

---

# Un facteur d'échelle de dureté en nano et microindentation

**Johnny Mendoza, Francine Roudet, Jacky Lesage et Didier Chicot**

*\* IUTA – Université Lille 1*

*Département Génie Mécanique et productique*

*Rue de la Recherche-BP 179 59653 Villeneuve d'Ascq Cedex*

*jamd43@yahoo.com ; francine.roudet@univ-lille1.fr ; jacky.lesage@univ-lille1.fr ; didier.chicot@univ-lille1.fr*

**Sections de rattachement : 61,  
Secteur : Secondaire / Tertiaire**

## **RÉSUMÉ.**

*Pour représenter l'effet de taille en microindentation, la théorie de Nix et Gao (SGP) basée sur la connaissance des dislocations géométriquement nécessaires pour accommoder la déformation plastique sous l'indenteur est maintenant largement utilisée. Dans le domaine de la nanoindentation, cette théorie ne peut s'appliquer car les valeurs expérimentales des coefficients ne correspondent plus aux calculs théoriques basés sur les paramètres physiques intrinsèques du matériau. Toutefois si on tient compte de l'uniformité du champ de dislocations sous l'indenteur et de l'élargissement de la zone plastique sous les faibles charges d'indentation, nous montrons que ce modèle peut être valablement utilisé sur toute la gamme de charges. De plus, pour mieux mettre en évidence ce passage multi-échelle (nano/micro) en prenant en compte ces phénomènes, nous proposons d'utiliser un facteur d'échelle en dureté. En pratique, ce facteur d'échelle se calcule à partir des coefficients de lissage du modèle SGP. En théorie, il est proportionnel au module de cisaillement et au vecteur de Burgers du matériau avec un coefficient qui dépend de la déformation plastique (arrangement des dislocations et volume de la zone déformée).*

*MOTS-CLÉS : Dislocations, Dureté, Plasticité, Effet de taille.*

## **1. Introduction**

En indentation, il est bien connu que la valeur de la dureté dépend de la charge appliquée. Ce phénomène associé à plusieurs causes comme le durcissement par écrouissage, la rugosité, la déformation autour de l'empreinte, la forme de l'indenteur,

l'énergie de surface, la variation de composition, l'anisotropie est connu sous le nom d'Indentation Size Effect (ISE) (Cheng et al., 2004). Depuis 1885, de nombreuses relations ont été proposées pour décrire cette dépendance de la dureté avec la charge. Ma et Clarke en 1995 et Nix et Gao en 1998 ont introduit le concept du gradient de déformation plastique (Strain Gradient Plasticity - SGP) basé sur la théorie des dislocations de Taylor. Nix et Gao ont montré que le comportement en dureté de matériaux cristallins peut être bien représenté par le concept des dislocations géométriquement nécessaires (GND) pour accommoder la déformation plastique. La relation que les auteurs proposent en microindentation relie la microdureté,  $H$ , à la profondeur d'indentation,  $h$ , comme suit :

$$\left(\frac{H}{H_0}\right)^2 = 1 + \left(\frac{h^*}{h}\right) \quad [1]$$

où  $H_0$  est généralement appelé la macrodureté et  $h^*$  est une longueur caractéristique représentative de la dépendance de la dureté avec la charge.

Huang et al. (2006), après avoir analysé de nombreux travaux, ont conclu que les résultats obtenus en nanoindentation ne pouvaient être représentés par la relation [1]. Pour expliquer la divergence entre cette relation et les résultats expérimentaux, les auteurs avancent deux facteurs liés à l'effet du défaut de pointe aux faibles pénétrations et/ou au volume de stockage des GND. Pour Huang et al. (2006), l'effet de pointe de l'indenteur ne peut expliquer à lui seul l'effet de taille en nanoindentation. En conséquence, la différence doit principalement provenir de la manière dont a lieu la déformation plastique, densité et arrangement du réseau de dislocations, ou encore du volume de stockage des dislocations. Ainsi pour représenter les résultats de nanoindentation, ces auteurs suggèrent de considérer la densité maximum de dislocations géométriquement disponibles ce qui leur permet de représenter les résultats de dureté en dessous et au dessus d'une valeur limite entre les données de nano et de microindentation. Pour Zong et al. (2006), les données peuvent être séparées en deux zones et représentées par deux droites correspondant à la relation [1]. Ces auteurs donnent donc deux couples de paramètres ( $H_0$ ,  $h^*$ ) pour décrire les résultats de nano et de microindentation. Malheureusement, ils ne donnent pas de sens physiques permettant de comparer les valeurs de macrodureté ( $H_{0\text{micro}}$  et  $H_{0\text{nano}}$ ) et de longueurs caractéristiques ( $h^*_{\text{micro}}$  et  $h^*_{\text{nano}}$ ) calculées aux deux échelles de mesure.

Dans ce travail, nous avons analysé plusieurs résultats de nano et de microindentation obtenus sur différents matériaux cristallins. Nous montrons que la relation de Nix et Gao est parfaitement adaptée pour représenter le comportement linéaire dans les deux régimes de pénétration. De plus, nous expliquons les différences nano/micro en introduisant la notion d'uniformité d'espacement des dislocations géométriquement nécessaires pour accommoder la déformation plastique et par un accroissement de la taille de zone plastique en nanoindentation bien montrée par Durst et al. (2005) utilisant une analyse par éléments finis. De manière à être plus pertinent

encore, nous suggérons d'utiliser un facteur d'échelle en indentation. Ce nouveau facteur permet de discuter du mode de déformation plastique sous l'indenteur.

## 2. Approche multi-échelle en dureté

### 2.1. Théorie de Nix et Gao: Strain Gradient Plasticity

La théorie développée par Nix et Gao en 1998 suppose par simplicité que le processus de déformation par indentation est accommodé par les dislocations géométriquement nécessaires en prenant en compte le changement permanent de forme à la surface. Cette densité de dislocations, notée  $\rho_G$ , est exprimée en fonction du vecteur de Burgers,  $b$ , de la profondeur d'empreinte,  $h$ , et de l'angle,  $\theta$  ( $=19.3^\circ$ ), entre la surface de l'indenteur conique et la surface du matériau :

$$\rho_G = \frac{3}{2bh} \tan^2 \theta \quad [2]$$

A partir de cette densité, du critère de Von Mises, des relations de Tabor et de Taylor, Nix et Gao proposent d'exprimer  $Ho$  et  $h^*$  de la relation [1] comme suit:

$$Ho = 3\sqrt{3}\alpha\mu b\sqrt{\rho_s} \quad \text{et} \quad h^* = \frac{81}{2}b\alpha^2 \tan^2 \theta \left( \frac{\mu}{Ho} \right)^2 \quad [3]$$

où  $\alpha$  est une constante qui prend une valeur comprise entre 0,3 et 0,5 selon la théorie de Taylor.  $\mu$  est le module de cisaillement et  $\rho_T$  la densité totale de dislocations qui peut être séparée en deux termes,  $\rho_G$  et  $\rho_s$  étant la densité de dislocations statistiquement stockées.

Selon Nix and Gao (1998),  $h^*$  n'est pas une constante pour un matériau donné et une géométrie d'indenteur donnée puisque ce paramètre dépend des dislocations statistiquement stockées, paramètre que l'on rencontre au travers de la macrodureté,  $Ho$ . Les relations [3] sont généralement bien admises pour représenter l'effet de taille en microindentation. Pourtant, Nix et Gao ont ajouté que l'hypothèse d'un indenteur ayant un angle constant n'est pas entièrement exacte pour supposer que le gradient de déformation est constant. Ceci est particulièrement vrai au début de la déformation plastique lorsque la pointe de l'indenteur pénètre à la surface du matériau dû à son défaut de pointe. Dans ce cas, l'espacement des dislocations n'est pas uniforme du fait de la courbure de la pointe de l'indenteur. A cela s'ajoute une extension de la zone plastique sous faibles charges d'indentation (Durst et al., 2005). Ceci se traduit par une augmentation de la densité de GND au voisinage du sommet de l'indenteur. Pour traduire l'extension de la zone de déformation, Durst et al. (2005) font intervenir un coefficient correctif,  $f$ , dans le calcul de  $\rho_G$ . Ce coefficient  $f$  vaut 1,9 pour ces auteurs mais il prend la valeur de 1,44 si on se reporte aux travaux de Nix et Gao (1998) :

$$\rho_{G \max} = \frac{3}{2bh} \frac{1}{f^3} \tan^2 \theta \quad [4]$$

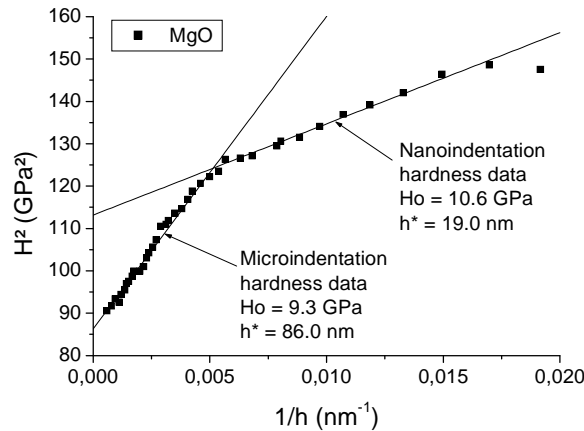
Ainsi, en remplaçant  $\rho_G$  par  $\rho_{G \max}$  et en suivant la même démarche que Nix et Gao, nous exprimons la longueur caractéristique en nanoindentation qui ne diffère de la relation [3] que par le facteur  $f^3$  :

$$h^* = \frac{81}{2} \frac{1}{f^3} b \alpha^2 \tan^2 \theta \left( \frac{\mu}{Ho} \right)^2 \quad \text{avec} \quad Ho = 3\sqrt{3} \alpha \mu b \sqrt{\rho_s} \quad [5]$$

Ainsi pour résumer, les calculs de  $Ho$  et de  $h^*$  en microindentation se font avec les relations [3] tandis qu'en nanoindentation, ils se font avec les relations [5].

## 2.2. Le facteur d'échelle en dureté

Au contraire de ce qu'ont avancé Huang et al. (2006), nous pensons que les résultats obtenus par Feng et Nix (2004) peuvent être représentés par deux droites en nano et en microindentation en utilisant la relation [1] comme l'ont proposé Zong et al. (2006). Cette hypothèse se confirme d'ailleurs l'oxyde de magnésium présenté sur la figure 1 où les deux régions nano et micro sont clairement distinctes.



**Figure 1.** Carré de la dureté,  $H^2$ , en fonction de l'inverse de la profondeur d'empreinte,  $1/h$ , pour le MgO.

Les grandeurs  $Ho$  et  $h^*$  sont déterminées par régression linéaire. Dans le domaine de microindentation, les résultats donnent 9,3 GPa pour la macrodureté,  $Ho_{\text{micro}}$ , et 86 nm pour la longueur caractéristique,  $h^*_{\text{micro}}$ . Pour l'oxyde de magnésium, Huang et al. (2006) donnent 126 GPa pour le module de cisaillement et 0,298 nm pour le vecteur de Burgers. A partir de la macrodureté expérimentale et de la relation [3], il est possible de calculer la valeur théorique de la longueur caractéristique. Le calcul conduit à 71 nm qui

est proche de la valeur expérimentale de 86 nm. De la même manière, si on applique ce raisonnement aux valeurs de nanoindentation en appliquant la relation [5]. En prenant  $H_{o\text{ nano}}$  égal à 10,6 GPa, on trouve  $h^*_{\text{ nano}}$  théorique égale à 18,2 nm en prenant  $f = 1,44$  (Nix et al., 1998) ou égale à 8 nm avec  $f = 1,9$  (Durst et al., 2005). La valeur expérimentale de ce paramètre étant de 19 nm, c'est la valeur de  $f$  de Nix et Gao qui est validé en tous cas pour ce matériau. Ce résultat montre que le modèle SGP peut être valablement appliqué en micro et en nanoindentation si on tient compte de l'uniformité du réseau de dislocations et de l'accroissement de la zone plastique en nanoindentation. Pour la suite, les calculs seront faits en prenant  $f = 1,44$ .

D'autre part, il est clair que la comparaison entre les deux couples de points ( $H_o = 9,3$  GPa,  $h^* = 86$  nm)<sub>micro</sub> et ( $H_o = 10,6$  GPa,  $h^* = 19$  nm)<sub>nano</sub> n'est pas possible directement. C'est pourquoi nous proposons d'étudier les deux droites de la figure 1 en utilisant une nouvelle approche. Nous reprenons donc la relation [1] en écrivant le carré de la dureté en fonction de l'inverse de la profondeur d'indentation. La pente de la droite fait apparaître une combinaison de la macrodureté et de la longueur caractéristique comme suit :

$$H^2 = H_o^2 + \frac{H_o^2 \cdot h^*}{h} \quad [6]$$

D'un point de vue purement physique, la pente égale à  $H_o^2 \cdot h^*$  n'est pas pertinente car l'unité n'est pas conventionnelle ou au moins inhabituelle. C'est pourquoi nous proposons d'en prendre la racine carrée pour écrire le facteur d'échelle en dureté,  $H_{LSF}$  (LSF pour Length-Scale Factor) :

$$H_{LSF} = \sqrt{H_o^2 \cdot h^*} = H_o \sqrt{h^*} \quad [7]$$

qui s'exprime en  $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , cette unité étant équivalente à celle d'une ténacité. En utilisant la relation [3], nous écrivons théoriquement  $H_{LSF}$  en microindentation:

$$H_{LSF\text{ micro}} = \frac{9}{\sqrt{2}} \alpha \tan \theta \cdot \mu \sqrt{b} = 2,278 \cdot \alpha \cdot \mu \sqrt{b} \quad [8]$$

Et en nanoindentation, en appliquant la relation [5] avec  $f = 1,44$  :

$$H_{LSF\text{ nano}} = \frac{3\sqrt{3}}{\sqrt{2}} \alpha \tan \theta \cdot \mu \sqrt{b} = 1,135 \cdot \alpha \cdot \mu \sqrt{b} \quad [9]$$

qui diffère de la relation [8] uniquement par le facteur  $\sqrt{3}$ .

Les relations [8] et [9] montrent que le paramètre  $H_{SLF}$  est proportionnel au produit  $\mu \sqrt{b}$  avec un facteur égal à  $2,278 \alpha$  ou  $1,315 \alpha$  selon que le réseau de dislocations soit uniforme ou non. En prenant  $\alpha$  égal à 0,5, nous pouvons calculer les valeurs expérimentales et théoriques du facteur d'échelle en dureté (Nix et al., 1998). En microindentation sur l'oxyde de magnésium (MgO), le facteur théorique est égal à  $2,48 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  alors qu'il est de  $2,73 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ . En nanoindentation, l'écart est encore plus faible puisque la théorie et l'expérience prévoit respectivement 1,43 et  $1,46 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ . Pour consolider cette approche et confirmer la valeur du coefficient  $\alpha$ , nous calculons le facteur d'échelle en dureté de plusieurs matériaux cristallins.

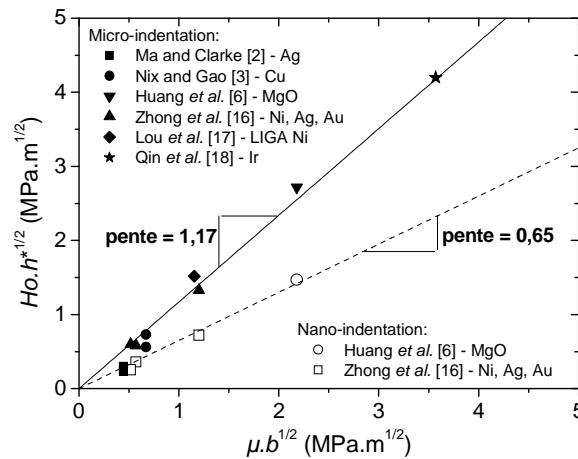
### 3. Application du facteur d'échelle à différents matériaux cristallins.

Pour discuter de la pertinence du facteur d'échelle en dureté, nous avons analysé plusieurs données d'indentation obtenues en nano et en microindentation sur différents matériaux cristallins (Ma et al., 1995, Nix et al., 1998, Huang et al., 2006, Lou et al., 2006; Qin et al., 2007). Le tableau 1 rassemble ces valeurs avec celles du module de cisaillement et du vecteur de Burgers.

Matériaux	$\mu$ (GPa)	$b$ (nm)	$Ho_{\text{nano}}$ (GPa)	$h^*_{\text{nano}}$ ( $\mu\text{m}$ )	$Ho_{\text{micro}}$ (GPa)	$h^*_{\text{micro}}$ ( $\mu\text{m}$ )
Ag (100)	26,4	0,286	---	---	0,340	0,757
Ag (110)			---	---	0,361	0,432
Cu (111)	42	0,256	---	---	0,581	1,600
Cu			---	---	0,834	0,464
MgO	126	0,298	10,6	0,019	9,3	0,086
Ni	76	0,25	1,24	0,34	0,76	3,05
Ag	33,6	0,29	0,71	0,26	0,25	5,42
Au	30,4	0,29	1,02	0,06	0,28	4,66
LIGA Ni	73	0,25	---	---	2,6	0,34
Ir	217	0,27	---	---	2,47	2,89

**Tableau 1.** Valeurs du module de cisaillement,  $\mu$ , du vecteur de Burgers,  $b$ , de la macrodureté,  $Ho$ , et de la longueur caractéristique,  $h^*$ , obtenues en nano et en microindentation sur différents matériaux cristallins.

A partir de ce tableau de valeurs, nous représentons le produit expérimental  $Ho\sqrt{h^*}$  en fonction du produit théorique  $\mu\sqrt{b}$  (Figure 2).



**Figure 2.** Représentation de la valeur expérimentale du facteur d'échelle en dureté  $Ho.h^{*1/2}$  en fonction du produit théorique  $\mu.b^{1/2}$  pour les différents matériaux analysés.

Les points issus de la microindentation sont bien représentés par une droite de pente 1,17. A partir du coefficient 2,278  $\alpha$  de la relation [8], le calcul de  $\alpha$  donne la valeur 0,51 qui est très proche de 0,5 donnée par Nix et Gao (1998). En nanoindentation, les données de dureté s'alignent également sur une droite mais avec une pente plus faible égale à 0,65. En utilisant la relation [9] relative à la nanoindentation, le calcul de  $\alpha$  donne une valeur de 0,49 également très proche de 0,5. Ce résultat est très intéressant car il valide notre approche sur les deux échelles de mesure, nano et micro, mais aussi la théorie de Nix et Gao (1998) en validant la valeur du coefficient  $\alpha$ . Il permet de plus de comprendre et d'expliquer la différence observée entre les couples de points  $(H_o, h^*)_{\text{micro}}$  et  $(H_o, h^*)_{\text{nano}}$  résultant respectivement d'analyses de dureté en microindentation et en nanoindentation. Ce résultat montre aussi que le champ de dislocations est plutôt uniforme en microindentation alors qu'il ne l'est pas en nanoindentation. Enfin, ce résultat semble indiquer que la valeur du coefficient est indépendante de la nature du matériau au contraire de ce que prévoit la théorie de Taylor sur la variation de ce coefficient entre 0,3 et 0,5 mais des analyses supplémentaires doivent être faites pour valider ce résultat. Enfin, ce résultat confirme que  $f$  est égal à 1,44.

D'un point de vue physique, il convient d'expliquer la différence de comportement aux deux échelles de mesure par la répartition des dislocations sous l'indenteur et la différence de taille de zone plastique. La nanoindentation correspond au début du processus de déformation plastique. Dans ce cas, les dislocations sont générées dans un champ non uniforme principalement localisée au voisinage de la pointe de l'indenteur. Ainsi, du fait de l'arrondi de la pointe du pénétrateur important à cette échelle, le glissement des dislocations prend place dans des directions normales à la surface de l'indenteur. Lorsque la charge d'indentation augmente, le rayon de la zone plastique augmente. Par conséquent, l'arrangement des dislocations tend à être homogène dans le voisinage de l'empreinte face à l'extension de cette zone plastique. On peut raisonnablement envisager que les dislocations sont rassemblées dans une région localisée en bout d'indenteur et dans un volume de déformation plus grand par rapport aux dimensions de l'empreinte en accord avec les observations de Durst et al. (2005). Cette représentation fait converger ces deux approches.

Enfin, comme on peut le voir sur la figure 2, la transition entre les zones nano et microindentation est abrupte. Comme la transition ne s'étend que sur quelques nanomètres, les relations [8] et [9] suffisent pour représenter les deux régimes de l'indentation. Ces relations permettent également de donner des renseignements complémentaires sur les résultats obtenus. En effet, il est clairement montré sur la figure 2 que les points obtenus par Ma et Clarke (carrés noirs) ne sont pas alignés sur la droite de microindentation comme le prévoit la théorie et la relation [8]. Par conséquent, nous pouvons supposer un problème qui pourrait être par exemple lié à la préparation des échantillons. Il est en effet bien connu que le polissage introduit un écrouissage superficiel qui modifie le réseau de dislocations (Chicot et al., 2007).

#### 4. Conclusion

En conclusion, le modèle de Nix et Gao est capable de représenter les données de dureté aussi bien en microindentation qu'en nanoindentation si la notion d'uniformité du champ de dislocations et l'augmentation du volume de la zone plastique en nanoindentation sont prises en compte dans le modèle original. Le facteur d'échelle que nous avons introduit en dureté nous donne des renseignements précieux sur la déformation plastique sous l'indenteur. En effet, le calcul expérimental à partir des coefficients de la relation de Nix et Gao et le calcul théorique à partir du module de cisaillement et du vecteur de Burgers du matériau sont reliés par un coefficient dépendant du régime de pénétration.

#### Bibliographie

Cheng Y.T., Cheng C.M., "Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements", *Mater. Sci. and Eng. R: Reports*, vol. 44, n° 4-5, 2004, p. 91-149.

Chicot D., Roudet F., Soom A., Lesage J., "Interpretation of instrumented hardness measurements on stainless steel with different surface preparations", *Surf. Eng.*, vol. 23, n° 1, 2007, p. 32-39.

Durst K., Backes B., Goken M., "Indentation size effect in metallic materials: Correcting for the size of the plastic zone", *Scripta Materialia*, vol. 52, n° 11, 2005, p. 1093-1097.

Feng G., Nix W.D., "Indentation size effect in MgO", *Scripta Materialia*, vol. 51, n° 6, 2004, p. 599-603.

Huang Y., Zhang F., Hwang K.C., Nix W.D., Pharr G.M., Feng G., "A model of size effects in nano-indentation", *J. Mech. Phys. Sol.*, vol. 54, n° 8, 2006, p. 1668-1686.

Lou J., Shrotriya P., Allameh S., Buchheit T., Soboyejo W.O., "Strain gradient plasticity length scale parameters for LIGA Ni MEMs thin films", *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 441, n° 1-2, 2006, p. 299-307.

Ma Q., D.R. Clarke D.R., "Size Dependence of the Hardness of Silver Single Crystals", *J. Mater. Res.*, vol. 10, n° 4, 1995, p. 853-863.

Nix W.D., Gao H., "Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity", *J. Mech. Phys. Sol.*, vol. 46, n° 3, 1998, p. 411-425.

Qin J., Huang Y., Hwang K.C., Song J., Pharr G.M., "The effect of indenter angle on the microindentation hardness", *Acta Materialia*, vol. 55, n° 18, 2007, p. 6127-6132.

Zong Z., Lou L., Adewoye O.O., Elmustafa A.A., Hammad F., Soboyejo W.O., "Indentation size effects in the nano- and micro-hardness of fcc single crystal metals", *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 434, n° 1-2, 2006, p. 178-187.