

EPFL-SMX Technologie et pratique des matériaux 2025

Propriétés de surface des matériaux

Nanoindentation

Pour toute question, n'hésitez pas à passer à mon bureau MXC 232 ou à me contacter à francois.rivat@epfl.ch

Ce travail pratique a comme objectif de se familiariser avec l'indentation instrumentée en combinant la théorie et les mesures sur des matériaux aux comportements mécaniques très différents. Le travail permet de découvrir et observer des phénomènes comme l'élasticité, la fissuration, le fluage, la viscoélasticité, etc. qui seront approfondis plus tard dans les cours spécifiques.

1. INTRODUCTION - THÉORIE

Les tests d'indentation sur les matériaux sont utilisés depuis plus de 100 ans pour déterminer leurs propriétés mécaniques, telles que la résistance à l'usure, la résilience, la ténacité et la ductilité. Cette technique est principalement utilisée pour mesurer la dureté d'un matériau en appliquant une charge F , statique ou parfois dynamique, sur la surface d'un échantillon à l'aide d'un indenteur. Les dimensions de l'empreinte laissée par l'indenteur (A , d) sont ensuite analysées.

La dureté du matériau H est alors déterminée à partir de la charge appliquée F et de l'aire de l'empreinte de l'indenteur A .

$$H = \frac{F}{A}$$

1.1. Microindentation

La technique la plus simple et peu coûteuse est l'**indentation conventionnelle (microindentation)** où les dimensions de l'empreinte de l'indenteur sont mesurées au microscope. L'indenteur le plus couramment utilisé est le Vickers, une pyramide à quatre faces avec un angle au sommet égal à 136° (Figure 1 et Figure 5 (b)). L'indenteur est appliqué sans impact, et le contact sous une force maximale F_{max} est maintenu pendant 10 à 15 secondes.



Aire projetée



Aire développée

Figure 1: Aire de contact projetée et développée. L'aire de contact développée est l'aire calculée pour la dureté Vickers.

On détermine l'aire développée A_d avec la moyenne des deux diagonales de l'empreinte (d en mm) et connaissant la géométrie de l'indenteur, la dureté Vickers peut être calculée (MPa).

$$H_v = \frac{F}{A_d} = \frac{2F \cdot \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 1.8544 \frac{F}{d^2}$$

Cependant, cette technique est limitée à des charges F élevées ($> 1\text{ N}$) pour avoir une empreinte observable et une bonne précision sur les mesures de d comme observé sur le graphique Figure 2.

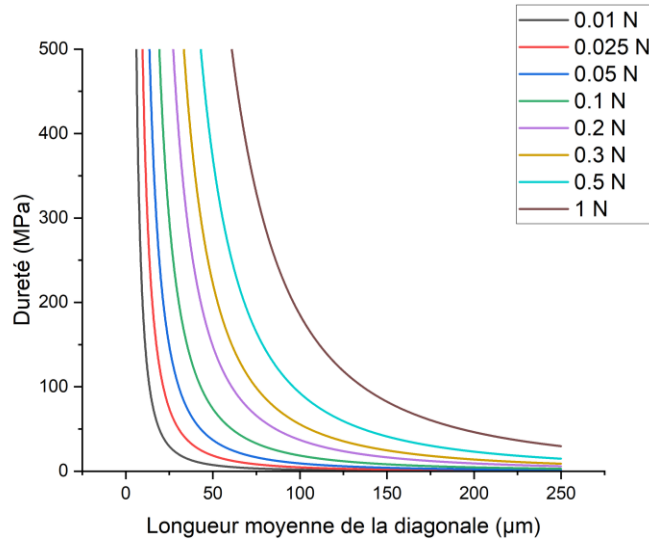


Figure 2: Mesure de dureté Vickers à différentes forces d'indentation. En diminuant la force, une faible erreur de lecture de la longueur moyenne de la diagonale engendre une grande erreur sur la dureté.

Idéalement, d devrait être supérieur à $20\ \mu\text{m}$. Pour des forces inférieures à $1\ \text{N}$, la dureté peut significativement varier selon les facteurs suivants :

- Caractéristiques du matériau (inhomogénéité)
- Effet de surface (rugosité, oxides, particules autres, contaminants)
- Imperfection géométrique de l'indenteur près de la pointe

La première chose est donc de vérifier que la surface soit plane et avec peu de rugosité. La préparation des surfaces est importante. En outre, pour de nombreux matériaux, lorsque la profondeur d'indentation diminue, certaines propriétés mécaniques changent, et en particulier la dureté augmente, dû à l'ISE : *indentation size effect*. Cet effet dépend fortement du mécanisme de déformation plastique du matériau considéré, et n'est par exemple pas observé pour la silice fondue, pour laquelle la dureté est constante quelle que soit la profondeur d'indentation, comme montré dans la Figure 3. Le module d'Young n'est en revanche pas affecté par cet effet et est considéré comme la propriété des matériaux la plus constante (et caractéristique).

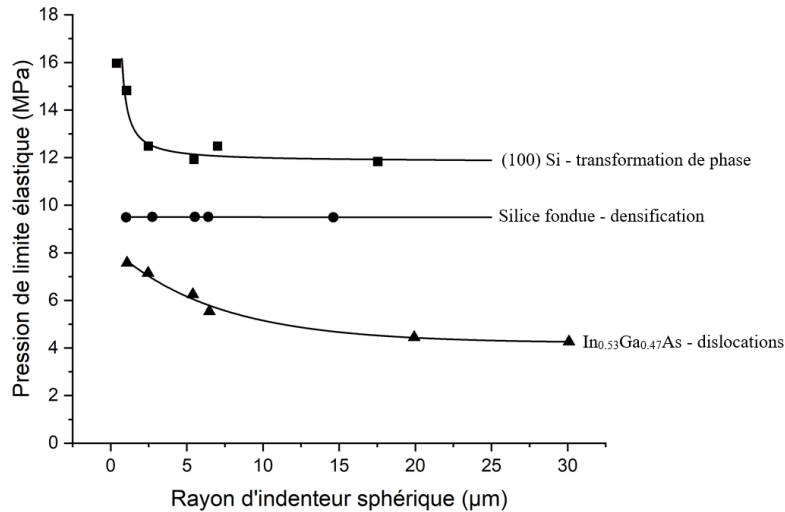


Figure 3 – Indentation de matériaux possédant différents mécanismes de déformation plastique (densification, dislocations) ou comportements (transformation de phase) par des indenteurs sphériques de différents rayons. La pression de limite élastique, correspondant à la pression à partir de laquelle la déformation plastique commence, est mesurée.

1.2. Nanoindentation

Pour des forces très faibles comme montré Figure 4, il est conseillé d'utiliser une nouvelle technique, plus récente et sophistiquée : **l'indentation instrumentée (nanoindentation)**.

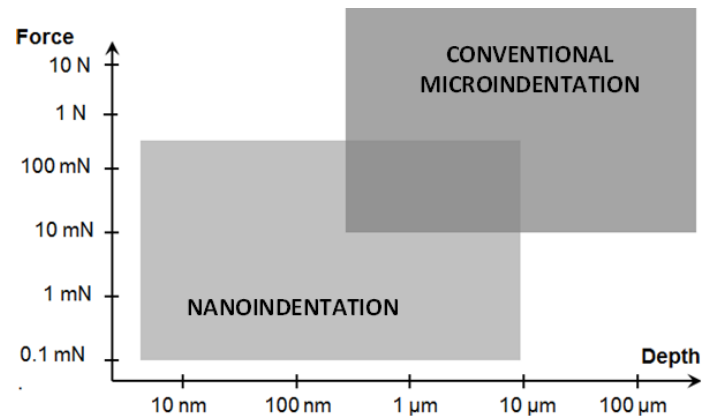


Figure 4: Différence entre indentation conventionnelle et nanoindentation instrumentée; en fonction de la force appliquée et la profondeur atteinte.

Le test de nanoindentation ne repose pas sur la taille des empreintes mais sur la mesure en continu de la force et de la profondeur de pénétration d'un indenteur de géométrie connue dans le matériau.

Contrairement à l'indentation conventionnelle, une pyramide à trois côtés (Berkovich, Figure 5 (c)) sera préférée à celle à quatre côtés (Vickers, Figure 5 (b)) pour une meilleure précision. En effet, l'indenteur Berkovich se termine naturellement par un point défini par l'intersection de ses trois faces, ce qui facilite l'usinage de diamants à petite échelle. Les imperfections des pointes de Berkovich sont fréquemment inférieures à 50 nm dans les meilleurs diamants. À l'inverse, l'usinage d'une pointe Vickers forme plus facilement à son extrémité une arête en ciseau, non linéaire, qu'une pointe bien définie. La pyramide à trois faces de Berkovich a le même ratio aire/profondeur que la pyramide Vickers ($A = 24.5 h^2$) pour permettre la comparaison des différentes mesures.

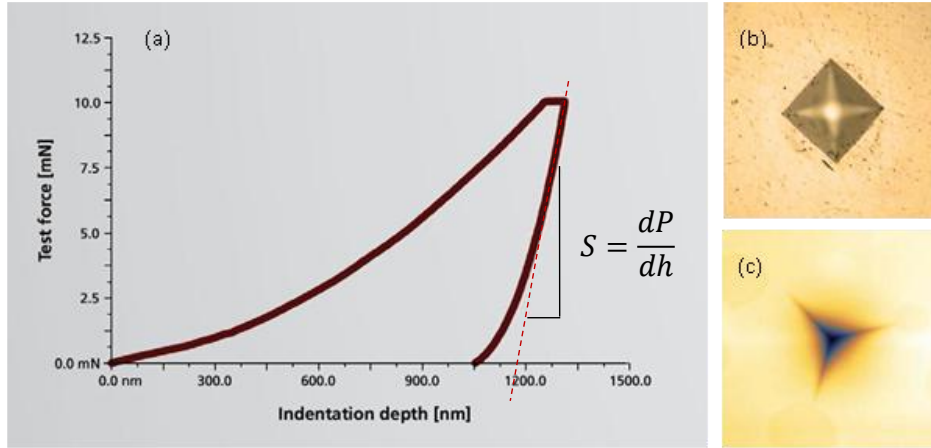


Figure 5: Exemple typique (a) d'une courbe force-profondeur d'un test de nanoindentation (a), empreintes d'un indenteur (b) Vickers et (c) Berkovich.

Les deux propriétés mécaniques mesurées le plus fréquemment en utilisant les courbes force-profondeur sont la dureté H et le module de Young E . Plusieurs méthodes existent pour les calculer à partir des données de la nanoindentation. La plus répandue est celle qui considère un cycle de chargement et de déchargement, qui résulte en un graphe similaire à Figure 5 (a).

Le chargement est influencé par la plasticité du matériau et le déchargement par les propriétés élastiques. La dureté est calculée à partir des données de chargement. Un modèle de déformation élastique exploite les données du déchargement et relie l'aire de contact au moment de la charge maximale au module de Young. Le module relatif E_r peut être déterminé à partir de l'aire de contact A et la rigidité mesurée au contact S (montré sur Figure 5 (a)).

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A}}$$

L'aire de contact A (aire projetée A_p) est compliquée à mesurer avec un microscope. Une nouvelle méthode a été mise au point en prenant en compte la géométrie de l'indenteur et la profondeur de contact h_c , décrite par une fonction $F(h_c)$ pour calculer A_p .

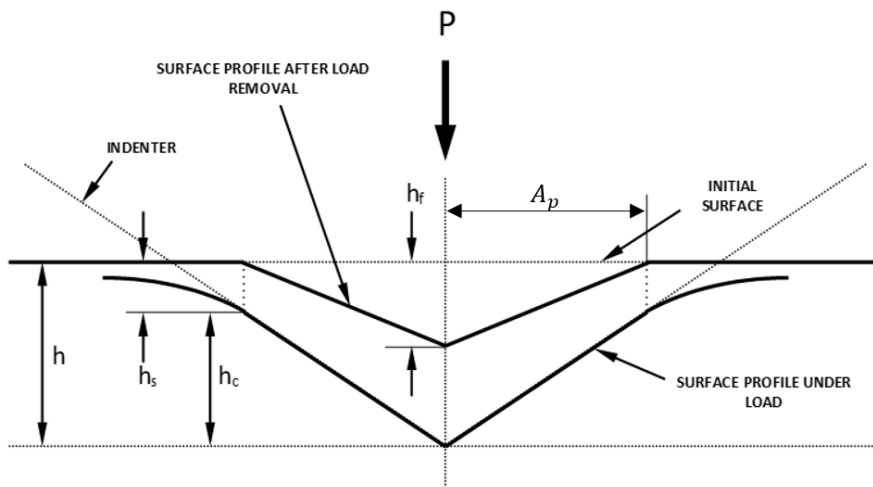


Figure 6: Représentation schématique du procédé d'indentation et de la rétraction de la surface indentée durant le déchargement.

Durant le chargement, on a $h = h_c + h_s$ comme observé sur la Figure 6. h_s est la distance de la surface au point de contact avec l'indenteur et peut être calculée si l'on connaît la géométrie de l'indenteur (facteur ε) et la force maximale appliquée F_{max} .

$$h_s = \varepsilon \frac{F_{max}}{S}$$

h_c est la profondeur d'indentation au contact, et est déterminée en connaissant h_s et h . Ensuite, h_c est utilisée pour calculer l'aire de contact $A = F(h_c)$. Avec cette aire de contact et F_{max} , la dureté H_{IT} peut être déterminée.

Du module relatif E_r et du coefficient de poisson ν du matériau testé, le module de Young E_{IT} peut être calculé en prenant en compte le module de Young E_i et le coefficient de poisson ν_i du matériau de l'indenteur.

$$E_{IT} = \frac{(1 - \nu^2)}{\frac{1}{E_r} - \frac{(1 - \nu_i^2)}{E_i}}$$

1.2.1. Comparaison micro et nanoindentation

Pour l'indentation instrumentée, l'aire de contact utilisée est l'aire projetée A_p observée sur la Figure 1. Elle est plus petite que l'aire développée A_d utilisée pour le calcul de H_v qui sera donc inférieure à H_{IT} .

On peut avec H_{IT} mesurer une nouvelle dureté Vickers « recalculée » H_{vIT} en sachant que $A_d = A_p \sin \alpha$ avec α l'angle de face de l'indenteur (136° pour Vickers, 142.3° pour Berkovich).

$$F_{max} = H_{vIT} \cdot A_d = H_{IT} \cdot A_p$$

$$H_{vIT} = \frac{H_{IT}}{\sin \alpha}$$

2. INFORMATIONS SUPPLÉMENTAIRES

Les courbes résultantes sont alors utilisées pour calculer les propriétés de surface des matériaux qui peuvent varier dû à l'usinage, le traitement thermique, l'exposition chimique ou l'oxydation. Avec l'apparition de matériaux de plus en plus complexes, des films minces et des revêtements, le volume des empreintes peut aussi être diminué pour mesurer des propriétés à des localisations plus spécifiques.

Le système de nanoindentation est observé sur la Figure 7. Il possède un capteur de déplacement (capacitif) pour suivre les mouvements de l'indenteur. Autour de l'indenteur se situe un anneau de référence en zircone qui repose sur la surface de l'échantillon pour référencer la position durant les cycles de charge et décharge. Celui-ci sert à compenser la déformation du cadre et minimiser la dérive thermique des composants de l'instrument en surveillant en continu l'écart entre la position de référence et la position de l'indenteur. Les autres avantages de cet anneau (*top-referencing*) sont la rapidité d'approche de l'indenteur (car on connaît toujours la position relative de la pointe de l'indenteur par rapport à la surface) et la protection de l'indenteur des courants d'air puisque la pointe est protégée par l'anneau.



Figure 7: Un système de nanoindentation commercial avec une découpe de sa tête de mesure. Un électro aimant (A) applique une force sur la tige de l'indenteur et le capteur capacitif (B) mesure le déplacement résultant. La pointe de l'indenteur (D) se déplace par rapport à l'anneau de référence (C) qui repose sur la surface de l'échantillon (Anton Paar TriTec SA).

3. EXEMPLE APPLICATION

Dans beaucoup d'applications industrielles comme par exemple l'industrie automobile, un ingénieur doit connaître les propriétés mécaniques de revêtements en carbone amorphe (*diamond-like carbon* (DLC)) $< 3 \mu\text{m}$ d'épaisseur à la surface des pièces en acier, observé sur Figure 8. Une technique conventionnelle mesurerait davantage les propriétés du substrat que celles du revêtement.

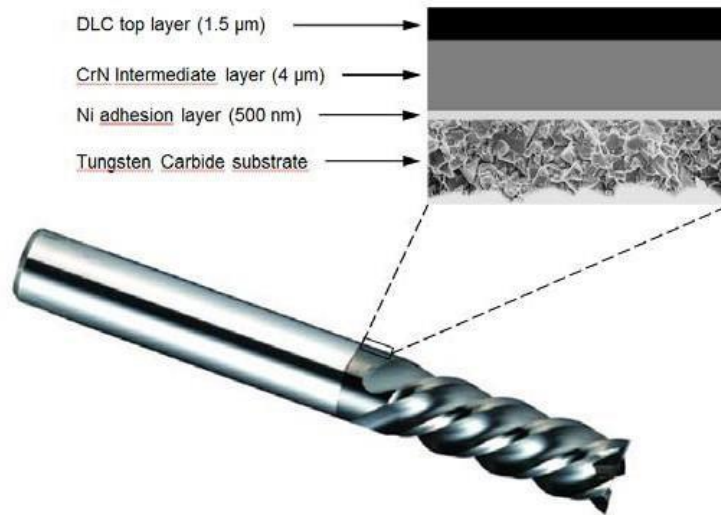
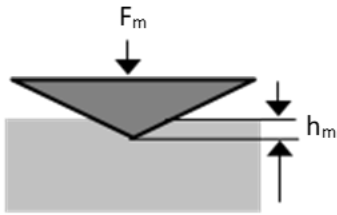


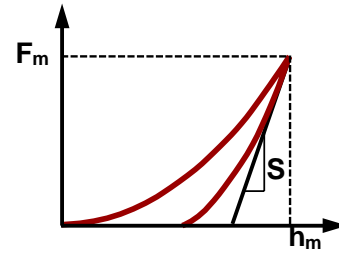
Figure 8: Un outil de coupe typique et la structure multicouche de son revêtement.

Pour la dureté de l'outil, si l'ingénieur(e) utilise un test de dureté Rockwell ou Vickers, il appliquera une charge de 10N qui ferait pénétrer l'indenteur à des épaisseurs plus grandes que celles des revêtements. La dureté mesurée serait certainement celle du substrat. Avec un équipement de micro-dureté Vickers une charge de 50 mN engendrerait une indentation pratiquement invisible avec un microscope optique. La solution logique est donc d'utiliser la nanoindentation, une technique qui applique des charges plus petites que la micro-dureté et qui mesure précisément la profondeur d'indentation. La courbe de force-profondeur mesurée est représentative du volume de matériau testé et plusieurs propriétés mécaniques différentes peuvent être déterminées directement.

PROTOCOLE NANOINDENTATION



Mesurer F_m et h_m



Calculer la rigidité au contact S

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{F_{max}}{S}$$

Calculer la profondeur d'indentation au contact.



$$A = F(h_c) = C_0 h_c^2 + C_1 h_c + C_2 h_c^{1/2} + \dots + C_8 h_c^{1/128}$$

Calculer l'aire de contact projetée



$$H_{IT} = \frac{F_{max}}{A}$$

Calculer la dureté instrumentée



$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A}}$$

Calculer le module relatif d'indentation



$$E_{IT} = \frac{(1 - \nu^2)}{\frac{1}{E_r} - \frac{(1 - \nu_i^2)}{E_i}}$$

Calculer le module de Young instrumenté

4. EXPÉRIENCES

Les expériences sont effectuées sur le Anton Paar Nanoindentation Tester (TTX-NHT) avec un indenteur Berkovich en diamant. Les matériaux testés sont sur la Figure 9.



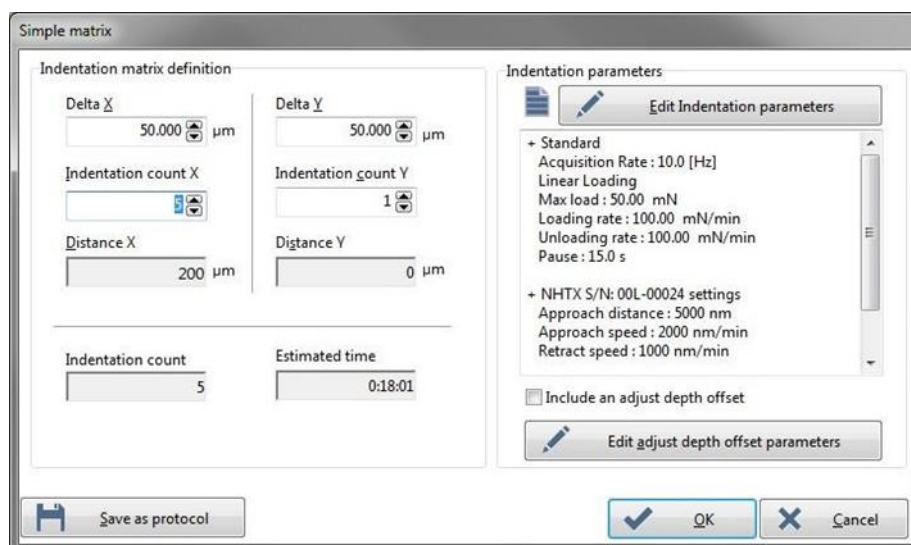
Figure 9: Matériaux testés; (a) silice fondue (*fused silica*) et (b) Cuivre.

4.1. Silice fondue

La silice fondue est une forme non-cristalline, amorphe du dioxyde de silicium (SiO_2). Ce matériau est très intéressant de par son très faible coefficient de dilatation thermique, notamment grâce à sa structure moléculaire hautement réticulée. S'il est correctement produit, on obtient un matériau avec une grande pureté et homogénéité dans ses propriétés, idéal comme matériau de calibration par exemple pour la nanoindentation. Son coefficient de poisson est $\nu = 0.16$.

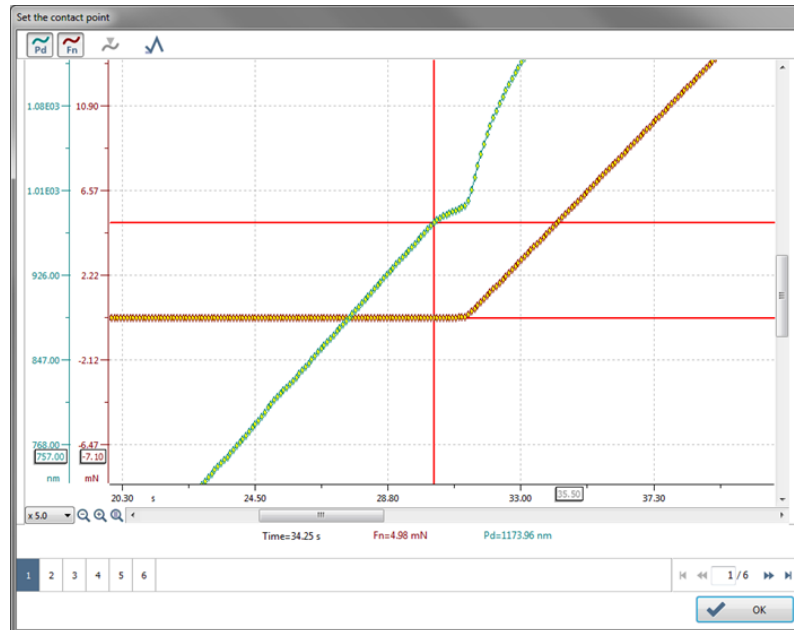
Procédure Expérimentale

- Nettoyer la surface de la silice fondue : avec de l'air et de l'isopropanol si nécessaire.
- Placer l'échantillon dans la machine, focus avec le microscope sur la surface (supérieure !) en premier avec l'objectif 5x puis 100x.
- Créer un nouveau groupe et entrer le coefficient de poisson de la silice fondue.
- Faire un *Adjust Depth Offset* (ADO)
- Programmer une matrice de test (*simple matrix*) avec 3 points à 50 mN séparés par au moins 50 μm , avec une vitesse de charge et de décharge de 100 mN/min, une pause à F_{max} de 15 secondes. La vitesse d'approche et rétractation à 2000 mN/min.

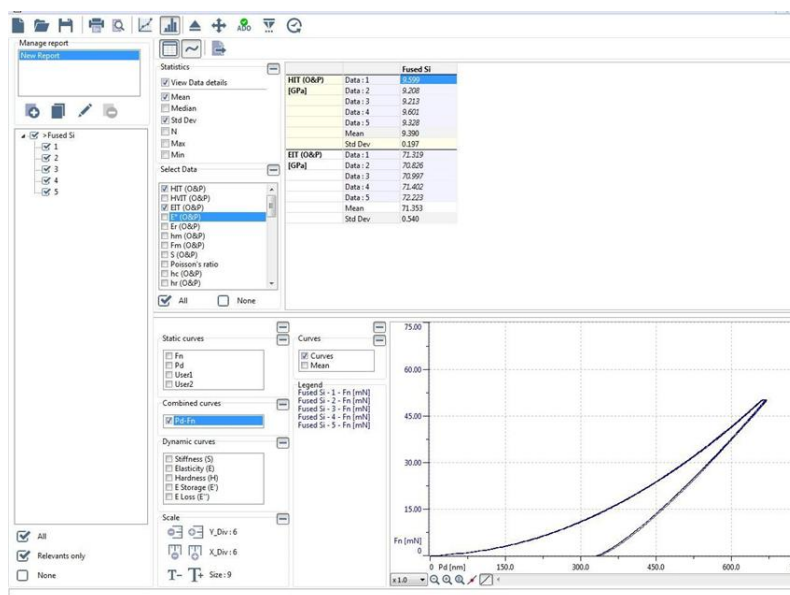


- Procéder aux tests et mesures.
- Prendre en photo les 3 différentes indentations

- Vérifier tous les points de contacts et s'ils ont été correctement placé : clic droit pour une mesure d'indentation, sélectionner « *set contact point* » et choisir nouvelle position si nécessaire.
- Clic droit sur la partie Groupe pour changer le coefficient de Poisson.



- « *Statistics* » : sélectionner toutes les mesures (gauche de l'écran)
- « *Curve view* » : choisir « *combined curves* » pour superposer toutes les mesures sur le même axe force-déplacement.
- Créer un tableau avec les résultats de toutes les courbes en choisissant « *View data details* » avec la dureté et le module de Young instrumenté (H_{IT} et E_{IT}) – et les moyennes (*Mean*) et déviation standard (*Std Dev*).



- Copier tous les résultats sur une clé USB.

QUESTIONS

Tracer les courbes pour chaque mesure et compléter le tableau ci-dessous. Ajouter les photos de chaque mesure.

Force d'indentation (mN)	Dureté instrumentée H_{IT} (MPa)	Module de Young instrumenté E_{IT} (MPa)
50		

- Comment le point de contact influence-t-il les valeurs de H_{IT} et E_{IT} ? Pourquoi ?
 - Durant les 15 secondes où la force est maintenue à F_{max} , y a-t-il des signes de fluage ? Si oui, pourquoi ?
 - En sélectionnant l'icône « *Analysis Properties* » dans la page « *curve view* », on peut changer la portion utilisée de la courbe de décharge. Commenter l'effet de ce paramètre sur les valeurs de H_{IT} et E_{IT} .
-

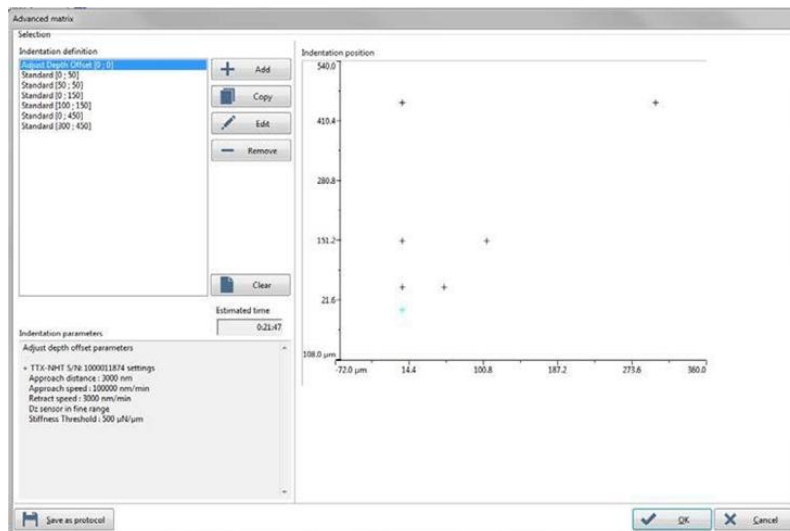
4.2. Cuivre

Le cuivre est un métal relativement mou, tenace et ductile. Sous l'effet de déformation plastique, il peut être durci : on parle alors d'écrouissage. Après une longue exposition à l'air, une couche d'oxyde (Cu_2O) d'une épaisseur de 100 nm ou plus peut se former et altérer les propriétés de surface du matériau.

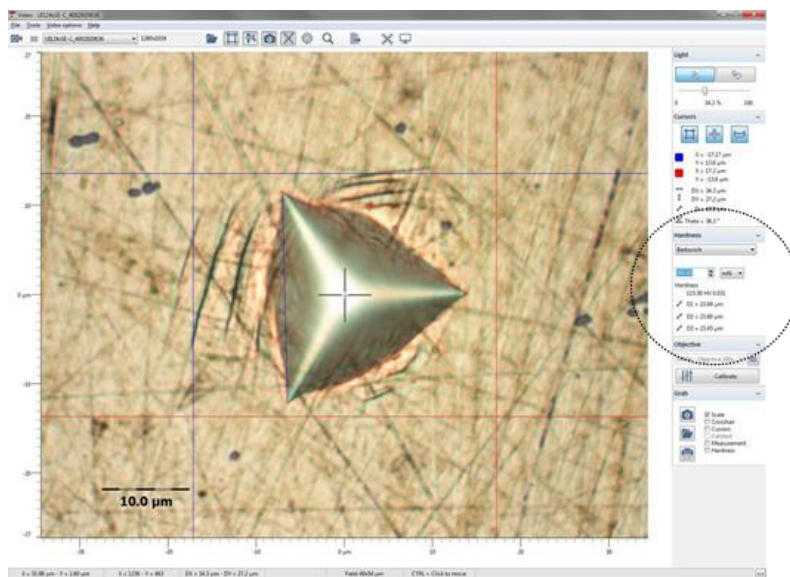
Son coefficient de poisson est 0.35.

Procédure Expérimentale

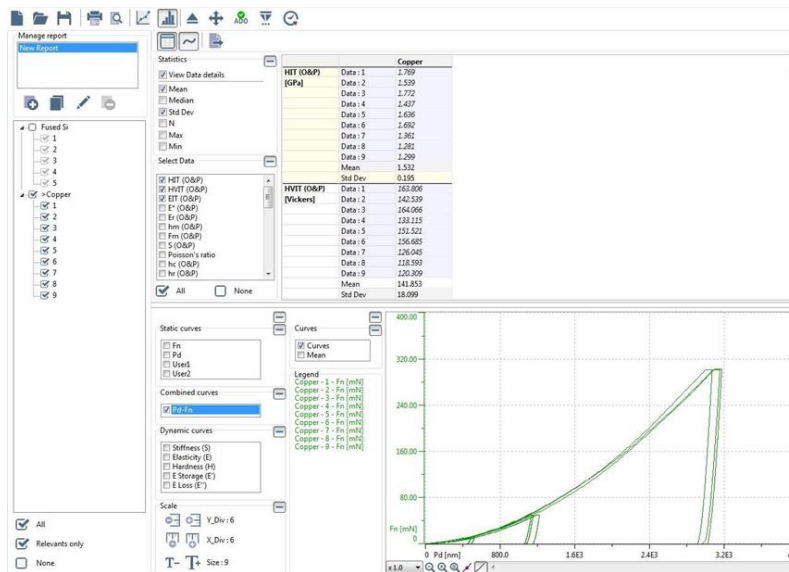
- Nettoyer la surface du cuivre : avec de l'air et de l'isopropanol si nécessaire.
- Placer l'échantillon dans la machine, focus avec le microscope sur la surface (supérieure !) en premier avec l'objectif 5x puis 100x.
- Créer un nouveau groupe et entrer le coefficient de poisson du cuivre.
- Créer une *advanced matrix* avec *ADO* inclus :
 - 3 tests à 10 mN, vitesse de 20 mN/min et pause de 15 secondes (séparation de 50 μm)
 - 3 tests à 50 mN, vitesse de 100 mN/min et pause de 15 secondes (séparation de 100 μm)
 - 3 tests à 300 mN, vitesse de 600 mN/min et pause de 15 secondes (séparation de 300 μm)



- Après les tests, bouger l'échantillon sous le microscope (5x) et trouver les différentes indentations. Les prendre en photo avec l'objectif 100x.
- Dans *Window*, dans la page « *Hardness* », sélectionner Berkovich. Placer les coins du triangle observé et copier la mesure conventionnelle de dureté Vickers qui a été calculée pour chaque indentations (300 mN, 50 mN et 10 mN).



- Vérifier tous les points de contacts et s'ils ont été correctement placé : clic droit pour une mesure d'indentation, sélectionner « *set contact point* » et choisir nouvelle position si nécessaire.
- « *Statistics* » : sélectionner toutes les mesures (gauche de l'écran)
- « *Curve view* » : choisir « *combined curves* » pour superposer toutes les mesures sur le même axe force-déplacement.
- Créer un tableau avec les résultats de toutes les courbes en choisissant « *View data details* » avec la dureté et le module de Young instrumenté (H_{IT} et E_{IT}) ainsi que la dureté Vickers recalculée H_{vIT} – et les moyennes (*Mean*) et déviation standard (*Std Dev*).



- Copier tous les résultats sur une clé USB.

QUESTIONS

Tracer les courbes pour chaque mesure et compléter le tableau ci-dessous. Ajouter les photos de chaque mesure.

Force d'indentation (mN)	Dureté instrumentée H_{IT} (MPa)	Module de Young instrumenté E_{IT} (MPa)	Dureté Vickers recalculée H_{vIT} (MPa)	Dureté conventionnelle Vickers H_v (MPa)	% différence entre H_{IT} et H_v
10					
50					
300					

- Commenter l'importance du focus pour mesurer les angles du triangle pour la dureté conventionnelle Vickers H_v .
- Quel est le nom du phénomène observé autour des indentations ?
- Durant les 15 secondes où la force est maintenue à F_{max} , y a-t-il des signes de fluage ? Si oui, pourquoi ?
- Des résultats résumés dans le tableau ci-dessus, y a-t-il une influence de la force d'indentation sur les mesures instrumentées H_{IT} et E_{IT} ? Si oui, pourquoi ?
- Pourquoi y a-t-il une différence entre la dureté Vickers recalculée H_{vIT} et conventionnelle H_v ?

Littérature

- [1] D. Tabor, *The Hardness of Metals*, Clarendon Press, Oxford, England, 1951
- [2] M. F. Doerner and W. D. Nix, *J. Mater. Res.*, 1 (1986) 601-609
- [3] W. C. Oliver and G. M. Pharr, *J. Mater. Res.*, 7 (1992) 1564-1583
- [4] G. F. Vander Voort, *Advanced Materials & Processes*, Vol. 170, Issue 4 (April 2012) ASM International, 28-33
- [5] G. M. Pharr, W. C. Oliver and D. S. Harding, *J. Mater. Res.*, 6 (1991) 1129-1130
- [6] Donald Stone and A. A. Elmustafa, Analysis of Indentation Creep, *MRS Proceedings*, 1049 (2007) 1049- AA10-02 doi:10.1557/PROC-1049-AA10-02.
- [7] A. J. Bushby, D. J. Dunstan, *Journal of Materials Research*, Vol. 19, Issue 1 (2004), 137-142. doi:10.1557/jmr.2004.19.1.137