



Analyse de la dureté de l'aluminium par microindentation instrumentée

Analysis of the hardness of aluminum by instrumented micro indentation

Samir HABIBI*, Djamel Eddine SEMSOUM, Abdelnour MEZOUGH

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

Laboratoire de génie industriel et développement durable, Centre universitaire de Relizane, 48000 Relizane, Algérie

ARTICLE INFO

Article history :

Received 03 December 19

Received in revised form 15 February 20

Accepted 18 February 20

Keywords:

microhardness; Martens hardness;
Hardness of indentation; modelization ;
Aluminium

Mots clés:

Microdureté; Dureté Martens; Dureté
d'indentation; modélisation ;
Aluminium

RÉSUMÉ

Les essais expérimentaux de microindentation ont été réalisés sur des films d'Aluminium 6061-T6. Une étude comparative entre l'estimation des duretés de Martens et celle d'indentation est mise en œuvre, à travers la modélisation mathématique de ces deux duretés respectivement. L'effet de taille en indentation est un aspect déterminant pour caractériser la dureté du matériau étudié. Ce phénomène est tributaire de la macrodureté qui correspond à la dureté obtenue par l'application d'une charge infinie. Pour tenir compte des modes de déformations autour de l'empreinte, on utilise la dureté d'indentation contrairement à la dureté de Martens qui montre sa limite et ceci d'autant plus que l'échelle de mesure est petite. D'où, les avantages et les atouts de recourir à la dureté d'indentation en qualité de propriété informative importante de caractérisation micromécanique des matériaux. L'influence du défaut de pointe de l'indenteur émoussée de par son utilisation est négligeable en microdureté.

ABSTRACT

The microindentation experimental tests were carried out on Aluminum 6061-T6 films. A comparative study between the estimation of Martens hardness and that of indentation is implemented, through the mathematical modeling of these two hardnesses respectively. The indentation size effect is a determining factor in characterizing the hardness of the material studied. This phenomenon is dependent on the macrodureté which corresponds to the hardness obtained by the application of an infinite load. To take into account the deformation modes around the imprint, the indentation hardness is used unlike Martens' hardness which shows its limit, especially since the measurement scale is small. Hence, the advantages and advantages of using indentation hardness as an important informative property for micromechanical characterization of materials. The influence of the blunt tip defect due to its use is negligible in microhardness.

1 Introduction

La dureté d'un matériau est une qualité physique indiquant la résistance qu'oppose une surface de l'échantillon à la pénétration d'un poinçon de différentes géométries, à savoir des pointes sphériques ou pyramidales [1]. A. Martens propose, en 1898, un dispositif pour un essai d'empreinte instrumentée avec une mesure de profondeur hydraulique et mécanique. En 1950, Tabor publie son livre "The Hardness of Metals" qui établit la discipline [2]. A partir des années 80, l'indentation instrumentée apparaît et conduit à l'essor de ces techniques de caractérisation mécanique des surfaces. En 1992, W. C. Oliver, et G. M. Pharr développent une technique améliorée pour déterminer la dureté et le module d'élasticité en utilisant des essais d'indentation à détection de charge et de déplacement [3]. L'indentation instrumentée est une technique répandue et très puissante utilisée pour l'étude des propriétés mécaniques locales des matériaux en raison de ses

* Corresponding author. Tel.: +213771693309

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

avantages et de ses facilités d'examen des spécimens en miniatures [4,5]. La technique est simple à mettre en œuvre. Cependant, l'analyse et l'interprétation des résultats est une procédure complexe faisant intervenir le type d'indenteur utilisé, les conditions expérimentales, le mode d'interprétation des résultats et l'échelle de mesure. Ces paramètres ont un impact important sur la détermination de propriétés mécaniques recherchées et sont plus ou moins influents selon les dispositifs expérimentaux utilisés et les domaines de force et de profondeur de pénétration appliqués [6,7]. L'effet de taille en indentation (ISE) constitue un aspect important pour caractériser la dureté d'un matériau [8,9]. La présente recherche se focalise sur la pertinence des deux types de duretés exploitées usuellement dans le domaine de l'indentation et le choix judicieux de la méthode optimale de calcul de dureté en passage d'échelle macro-micro en indentation. L'étude a été menée sur l'Aluminium 6061-T6, qui présente un durcissement au cours de la déformation plastique à la température ambiante. Et qui est supposé un matériau massif homogène et isotrope. Quant à l'indenteur est supposé rigide, indéformable et les phénomènes d'adhérence du poinçon seront négligés. Cette recherche a pour objectifs ; d'exprimer la dureté Martens en fonction de la force d'indentation et le déplacement maximal, exprimer la dureté d'indentation en fonction de la charge d'indentation et le déplacement résiduelle, la modélisation mathématique de la relation entre les deux duretés étudiées, déterminer la relation entre les deux profondeurs de pénétrations correspondantes aux deux types de duretés, examiner l'influence du défaut de pointe de l'indenteur émoussée de par son utilisation sur l'estimation de la dureté et enfin, tenir compte des modes de déformations autour de l'empreinte pour le calcul de dureté correspondante. Le champ d'indentation est un domaine en phase de théorisation et cette contribution a tendance à réfléchir sur l'optimisation de choix de méthode susceptible de répondre aux exigences de passage d'échelle de façon définitive.

2 Échantillon et protocole expérimental

Les essais expérimentaux d'indentation ont été réalisés sur des films du matériau à usage courant extrait de barre d'Aluminium 6061-T6 (10 % de silicium) déposé sur des lames de verre à l'aide d'un nanoindenteur instrumenté MHT S/N: 02-0107. Au moins 30 essais ont été réalisés dans l'intervalle de charge [05-2000] N et les profondeurs indentées varient [0,350-260] μm . La charge et décharge sont appliquées avec un indenteur Vickers à une vitesse de 30 mN/s. Les spécimens 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 Description de la méthodologie d'indentation

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 [3].

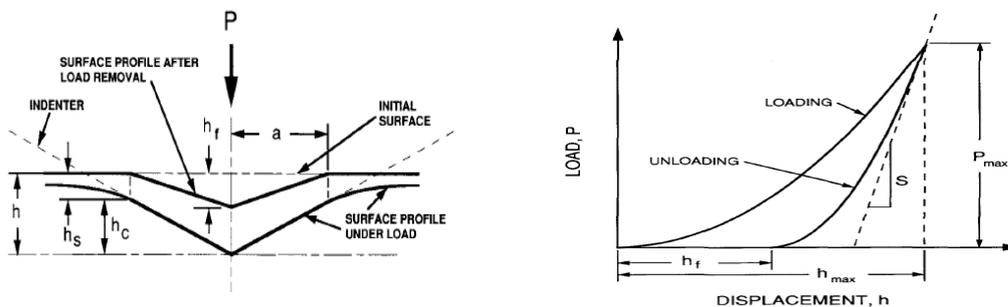


Fig. 1– Courbe caractéristique force-déplacement d'un essai d'indentation instrumentée classique [3].

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

La dureté Martens H_M se définit comme étant le rapport de la force appliquée par l'aire de surface de pénétration à la charge maximale, donc en considérant la profondeur maximale comme référence. La dureté Martens ne s'applique que pour

des indenteurs à base pyramidale et s'écrit sous la forme de l'équation 1, ou l'expression de l'aire de contact réelle A_{cr} diffère selon le type d'indenteur choisi :

$$H_M = \frac{P_{max}}{A_c} = \frac{P_{max}}{26.43 \cdot h_{max}^2} \quad (1)$$

Avec pour un indenteur Vickers $A_c = \frac{4 \sin(\alpha/2)}{\cos(\alpha/2)^2} h_{max}^2$

Avec pour un indenteur Berkovich $A_c = \frac{3\sqrt{3} \tan \alpha}{\cos \alpha} h_{max}^2$

Où α est le demi-angle au sommet du cône équivalent, $\alpha=70.3^\circ$

Pour tenir compte des déformations autour de l'empreinte, on utilise plutôt H_{IT} qui se définit comme le rapport de la force maximale appliquée P_{max} à l'aire de surface de contact projetée A_c à une distance h_c qui correspond à la plus grande surface de contact projetée. Cette profondeur h_c est la profondeur dite de contact entre l'indenteur et le matériau. Son calcul a été proposé par Oliver et Pharr [3] dans le cas d'une déflexion des faces (sink-in) de l'empreinte. Elle sera notée h_{cs} . Dans le cas de la formation d'un bourrelet (pile-up), c'est la méthodologie proposée par Loubet et al. [10,11] qu'il faut appliquer. La figure 2 montre schématiquement comment se comporte le matériau dans ces deux modes de déformation. Ces modes de déformation, au voisinage de l'indenteur sont fonction du matériau sollicité, de la surface indentée qui réagira différemment face à la nature et la forme de l'indenteur et les propriétés mécaniques du matériau.

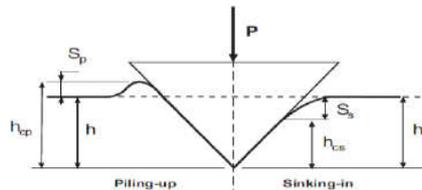


Fig. 2– Représentation schématique d'une déformation simultanée de type Pile-up et sink-in [12].

Dans le calcul de la dureté H_{IT} , c'est donc la profondeur h_c qui est prise en compte et son expression générale est la suivante :

$$H_{IT} = \frac{P_{max}}{A_c} \quad (2)$$

Dans le cas d'essais utilisant un indenteur Vickers ou Berkovich de géométrie parfaite, l'aire de contact projetée A_{cp} est proportionnelle au carré de la profondeur de contact h_c , et s'exprime selon l'équation suivante :

$$A_c = 24.56 h_c^2 \quad (3)$$

La profondeur de contact h_{cs} définie par Oliver et Pharr [OLI04] se calcule à l'aide de l'équation 4 :

$$h_{cs} = h_{max} - \varepsilon(h_{max} - h_p) \text{ ou encore } h_{cs} = h_{max} - \varepsilon \frac{P_{max}}{S} \quad (4)$$

Où ε est une constante fonction de la géométrie de l'indenteur. Pour les indenteurs pyramidaux ou sphériques $\varepsilon=0.75$ est prise comme une valeur de référence.

3.1 Influence du défaut de pointe sur l'aire de contact

L'aire de contact est directement proportionnelle au carré de la profondeur, dans le cas d'un indenteur parfait. Mais en pratique, la pointe de l'indenteur est émoussée de par son utilisation. Ainsi, la vraie aire de contact est modifiée et ne pas prendre en compte cet émoussement peut avoir un effet considérable sur la détermination des propriétés mécaniques, et ceci d'autant plus que l'échelle de mesure est petite. En microindentation et pour des valeurs de pénétration de l'indenteur supérieures à environ 100-200 μm selon l'ampleur de l'émoussement, la relation proposée par Loubet [LOU93] reprise par Troyon [TRO06] est parfaitement adaptée. Ils proposent d'ajouter le défaut de pointe h_b [CHI13], pris comme la distance entre la pointe du cône parfait et le sommet de l'indenteur émoussé, à la profondeur mesurée dans l'expression de l'aire de contact (équation 5) :

$$A_{cp} = 24.56 (h_c + h_b)^2 \quad (5)$$

4 Résultats et discussions

Le traitement des courbes caractéristiques par microindentation de l'Aluminium 6061-T6 (10 % de silicium) nécessite l'exploitation d'outils statistiques.

4.1 La dureté Martens

Etude de l'évolution de la dureté Martens en fonction de la variation de la profondeur d'indentation maximale de l'indenteur Vickers dans la matrice de l'échantillon étudié et la variation de la force d'indentation (voir la figure 3.a et 3.b, respectivement, ci-dessous) :

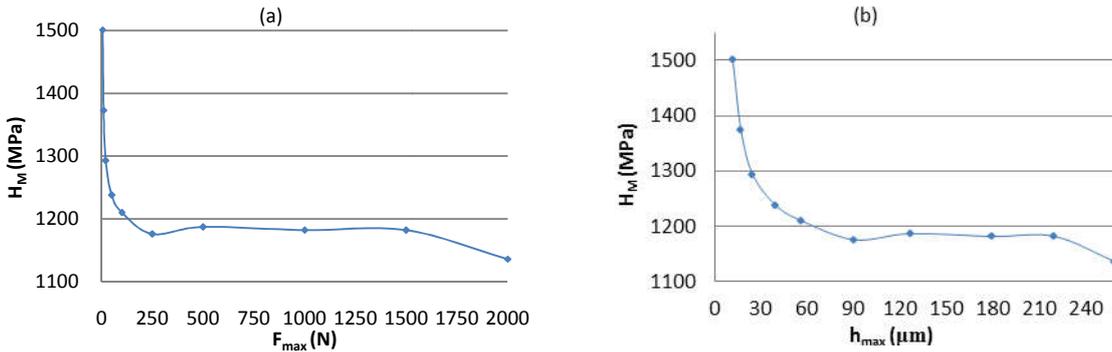


Fig. 3– Représentation de la dureté Martens, H_M vs. a) profondeur maximal d'indentation. b) force d'indentation maximale.

La tendance de H_M reflète une proportionnalité inverse entre les valeurs des duretés et les faibles forces maximales d'indentation correspondantes (voir figure 3.a) et parallèlement des faibles profondeurs d'indentation (3.b) dans l'intervalle [0,50] N. D'où, la sensibilité de H_M aux petites charges qui enregistrent des pics pour des profondeurs de déplacement minimales dans la fourchette de microdureté.

Concernant la tendance de H_M est relativement constante, illustrant un palier d'amplitude estimée à 1180 MPa pour des chargements d'indentation appartenant à l'intervalle [50÷1600] N et des pénétrations correspondantes dans l'intervalle [39, 219] μm . Ensuite, elle enregistre une continuité mais avec une tendance à la décroissance avec l'augmentation de la force appliquée jusqu'à 2000N et la profondeur à 1136 μm . D'où, les valeurs de H_M peu sensibles à l'augmentation croissante de P_{max} . Par conséquent, la macrodureté est peu sensible à l'intensité de chargement contrairement à la microdureté.

Examen de la variation de la dureté d'indentation en fonction de la variation de la profondeur de contact de l'indenteur avec le spécimen étudié et l'évolution de la charge d'indentation (voir la figure 4.a et 4.b, respectivement, ci-dessous):

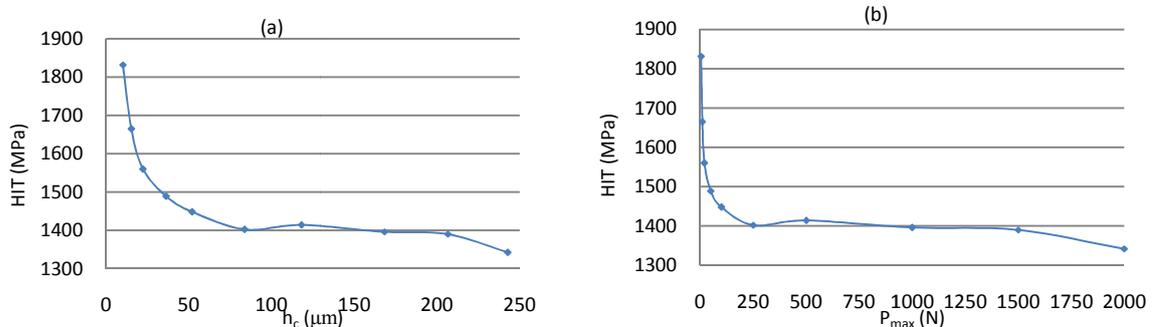


Fig. 4– Représentation de la dureté d'indentation, H_{IT} vs. a) profondeur résiduelle d'indentation. b) force d'indentation maximale.

La tendance de H_{IT} reflète une proportionnalité inverse entre les valeurs des duretés et les faibles P_{max} correspondantes (voir Figure 4.b) et parallèlement des faibles profondeurs résiduelles d'indentation (voir Figure 4.a) dans

l'intervalle [0,50] N. D'où, la sensibilité de H_{IT} aux petites charges qui enregistrent des pics pour des déplacements résiduelles ultimes dans la fourchette de microdureté.

A propos de la tendance de H_M est relativement constante, illustrant un palier d'amplitude estimée à 1400 MPa pour des chargements d'indentation appartenant à l'intervalle [50÷1600] N et des pénétrations résiduelles correspondantes dans l'intervalle [36, 207] μm . D'où, les valeurs de H_{IT} insensibles à l'augmentation croissante de la charge d'indentation. Ceci, explique la macrodureté insensible à l'intensité de chargement contrairement à la microdureté.

4.2 Comparaison des deux duretés

4.3.1 L'expression reliant les deux duretés

La relation qui a tendance à exprimer la dureté d'indentation en fonction de la fonction Martens, par le lissage par la méthode des moindres carrées, est montrée sur la figure 5, suivante:

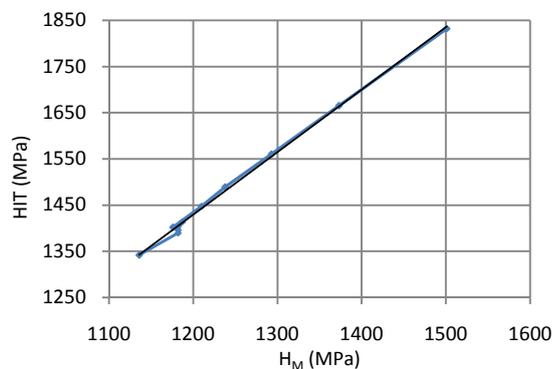


Fig. 5– Représentation de la dureté d'indentation, H_{IT} vs. la dureté Martens, H_M .

D'après la figure 5, cette courbe de tendance linéaire exprime le couple de duretés, en utilisant la méthode des moindres carrées, sous la forme suivante :

$$H_{IT} = 1.3542H_M - 195.97 \quad (6)$$

Avec un taux de reproductibilité de l'ordre de 99,77%, qui est très favorable à la prédiction expérimentale et l'interaction factorielle des deux duretés. Ceci, explique la différence entre les deux duretés. Et indique l'existence de pente de l'ordre de $\frac{dH_M}{dH_{IT}} = 0.74$ qui traduit une précision micrométrique distincte. D'où, la raison de chercher d'autres éléments de réponses explicatifs.

4.3.2 Les duretés étudiées en fonction des profondeurs d'indentation

La courbe 6 indique l'effet de la variation de la charge d'indentation sur l'évolution des deux profondeurs de pénétration de l'indenteur à savoir le déplacement maximal et le déplacement de contact respectivement.

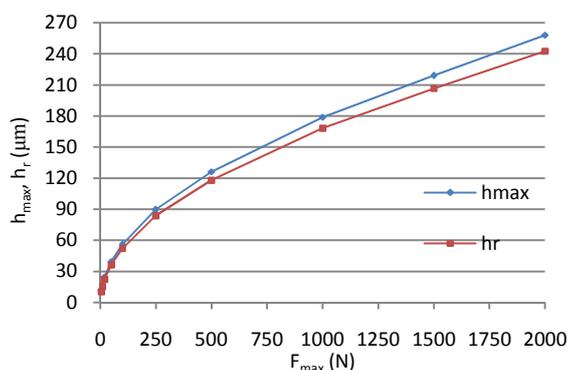


Fig. 6– Représentation graphique des profondeurs maximale et résiduelle vs. la charge maximale d'indentation.

La modélisation par régression linéaire des deux profondeurs d’indentations qui signifient les déplacements maximal et résiduel respectivement de l’indenteur dans la matrice de l’Aluminium étudié, est développée dans les équations 7.

$$\begin{cases} h_r = 0,115F_{max} + 33,048 \\ h_{max} = 0,122F_{max} + 35,602 \end{cases} \quad (7)$$

Avec des pourcentages de reproductibilité très favorables et qui sont 95,04% et 94,98% respectivement. Donc, les équations.7 montrent clairement que h_{max} est nettement supérieur à h_r .

La modélisation mathématique par la méthode des moindres carrés, exprime la relation entre les deux profondeurs comme suit:

$$h_{max} = 1,1455h_r - 1,3346 \quad (8)$$

Avec un taux idéal en matière de reproductibilité expérimentale et qui est de l’ordre de 99,94%. Ceci explique que la valeur de h_{max} utilisée dans H_M est grossière à coté de la valeur de H_{IT} modérée. D’où, le sens physique de ces deux pénétrations de l’indenteur désigne l’exploitation d’une pénétration théorique utilisée par Martens et la seconde de contact réel exprimée par Oliver et Pharr. D’où, la fiabilité et la précision de dureté d’indentation en échelle de microdureté.

4.3.3 La différence entre HIT et HIT Corrigée

Les nombres de duretés Martens de Meyer calculés à partir de l’indenteur Vickers en négligeant le défaut de pointe (voir la figure 4.a, précédente) ou en le prenant en considération comme l’indique l’équation 5 est illustrée sur la figure 7, suivante:

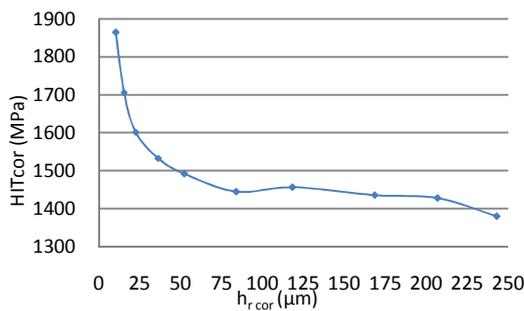


Fig. 6– Représentation graphique des profondeurs maximale et résiduelle vs. la charge maximale d’indentation.

Fig. 7– Nombres de duretés Martens de Meyer calculés à partir de l’indenteur vickers en prenant en compte le défaut de pointe.

Toutefois, nous avons montré que, malgré l’ampleur du défaut de pointe d’indenteur, la dureté est constante même si on le prend en compte comme le monte la figure précédente 7. Ce qui prouve que la correction de la profondeur d’indentation n’est pas nécessaire que ce soit pour calculer H_{IT} et H_M à cette échelle micrométrique de dureté.

4.3.4 La dureté d’indentation en fonction du mode de déformation

Le type de déformation modale est identifié en théorie d’indentation par l’estimation du rapport h_{min}/h_{max} illustré sur la figure 2 et estimé par Yetna N’Jock [12].

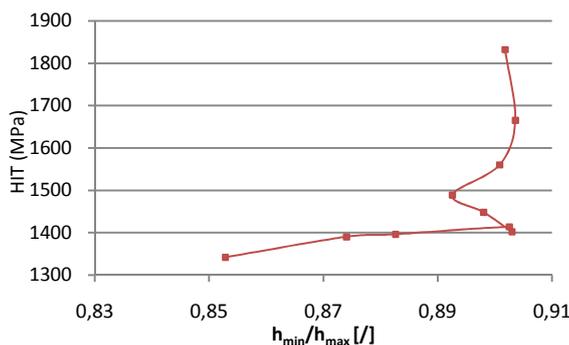


Fig. 8– Représentation graphique de la dureté d’indentation vs. le critère du mode de déformation.

L'évolution de la tendance de la courbe de la dureté d'indentation (voir la figure 8) montre un écoulement de matière sous l'indenteur, physiquement traduit par une déformation de l'Aluminium en mode sink-in. Puisque le critère déterminant le mode de déformation est nettement supérieur à 0.83 %. Ce qui exprime que ce matériau admet un seul type de déformation sous indenteur. Et qui influe directement sur le calcul de l'aire de contact projetée qui permet d'estimer la dureté de l'Aluminium.

5 Conclusion

On a exploité l'outil d'indentation instrumentée pour la caractérisation mécanique de l'Aluminium. La dureté enregistre une continuité mais avec une tendance à la décroissance avec l'augmentation de la force appliquée, et l'effet de taille est visible aux deux échelles macro-micrométriques. Il est important de noter que l'ISE conduite à une augmentation de la dureté près de la surface du matériau. D'où, l'explication de la sensibilité des duretés H_{IT} et H_M à des très faibles pénétrations. En microdureté, l'effet de taille est expliqué par la théorie du Strain Gradient Plasticity (SGP) basée sur les dislocations géométriquement nécessaires pour accommoder la déformation plastique sous l'indenteur et la charge nécessaire pour initier la déformation plastique. En macroindentation la dureté est considérée constante, les variations pourraient être liées à l'estimation de l'aire de contact et à la formation du bourrelet.

Dans le cas de l'indentation instrumentée, les propriétés mécaniques comme H_{IT} est calculée avec le contact réel h_r entre l'indenteur et le matériau à chaque instant contrairement à H_M qui est calculée avec h_{max} théorique. Ainsi, il est évident qu'une déformation en mode sink-in ou Pile-up affectera de façon très notable les calculs d'aire de contact réel, contrairement à H_M qui néglige les modes de déformations sous indenteurs. Les relations d'Oliver et Pharr et de Loubet et al. utilisées pour estimer les profondeurs de contact h_r selon le mode de déformation mécanique ont montré que l'Aluminium adopte un type d'écoulement de matière sous indenteur selon le mode de formation d'un bourrelet.

Toutefois, nous avons montré que, malgré la correction introduite au défaut de pointe, les duretés sont restées constantes. On peut s'accorder qu'en macro-microindentation cette correction n'est pas nécessaire. Toutefois, des études complémentaires doivent être menées en perspective pour mieux comprendre et expliquer les comportements observés à chaque échelle et notamment à l'échelle nanométrique et pour chaque type de matériaux.

REFERENCES

- [1] E. Le Bourhis, *Glass Mechanics and Technology*, 2nd Edition, Wiley VCH, 2014.
- [2] D. Tabor, *The Hardness of Metals*. Oxford University Press, London, 1951.
- [3] W.C. Oliver and G.M. Pharr, Improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.* Vol.7 (1992) pp.1564-1583.
- [4] M.R. Van Landingham, Review of instrumented indentation. *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.* Vol. 108 (2003), p. 249.
- [5] J. Hay, Introduction to instrumented indentation testing. *Exp. Tech.* Vol. 33, (2009) p.66.
- [6] L. Qian, M. Li, Z. Zhou, H. Yang, and X. Shi, *Comparison of nano-indentation hardness to microhardness*. *Surf. Coat. Technol.* Vol.195 N° 2-3 (2005) pp.264-271.
- [7] J. M. Meza, M. C. Farias, R. Souza, and L. J. Riaño, Using the ratio: maximum load over unload stiffness squared, P_m/S_u^2 , on the evaluation of machine stiffness and area function of blunt indenters on depth-sensing indentation equipment. *Mater. Res.* Vol.10 N°4 (2007) pp.437-447.
- [8] W.D. Nix, H. Gao. *J. Mech. Phys. Solids.* Vol. 46 (1997) pp.411- 26.
- [9] A.A. Elmustafa, D.S. Stone. *J. Mech. Phys. Solids.* Vol. 51 N°28 (2003) pp.357-381.
- [10] J.L. Loubet, M. Bauer, A. Tonck, B. Gauthier Manuel, Nanoindentation with a surface force apparatus- Mechanical properties and deformation behaviour of materials having ultra-fine microstructures. *NATO ASI 233* (1993) pp.429-447.
- [11] G. Hochstetter, A. Jimenez, J.L. Loubet, *J. Macromol.* Strain-rate effects on hardness of glassy polymers in the nanoscale range. Comparison between quasi-static and continuous stiffness measurements. *J. Macromol. Sci., Part B.* Vol. 38 (1999) pp.681-692.
- [12] M. Y. N'Jock, D. Chicot, J. M. Ndjaka, J. Lesage, X. Decoopman, F. Roudet and A. Mejias, A criterion to identify sinking-in and piling-up in indentation of materials. *Mat. & Tech.* Vol. 103 N°603 (2015) pp. 603-610.
- [13] W.C. Oliver and G.M. Pharr, measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation:

- Advanced in understanding and refinements to methodology. *J. Mater. Res.* Vol.19 N°1 (2004) pp.3-20.
- [14] M. Troyon and L. Huang, Comparison of different analysis methods in nanoindentation and influence on the correction factor for contact area. *Surf. Coat. Technol.* Vol.201 (2006) pp.1613-1619.
- [15] D. Chicot, P. De Baet, M.H. Staia, E.S. Puchi-Cabrera, G. Louis, Y. Delgado, Influence of tip defect indeter shape on the mechanical properties determination by indentation of a TiB₂-60% B₄ ceramic composite. *Inter. J. Refract. Met. Hard. Mater.* Vol.38 (2013) pp.102-110.