



The deformation modes of copper alloys under indenter

Les modes de déformations des alliages de cuivre sous indenteur

Samir HABIBI^{a,*}, Ali BELHOCINE^b, Mokhtar KHALDI^a, Djamel Eddine SEMSOUM^a, Abdelnour MEZOUGH^a, Hassene MERZOUK^a, Soufiane BENAÏSSA^a

^a Département de génie mécanique, Faculté des sciences et Technologie, Université Mustapha Stambouli, 29000 Mascara

^b Département de génie mécanique, Université des Sciences et de la Technologie d'Oran (USTO), 31000 Oran

ARTICLE INFO

Article history :

Received 09 July 19

Accepted 19 September 19

Keywords:

Instrumented indentation; Sink-in; Pile-up; Deformation energy

Mots clés:

Indentation instrumentée; Déflexion des faces; Formation d'un bourrelet; Energie de déformation

ABSTRACT

The instrumented indentation test has been widely used and studied because of the ease it provides for estimating the mechanical properties of materials from the force-displacement curve for miniature material volumes. During an indentation test, the material tends to deform under the indenter in two ways; either a sink-in or pile-up according to its mechanical behavior. The intention of this paper is to describe the procedures for this indentation technique to determine the local properties of these nanoscale copper alloys and estimate the variation of their deformation energies according to the transition criterion of the deformation mode to affirm the modal coexistence.

RÉSUMÉ

L'essai d'indentation instrumentée a été largement utilisé et étudié en raison de la facilité qu'il procure pour estimer les propriétés mécaniques des matériaux à partir de la courbe force-déplacement sur des volumes de matière en miniature. Au cours d'un essai d'indentation, la matière a tendance à se déformer sous l'indenteur de deux manières ; soit une déflexion des faces de l'empreinte ou par la formation d'un bourrelet à la surface du matériau selon son comportement mécanique. L'intention de ce document consiste à décrire les modes opératoires propres à cette technique d'indentation à déterminer les propriétés locales de ces alliages du cuivre à l'échelle nanométrique et d'estimer la variation de leurs énergies de déformation en fonction du critère de transition du mode de déformation pour affirmer la coexistence modale.

1 Introduction

L'écoulement de la matière sous indenteur est traduite physiquement soit par une déflexion des faces de l'empreinte à savoir le mode sink-in, lorsque la matière est tirée vers le bas par la pointe de l'indenteur, soit la formation d'un bourrelet de déformation à savoir le mode pile up, lorsque le matériau est refoulé vers le haut. Selon le mode de déformation et la nature du matériau indenté, l'aire de contact peut varier dans des proportions relativement conséquentes [1]. L'estimation de l'aire de contact est un facteur déterminant dans le calcul de la dureté et le module de Young [2-4]. Alcalá et al. [5] identifient quant à eux le mode de déformation à l'aide d'un facteur qu'ils introduisent dans le rapport entre l'aire de

* Corresponding author. Tel.: +213771693309.

E-mail address: habibismr@univ-mascara.dz

contact et la profondeur de pénétration. Lorsque ce facteur est supérieur à 1, il y a pile-up et sink-in lorsqu'il est inférieur. Grace à la simulation par éléments finis, Giannakopoulos et Suresh [6] proposent d'utiliser le rapport entre la profondeur résiduelle, h_f , et la profondeur maximale h_{max} . Les modes pile-up et sink-in apparaissent respectivement lorsque le rapport h_f/h_{max} est supérieur ou inférieur à 0,875. Ensuite, il suffit d'utiliser la méthodologie proposée par Oliver et Pharr [7] pour le mode sink-in et celle proposée par Loubet et al. [8] pour le mode pile-up pour déterminer les propriétés mécaniques. Pour valider le critère d'identification du mode de déformation M. Y. N'jock et al. [9] ont mis en œuvre un critère susceptible d'identifier l'un ou l'autre des modes de déformation. Les objectifs de la présente recherche consistent à estimer l'évolution de l'énergie de déformation des matériaux étudiés en fonction de la profondeur de contact de l'indenteur, et le mode de déformation exprimé par le critère de M. Y. N'jock et al., respectivement.

2 Échantillon et protocole expérimental

Les essais expérimentaux d'indentation ont été réalisés sur des films des matériaux à usage courant extraits de barres commerciales: le laiton (C22000), le cuivre (99 % de pureté) et le Bronze déposés sur des lames de verre à l'aide d'un nanoindenteur instrumenté MHT S/N: 02-0107. Pour chaque échantillon, au moins 23 essais ont été réalisés dans l'intervalle de charge (20-3000) mN. La charge et décharge sont appliquées avec un indenteur Vickers à une vitesse de 60 mN/s. Les matériaux ont été usinés pour avoir des surfaces planes, polies avec des papiers abrasifs de grades 80 jusqu'à 4000, puis avec une suspension d'alumine pour obtenir un polissage miroir. La matière utilisée pour les indenteurs est le diamant ($E=1141\text{GPa}$ et $\nu = 0,07$). Dans un essai d'indentation instrumentée, la pointe en diamant est enfoncée à la surface de l'échantillon jusqu'à une valeur de charge maximale donnée comme en indentation conventionnelle. On enregistre simultanément la charge ainsi que le déplacement de l'indenteur comme le montre l'illustration schématique de la Figure 1.

3 Méthodologie de caractérisation mécanique par indentation

L'analyse des données pour obtenir les propriétés mécaniques est similaire pour les trois échelles, la principale différence résidant dans le choix de la fonction utilisée pour estimer l'aire de contact. La Figure 1 représente une courbe caractéristique typique force-déplacement d'un essai d'indentation instrumentée classique, où sont identifiés les paramètres importants pour l'analyse car elle visualise en des endroits clés la position de l'indenteur dans le matériau selon la méthode d'Oliver et Pharr [7].

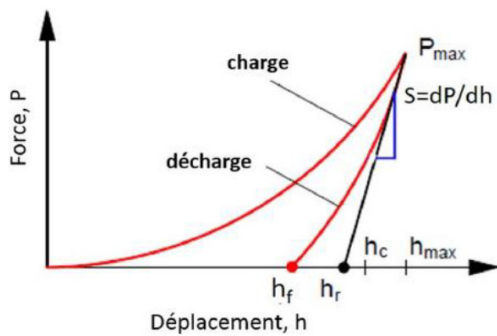


Fig. 1- Courbe force-déplacement d'un essai d'indentation instrumentée classique

P_{max} : Force maximale, $h_{max} = h_m$: déplacement maximum, h_f : profondeur résiduelle, h_r : profondeur plastique, S : raideur, et h_c : profondeur de contact.

La profondeur de contact utilisée, h , change selon le mode de déformation prédominant dans le matériau, comme la montre la figure ci-dessus :

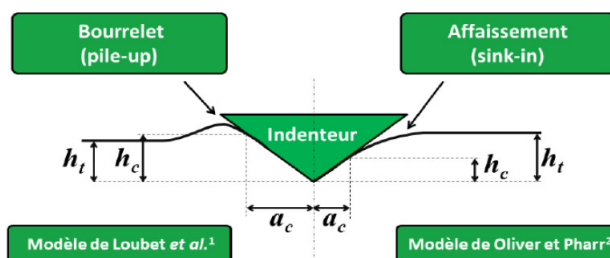


Fig. 2- Les types de déformation sous indenteur

La méthode d’Oliver et Pharr [7] est utilisée quand le matériau présente une déflexion des faces de l’empreinte de dureté (sink-in) (Eq. (1)), et la méthode de Loubet et al. [8] quand le bourrelet (pile-up) est prédominant (Eq. (2)).

$$h_{c \text{ sink-in}} = h_{max} - \frac{0,75P_{max}}{S} \tag{1}$$

$$h_{c \text{ pile-up}} = 1,2 \left(h_{max} - \frac{0,75P_{max}}{S} \right) \tag{2}$$

4 Détermination de l’énergie de déformation des trois matériaux étudiés

L’énergie de déformation de ces trois nuances de cuivre est calculée sur la base des valeurs du module de Young et la dureté. Les méthodes de calcul de ces deux facteurs sont élaborées dans des publications précédentes [10-11]. À savoir que le module d’élasticité du matériau se calcule selon l’expression suivante (Eq. (3)):

$$E_m = (1 - \nu_m^2) \left[\frac{2}{\sqrt{\pi}} \frac{1}{S_u} \sqrt{A_{cp}} - \frac{(1 - \nu_i^2)}{E_i} \right]^{-1} \tag{3}$$

où E_i et E_m sont respectivement les modules de Young de la pointe d’indentation et du matériau, tandis que ν_i et ν_m sont leurs coefficients de Poisson. Le module élastique du matériau est ensuite déduit du module réduit en tenant compte des propriétés élastiques du diamant constituant l’indenteur.

Concernant la dureté est calculée selon la méthode d’Oliver et Pharr : est aussi appelée dureté de contact, tient compte des déformations de l’empreinte car elle se calcule avec la profondeur de contact. La relation qui permet de calculer cette dureté tient compte de l’aire de contact projeté d’où le coefficient plus faible de 24,5 au lieu de 26,43, selon l’équation 4:

$$H_{OP} = \frac{P_{max}}{24,5h_c^2} \tag{4}$$

4.1 Energie de déformation du Laiton

L’énergie de déformation varie dans l’intervalle suivant:

$$1,33163 * 10^{-5} < \frac{H^3}{E^2} \text{ (GPa)} < 23,5814 * 10^{-5} \text{ avec une amplitude de } 222,4977 \text{ KPa.}$$

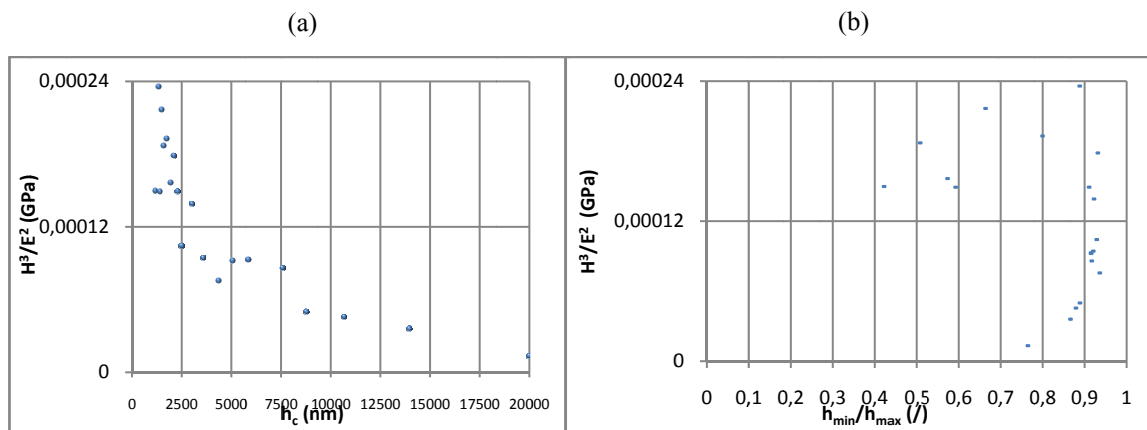


Fig. 3- Représentation de l’énergie de déformation du Laiton vs (a) la profondeur de contact d’indentation. (b) le mode de déformation

On constate l’existence d’un point critique qui délimite les contours de deux zones différentes. Chaque zone est constituée d’un nuage d’une dizaine de points caractéristique qui montre un comportement différent. Ce point critique C est de coordonnées (3299, $11,7 * 10^{-5}$) [nm, GPa].

$$\text{Tels que } \begin{cases} \frac{H^3}{E^2} > 11,7 * 10^{-5} \text{ GPa si } h_c < 3299 \text{ nm} \\ \frac{H^3}{E^2} < 11,7 * 10^{-5} \text{ GPa si } h_c > 3299 \text{ nm} \end{cases} \tag{5}$$

Donc, la profondeur de contact par indentation est plus faible pour une énergie de déformation très importante, soit $h_c \in [1169,3012]$ nm pour $\frac{H^3}{E^2} \in [13,9 \cdot 10^{-5} - 23,6 \cdot 10^{-5}]$ GPa tels que la valeur de $23,6 \cdot 10^{-5}$ GPa représente le summum. Pour une valeur de $h_c = 1843$ nm correspond à $\frac{H^3}{E^2} = 9,7 \cdot 10^{-5}$ GPa. D'où, la profondeur de contact par indentation est presque sept fois plus importante pour une énergie de déformation égale à la moitié de la précédente, soit $h_c \in [3586,19970]$ nm pour $\frac{H^3}{E^2} \in [1,33 \cdot 10^{-5} - 9,44 \cdot 10^{-5}]$ GPa. Soit une amplitude de pénétration d'indentation $h_c = 16384$ nm correspond à une amplitude d'énergie de déformation de $\frac{H^3}{E^2} = 8,1 \cdot 10^{-5}$ GPa.

Par conséquent, l'énergie de déformation du Laiton est estimée, selon le point critique suivant :

$$\frac{H^3}{E^2} = 116,68 \text{ KPa pour } \begin{cases} h_c = 3299 \text{ nm} \\ P_{\max} = 359,2 \text{ mN} \end{cases} \quad (6)$$

À partir de ce point de référence, de notre analyse, le comportement du laiton est subdivisé en deux tendances distinctes, comme suit :

a) Sachant que $\frac{H^3}{E^2} \in [13,9 \cdot 10^{-5} - 23,6 \cdot 10^{-5}]$ GPa ;

$$\frac{H^3}{E^2} > 11,7 \cdot 10^{-5} \text{ GPa si } \begin{cases} h_c < 3299 \text{ nm} \\ P_{\max} < 359,2 \text{ mN} \end{cases} \text{ d'où } \begin{cases} h_c \in [1169,3012] \text{ nm} \\ P_{\max} \in [58,35 - 308,92] \text{ mN} \end{cases}$$

b) Sachant que $\frac{H^3}{E^2} \in [1,33 \cdot 10^{-5} - 9,44 \cdot 10^{-5}]$ GPa ;

$$\frac{H^3}{E^2} < 11,7 \cdot 10^{-5} \text{ GPa si } \begin{cases} h_c > 3299 \text{ nm} \\ P_{\max} > 359,2 \text{ mN} \end{cases} \text{ d'où } \begin{cases} h_c \in [3586,19970] \text{ nm} \\ P_{\max} \in [409,47 - 10028,23] \text{ mN} \end{cases}$$

Pour le présent matériau, deux zones distinguées sont montrées:

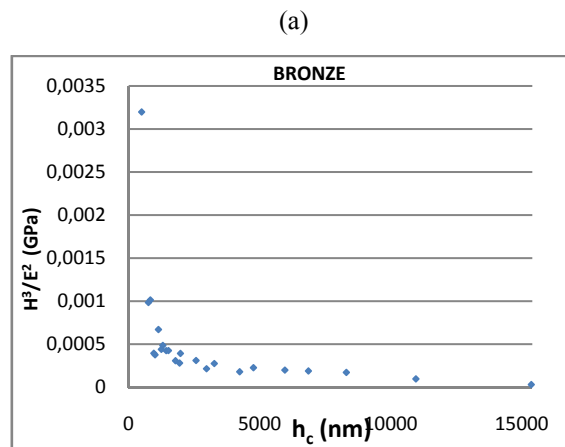
$\frac{H^3}{E^2} > 11,7 \cdot 10^{-5} \text{ GPa}$: L'énergie de déformation de dix points caractéristiques existe à partir de $\frac{h_{\min}}{h_{\max}} = 0,419$, si $\frac{h_{\min}}{h_{\max}} > 0,40$.

Mais, cette zone est subdivisée en deux: $0,419 < \frac{h_{\min}}{h_{\max}} < 0,797$ (six points caractéristiques) et entre $0,885 < \frac{h_{\min}}{h_{\max}} < 0,928$ (quatre points également).

$\frac{H^3}{E^2} < 11,7 \cdot 10^{-5} \text{ GPa}$: L'énergie de déformation de dix points caractéristiques existe à partir de $\frac{h_{\min}}{h_{\max}} > 0,86299$.

4.2 Energie de déformation du Bronze

L'expression de l'énergie de déformation du Bronze est exprimée en fonction de la profondeur de pénétration, comme le montre la figure ci-dessous :



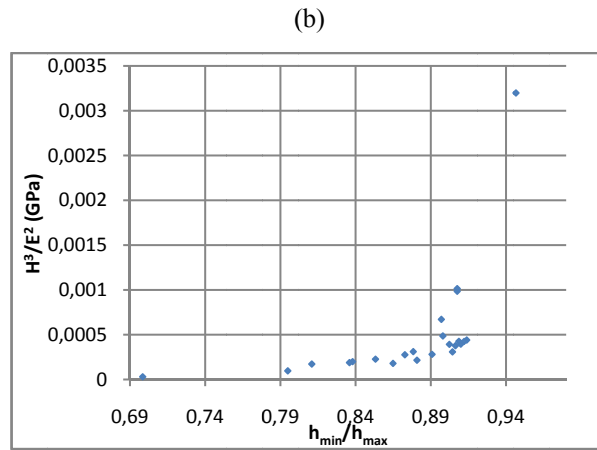


Fig. 4- Représentation de l'énergie de déformation du Bronze vs (a) la profondeur de contact d'indentation (b) la force maximale d'indentation

La relation de l'énergie de déformation du Bronze en fonction de la profondeur de pénétration, est montrée sur la figure ci-dessous :

L'énergie de déformation existe seulement si $\frac{h_{min}}{h_{max}} > 0,80$:

$$0,795 < \frac{h_{min}}{h_{max}} < 0,914 \text{ pour } 0,0000962 < \frac{H^3}{E^2} < 0,000984 \text{ GPa}$$

À l'exception de $\frac{h_{min}}{h_{max}} = 0,698$ pour $\frac{H^3}{E^2} = 0,0000303$ et $\frac{h_{min}}{h_{max}} = 0,946592$ pour $\frac{H^3}{E^2} = 0,9466$

4.3 Energie de déformation du Cuivre

L'expression de l'énergie de déformation du C est exprimée en fonction de la profondeur de pénétration, comme la montre la figure ci-dessous :

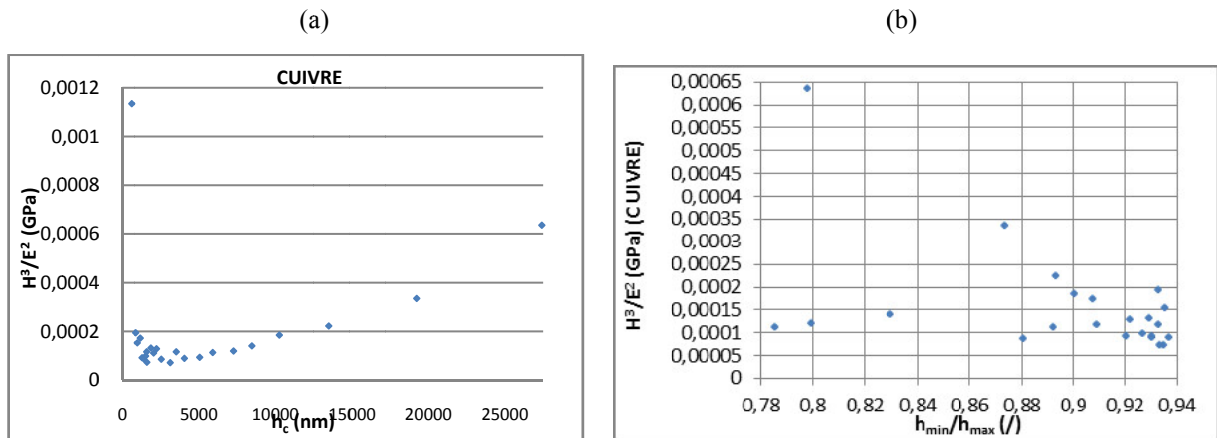


Fig. 5- Représentation de l'énergie de déformation du Cuivre vs (a) la profondeur de contact d'indentation (b) la force maximale d'indentation

La relation de l'énergie de déformation du Cuivre en fonction de la profondeur de pénétration, est montrée sur la figure ci-dessous :

L'énergie de déformation existe seulement si $\frac{h_{min}}{h_{max}} > 0,80$

$$0,785 < \frac{h_{min}}{h_{max}} < 0,937 \text{ pour } 0,000111 < \frac{H^3}{E^2} < 0,0000885 \text{ GPa } \left(\frac{H^3}{E^2}\right) \text{ constante, Valeur moyenne } 0,00016 [0-0,95].$$

4.4 Comparaison des comportements des trois matériaux examinés

Les trois figures relatives aux trois matériaux à savoir le Bronze, le Laiton et le cuivre respectivement, expriment le critère de distinction modale de déformation en fonction du chargement d'indentation maximal, comme le montrent les figures suivantes :

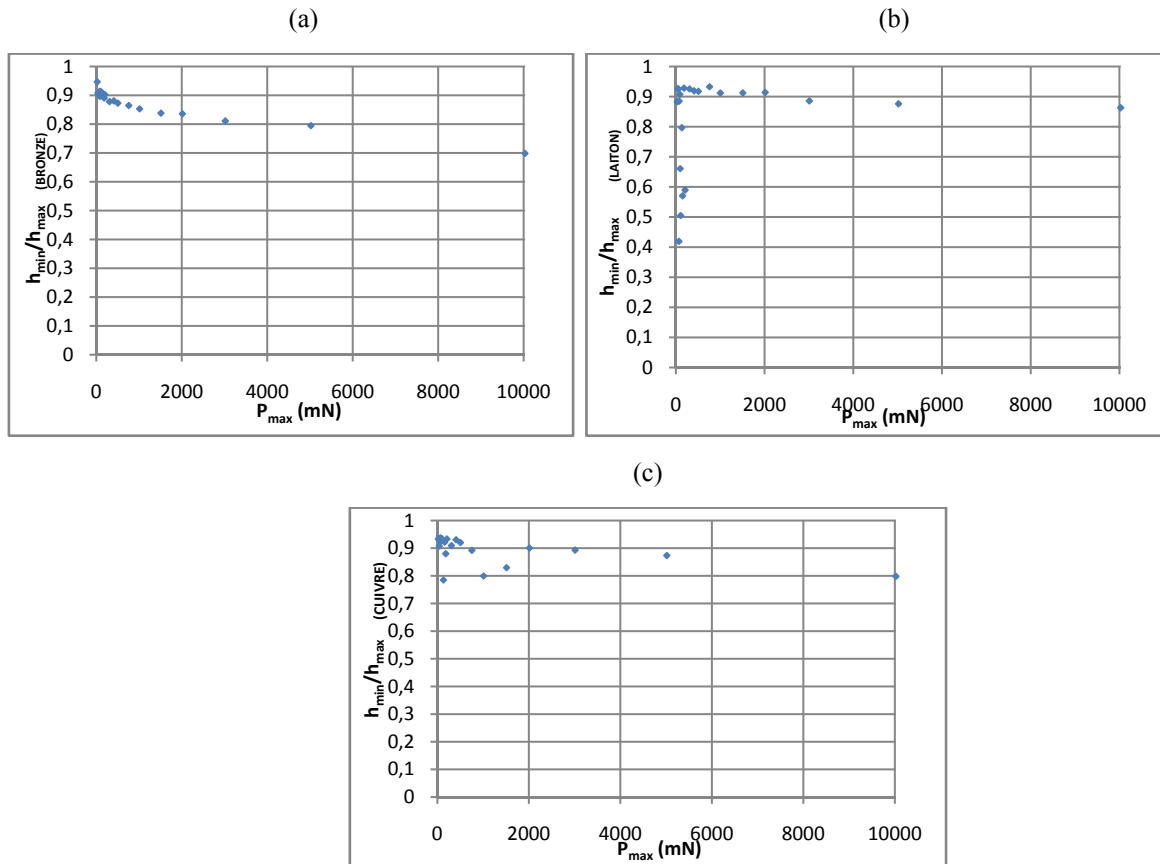


Fig. 6 - Seuil du mode de déformation du (a) Bronze, (b) Laiton, (c) Cuivre vs. la force d'indentation

L'examen des trois matériaux examinés en exprimant le point critique de transition de mode de déformation en fonction de la force d'indentation reflète les constatations suivantes :

- La concentration du nuage de points est située dans la fourchette de chargement d'indentation inférieure à 1,012N à l'exception de trois points environ.
- La concentration de densité de points caractéristiques est localisée dans l'intervalle supérieur à h_{min}/h_{max} supérieure à 0,8 pour le Bronze et pour le cuivre.
- La densité de points concernant la proportion h_{min}/h_{max} pour le Laiton est subdivisée en deux zones à savoir la zone supérieure à 0,8 et une seconde zone inférieure à 0,8.

En fin, nous enregistrons les aboutissements de recherche suivants :

1- Pour le Bronze et le cuivre h_{min}/h_{max} est supérieure à 0,8 donc ces deux matériaux étudiés admettent un mode de déformation unique dit déformation en mode de bourrelet autour des empreintes de nanoindentation.

2- Concernant le graphe du Laiton, on enregistre les résultats suivants :

2.1. Quatorze points caractéristiques, dans les deux zones ont un rapport $\frac{h_{min}}{h_{max}} > 0,83$, d'où le mode de déformation constitue la formation du bourrelet autour des empreintes de nanoindentation.

2.2. Cependant, six points caractéristiques, dans la première zone ont un rapport $0,40 < \frac{h_{min}}{h_{max}} < 0,70$, d'où le mode de déformation constitue la déflexion des faces.

Donc, il est à déduire que la première zone, admet deux modes de comportement différent. Finalement, ce matériau admet un mode de comportement mixte selon le critère mathématique de distinction entre les deux modes de déformation mis en œuvre par M. Y. N'jock et al. [9]. La capacité de déformation plastique serait donc dépendante de la microstructure. Dans tous les cas, tout ceci ne constitue bien évidemment que des pistes de réflexion sur la conception du matériau selon des exigences techniques spécifiques dans le cadre de faisabilité mécanique.

Conclusion

- Grace à la pertinence de l'outil de nanoindentation, nous avons caractérisé mécaniquement le matériau examiné, en déterminant ses propriétés locales.
- Nous avons procédé à une modélisation mathématique du Laiton, en utilisant un indenteur de géométrie pyramidale de type Vickers. Nous avons exprimé l'inverse de la rigidité de contact, de ce matériau étudié en fonction de l'inverse de l'aire de contact, afin de déterminer la valeur du module de Young.
- Le modèle de Gao et Nix est efficace, dans la détermination graphique de la dureté, ainsi que le facteur d'échelle en dureté du matériau.
- Le critère de distinction du mode de déformation [9], révèle un matériau à double comportement, à savoir la formation du bourrelet autour des empreintes de nanoindentation et la déflexion des faces.
- L'estimation de l'énergie de déformation met en exergue l'existence d'un seuil énergétique qui départage deux zones de comportements distincts.
- Le calcul de l'énergie de déformation en fonction de la force d'indentation, la profondeur et l'aire de contact, permet de mieux cerner le matériau étudié, en perspective d'appréhender une étude comparative des matériaux pour comprendre mieux les lois de comportement de ces derniers.
- L'outil d'indentation est incontournable dans la caractérisation des matériaux, d'où, son expansion sans limite et son exploitation dans les différentes applications mécaniques.

RÉFÉRENCES

- [1] D. Chicot, D. Mercier, Improvement in depth-sensing indentation to calculate the universal hardness on the entire loading curve. *Mech Mater.* Vol. 40 (2008) pp.171-182.
- [2] O. Sahin, O. Uzun, U. Kolemen and N. Uçar, Analysis of ISE in dynamic hardness measurements of β -Sn single crystals using a depth-sensing indentation technique. *Mater Charact.* Vol. 59 (2008) pp.729-736.
- [3] J. Gong, H. Miao, Z. Peng, Analysis of the nanoindentation data measured with a Berkovich indenter for brittle materials: effect of the residual contact stress. *Area mater.* Vol. 52 N°3 (2004) pp. 785-793.
- [4] J.M. Antunes, A. Cavaleiro, L.F. Menezes, M.I. Simoes and J.V. Fernandes, *Surf. Coat. Technol.* Vol. 149 (2002) pp. 27-35.
- [5] J. Alcalá, A.C. Barone and M. Anglada, *Acta Mater.* Vol. 49 (2000) pp. 3451-3464.
- [6] A.E. Giannakopoulos, S. Suresh, *Scr. Mater.* Vol. 40 (1999) pp. 1191-1198.
- [7] W.C. Oliver and G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.* Vol. 7 N°6 (1992) pp. 1564-1583.
- [8] J.L. Loubet, M. Bauer, A. Tonck, S. Bec and B. Gauthier-Manuel, Nanoindentation with a surface force apparatus, Mechanical properties and deformation behaviour of materials having ultra-fine microstructures. Kluwer Academic Publishers. (1993) pp. 429-447.
- [9] M. Y. N'jock, D. Chicot, J. M. Ndjaka, J. Lesage, X. Decoopman, F. Roudet and A. Mejias. *Matériaux & Techniques.* Vol. 103 N°603 (2015) PP. 603-610.
- [10] S. Habibi, N. Mahmoudi, A. Zaim and M. M. Bouziane, Nanoindentation applied to the study of biomaterials. *Recueil de mécanique.* Vol.3 N°1(2018) pp.223-228.
- [11] S. Habibi, N. Mahmoudi, B. Aour, L. Aminallah and O. C. Bahri. Characterization of thermally affected steels by nanoindentation. *Recueil de mécanique.* Vol.2 N°2(2017) pp.168-174.