2 pointes, toutes les combinaisons de 2 paramètres sont potentiellement identifiables. ($I_{max} = 1,6$). Pour que les combinaisons de 3 et 4 paramètres le soient également, il est nécessaire de choisir judicieusement ces deux pointes.

Tableau 5 : $[I_{min}; I_{max}]$ -index en $\hat{\theta}^{(5)}$ pour différentes combinaisons de paramètres (parmi les 4) et de couples de pointes d'indenteur (parmi les 5) pour un chargement triangulaire à 500 nm/min.

	Dual nanoindentation $[I_{min}; I_{max}]$	$\alpha_1 = 42.28^\circ$ et $\alpha_2 = 70.3^\circ$ (cube corner et Berkovich)
2 paramètres	[0.6; 1.6]	[0.6; 1.6]
3 paramètres	[1.7; 2.8]	[1.7; 1.9]
(E, c_1, ν, η)	[2.0; 3.3]	2.0
<i>$I \leq 2$ (potentiellement identifiable), $2 < I \leq 3$ (difficilement identifiable), $I > 3$ (non identifiable)</i>		

La combinaison de pointes (cube corner et Berkovich) est la plus judicieuse. C'est le seul couple de pointe qui rend les 4 paramètres potentiellement identifiables : $I(E, c_1, \nu, \eta) = 2,0$.

4 Conclusion

Lorsqu'une seule pointe conique est utilisée, les données $P(t) - h(t)$ d'essais d'indentation de charge-décharge triangulaire à enfoncement imposé ne permettent pas d'identifier les 4 paramètres (E, c_1, ν, η) d'une loi de comportement viscoélastiques standard à coefficient de Poisson constant. La solution des recalages du modèle EF est non-unique. L'utilisation d'un indice d'identifiabilité a montré que ce caractère mal posé du problème d'identification est la conséquence d'un mauvais conditionnement, et que ce conditionnement est corrélé à la dissipation du matériau.

Afin de tenter d'identifier les quatre paramètres, quelques combinaisons d'essais à différentes vitesses et angles de pointe ont été explorées. En utilisant plusieurs vitesses de chargement, les 4 paramètres sont inaccessibles lorsqu'une seule pointe est utilisée. En revanche la méthode d'indentation à double pointes (cube corner et Berkovich) s'avère robuste si la vitesse de chargement active pleinement le phénomène visqueux. Ce résultat et la méthode de conception numérique d'expériences de nanoindentation proposée ouvrent la voie à l'extraction de propriétés intrinsèques et fiables pilotant des comportements plus complexes à l'échelle submicrométrique : coefficient de Poisson non constant, viscoplastique, visco-élastoplastique, ...

Références

- [1] C.Y. Zhang, Y.W. Zhang, K.Y. Zeng, L. Shen, Nanoindentation of polymers with a sharp indenter, *Journal of Materials Research*. 20 (2005) 1597–1605.
- [2] A.C. Fischer-Cripps, A simple phenomenological approach to nanoindentation creep, *Materials Science and Engineering: A*. 385 (2004) 74–82.
- [3] M.R. VanLandingham, Review of instrumented indentation, *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*. 108 (2003) 249–265.
- [4] B.J. Briscoe, L. Fiori, E. Pelillo, Nano-indentation of polymeric surfaces, *Journal of Physics D: Applied Physics*. 31 (1998) 2395.
- [5] E.H. Lee, Stress analysis in visco-elastic bodies, *Quarterly of Applied Mathematics*. (1955) 183–190.
- [6] J.R.M. Radok, Visco-elastic stress analysis, *Quarterly of Applied Mathematics*. 15 (1957) 198–202.
- [7] E.H. Lee, J.R.M. Radok, The contact problem for viscoelastic bodies, *Journal of Applied Mechanics*. 27 (1960) 438–444.
- [8] G.A. Graham, The contact problem in the linear theory of viscoelasticity, *International Journal of Engineering Science*. 3 (1965) 27–46.
- [9] C.Y. Zhang, Y.W. Zhang, K.Y. Zeng, L. Shen, Characterization of mechanical properties of polymers by nanoindentation tests, *Philosophical Magazine*. 86 (2006) 4487–4506.

- [10] M. Vandamme, F.-J. Ulm, Viscoelastic solutions for conical indentation, *International Journal of Solids and Structures*. 43 (2006) 3142–3165.
- [11] C.-K. Liu, S. Lee, L.-P. Sung, T. Nguyen, Load-displacement relations for nanoindentation of viscoelastic materials, *Journal of Applied Physics*. 100 (2006) 033503.
- [12] Y.-T. Cheng, C.-M. Cheng, Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements, *Materials Science and Engineering: R: Reports*. 44 (2004) 91–149.
- [13] L. Cheng, X. Xia, W. Yu, L.E. Scriven, W.W. Gerberich, Flat-punch indentation of viscoelastic material, *J. Polym. Sci. B Polym. Phys.* 38 (2000) 10–22. doi:10.1002/(SICI)1099-0488(20000101)38:1<10::AID-POLB2>3.0.CO;2-6.
- [14] A. Constantinescu, N. Tardieu, On the identification of elastoviscoplastic constitutive laws from indentation tests, *Inverse Probleme in Engineering*. 9 (2001) 19–44. doi:10.1080/174159701088027751.
- [15] J.K. Phadikar, T.A. Bogetti, A.M. Karlsson, On the uniqueness and sensitivity of indentation testing of isotropic materials, *International Journal of Solids and Structures*. 50 (2013) 3242–3253. doi:10.1016/j.ijsolstr.2013.05.028.
- [16] J. Lemaitre, J.L. Chaboche, *Mechanics of solid materials*, Cambridge university press, 1994.
- [17] A.C. Fischer-Cripps, *Nanoindentation*. 2011, Springer, n.d.
- [18] K. Levenberg, A method for the solution of certain non-linear problems in least squares, *Quarterly of Applied Mathematics*. 2 (1944) 164–168.
- [19] D.W. Marquardt, An algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters, *Journal of the Society for Industrial and Applied Mathematics*. 11 (1963) 431–441.
- [20] F. Richard, MIC2M, [Http://Mic2m.Univ-Fcomte.Fr](http://Mic2m.Univ-Fcomte.Fr). (1999).
- [21] M. Qasmi, P. Delobelle, F. Richard, C. Brun, M. Fromm, Viscoelastic mechanical properties determined by nanoindentation tests and its numerical modelling of polypropylene modified by He⁺ particle implantation and e⁻ irradiation, *Progress in Organic Coatings*. 51 (2004) 195–204.
- [22] F. Richard, M. Villars, S. Thibaud, Viscoelastic modeling and quantitative experimental characterization of normal and osteoarthritic human articular cartilage using indentation, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 24 (2013) 41–52. doi:10.1016/j.jmbbm.2013.04.012.
- [23] M.-J. Pac, S. Giljean, C. Rousselot, F. Richard, P. Delobelle, Microstructural and elasto-plastic material parameters identification by inverse finite elements method of Ti (1- x) Al x N (0, Thin Solid Films. 569 (2014) 81–92.
- [24] Gujarati, D.N, *Basic econometrics*, 2 nd, McGraw-Hill, New York, 1988.