Apport de la nanoindentation et de la microscopie à force atomique pour la compréhension des propriétés élastiques d'un polymère semi-cristallin aux différentes échelles microstructurales

Jérémy Grondin[1(*)], Sylvie Castagnet[1], Christophe Tromas[1] et Smerdova Olga[1]

[1] Institut Pprime, ISAE-ENSMA, Université de Poitiers, F-86962 Futuroscope Chasseneuil, France
[(*)]*Email : jeremy.grondin@ensma.fr*

RESUME

Cette thèse vise à apporter des réponses aux principaux défis liés à la compréhension de la relation entre la microstructure complexe des polymères semi-cristallins et leurs propriétés mécaniques. Trois verrous majeurs sont identifiés : (i) la complexité de la microstructure tridimensionnelle multi-échelle des sphérolites, (ii) le manque de données expérimentales sur les propriétés mécaniques à l'échelle des lamelles et des sphérolites, et (iii) l'absence de définition claire d'un volume élémentaire représentatif (VER) pour ces matériaux.

L'approche originale adoptée s'appuie sur des essais d'indentation multi-échelles grâce à l'utilisation de différentes techniques d'indentation, parmi lesquelles les plus récentes (nanoindentation conventionnelle, macro-indentation avec suivi optique du contact, AFM en mode mécanique). Cette approche permet de mesurer et de comparer les propriétés élastiques (module) du polypropylène isotactique (iPP) de façon cohérente, à différentes échelles de la microstructure : du nanométrique (empilement lamellaire) au macroscopique (plusieurs milliers de sphérolites), en passant par l'échelle micrométrique (sphérolites). Ces essais sont couplés à de l'imagerie de topographie à haute résolution via AFM, afin de relier la microstructure aux propriétés mécaniques.

Les principaux résultats incluent la préparation d'un échantillon de iPP préservant la microstructure tridimensionnelle en surface, tout en étant adapté aux essais de mécanique du contact. Ce travail révèle également une meilleure compréhension de la microstructure sphérolitique tridimensionnelle, notamment l'identification d'une échelle intermédiaire (branches des sphérolites) aux échelles usuellement considérées pour ces matériaux (lamelle et sphérolite), et l'identification de deux organisations lamellaires (lath-like et cross-hatching), étant réparties de façon spécifique au sein des sphérolites. Des corrélations quantitatives sont établies entre la microstructure et les modules d'élasticité à l'échelle des branches des sphérolites, avec un gradient de module du centre vers les bords des sphérolites. L'étude met également en évidence des hétérogénéités de module significatives au sein des sphérolites à l'échelle de l'empilement lamellaire. Enfin, une étude d'indentation sphérique multi-échelle a permis de proposer une première évaluation d'un VER mécanique pour le iPP, qui devrait inclure quelques branches de sphérolites. Ces résultats ouvrent de nouvelles perspectives pour la caractérisation fine des polymères semi-cristallins et leur modélisation mécanique.

MOTS-CLES : nanoindentation, polymère semi-cristallin, AFM, microstructure, polypropylène isotactique (iPP), propriétés mécaniques.

Dépendance de la localisation en cisaillement sous indentation à la composition des verres aluminoborosilicatés modifiés par des cations alcalino-terreux

M. Bourguignon[1(*)], G. A. Rosales-Sosa[2], Y. Kato[2], S. Nakane[2], H. Yamazaki[2] and E. Barthel[1]

[1] Laboratoire de Sciences et Ingénierie de la Matière Molle, ESPCI Paris, PSL Université, CNRS, Sorbonne Université, France
[2] Nippon Electric Glass Co., Ltd., Fundamental Technology Division, Japan

(*) *matthieu.bourguignon@espci.fr*

RESUME

Les verres de silicate présentent un mélange unique de propriétés, incluant la rigidité mécanique et la transparence. Cependant, leur utilisation est souvent limitée par leur faible résistance à la fracture. Il a d'abord été proposé que la résistance des verres d'oxyde à l'initiation de fissures sous indentation mécanique pourrait s'expliquer par la capacité du matériau à se densifier et à subir une plasticité localisée [1]. Pour obtenir des informations sur la plasticité des verres d'oxyde, nous utilisons une technique impliquant la création de coupes transversales traversant les empreintes d'indentation, permettant l'examen direct de la zone de déformation [2]. Plusieurs verres alumino-borosilicates avec différents rapports B_2O_3/SiO_2 et deux types de cations alcalino-terreux ont été préparés. Leurs propriétés physiques et mécaniques ont été mesurées, et leurs coupes transversales d'indentation, avec trois indenteurs différents, ont été examinées. Il a été constaté que la quantité relative de bore et le type de cation alcalino-terreux ont un impact significatif sur la présence de bandes de cisaillement ainsi que sur la rugosité de surface au sein de la zone plastique. Des bandes de cisaillement multiples et une rugosité élevée semblent être fortement corrélées à une faible résistance à l'initiation de fissures sous indentation. Nos résultats indiquent que la localisation du cisaillement est un facteur déterminant majeur de l'initiation des fissures.

MOTS-CLES

Plasticité des verres – Localisations en cisaillement – Rugosité - Résistance à fissuration - Verres aluminoborosilicatés

REFERENCES

[1] T Rouxel, H Ji, JP Guin, F Augereau, and B Rufflé. Indentation deformation mechanism in glass: densification versus shear flow. *Journal of applied physics*, 107(9), 2010.
[2] JT Hagan. Shear deformation under pyramidal indentations in soda-lime glass, *Journal of Materials Science*, 15:1417–1424, 1980.

Indentation d'un élastomère silicone chargé conditionné par vieillissement thermique

Feyne Florian[1(*)], Le Bourhis Eric[1], Lacroix Florian[2], Autissier Laurence[3] and Smerdova Olga[1]

[1] Institut Pprime, ISAE-ENSMA, Université de Poitiers, F-86962 Futuroscope Chasseneuil, France
[2] Laboratoire de Mécanique Gabriel Lamé, Université de Tours, INSA CVL, F-37200, France
[3] CEA, DAM, Le Ripault, F-37260 Monts, France
[(*)]*Email : florian.feyne@ensma.fr*

RESUME

Les travaux présentés ici portent sur l'étude du vieillissement thermique d'un PDMS réticulé à température ambiante et chargé en particules de SiO_2 et de $CaCO_3$. De nombreuses propriétés physiques, chimiques et mécaniques du réseau de chaînes sont étudiés afin de comprendre les mécanismes de vieillissement de ce matériau dans différentes configurations de vieillissement.

L'indentation instrumentée est cruciale dans la caractérisation du module élastique $\mathbf{E_{IT}}$ et des aires de boucles $\boldsymbol{\eta_{IT}}$ lors de chargement cycliques en surface du matériau vieilli. En effet, peu d'études prennent en compte l'impact de la rugosité de surface sur la mesure de module élastique. Notre approche prend en compte ce facteur important et elle permet de mesurer de manière fiable et robuste les modules élastiques en surface du matériau vierge et vieilli thermiquement.

La méthode expérimentale d'indentation et d'analyse développée au cours de ces travaux permettent de mesurer les modules d'indentation identiques à l'échelle de l'essai de traction et de l'essai d'indentation instrumentée. De plus, après vieillissement thermique, une corrélation entre les états de surface et la déviation entre les modules aux deux échelles est réalisée, voir Figure 1.

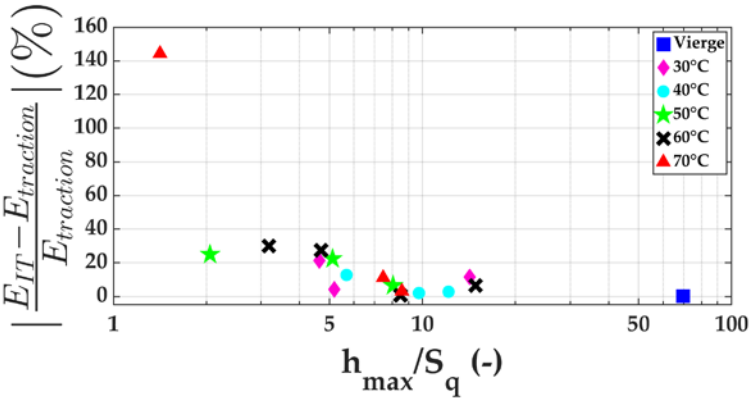


Figure 1: Influence de l'état de surface après vieillissement sur l'écart de modules mesuré par traction uniaxiale et par indentation instrumentée

La méthodologie développée a permis d'observer, qu'après vieillissement thermique, des gradients de modules apparaissent sur la surface exposée. Ce résultat est essentiel dans la compréhension des mécanismes de vieillissement de ce matériau à l'air libre et montre que l'indentation instrumentée des élastomères souples est robuste en connaissant l'état de surface des échantillons caractérisés.

De plus, les essais cycliques ont permis d'attribuer les aires de boucles en indentation à la manifestation de l'effet Mullins, commun pour les élastomères chargés, mais peu investiguée à l'échelle de l'essai d'indentation instrumentée.

MOTS-CLES : Indentation, PDMS, Effet Mullins, Vieillissement

REFERENCES

Boots J.N.M, et al. Quantifying bond rupture during indentation fracture of soft polymer networks using molecular mechanophores. *Physical Review Materials*, 2022, 2, 6, p. 025605.

Indentation de surfaces rugueuses

Yvan Marthouret[1(*)], Alex Montagne[1], Maxence Bigerelle[1]

[1] Université Polytechnique Hauts-de-France, UMR 8201, Laboratoire d'Automatique, de Mécanique et d'Informatique Industrielles et Humaines (LAMIH), 59300 Valenciennes, France

[(*)]*Email : yvan.marthouret@uphf.fr*

RESUME

Habituellement, la nanoindentation est appliquée à des surfaces polies afin d'analyser les résultats avec le modèle traditionnel [1] qui s'appuie sur la mesure de la profondeur de pénétration de la pointe dans le matériau, mesure qui est fortement perturbée par la présence de rugosité. Cependant, le polissage est parfois un non-sens lors de l'étude de couches minces ou d'échantillons présentant un traitement de surface [2]. Parmi les différents cas d'indentation rugueuse présentés dans [3], notre étude se concentre sur une rugosité (Sa ou Sq) d'un ordre de grandeur proche de la profondeur de l'empreinte comme montrée sur la Fig. 1a). Une approche statistique de l'indentation, Fig. 1 b), permet de voir l'erreur sur les surfaces rugueuses avec l'utilisation du modèle de [1]. Elle est due à l'impossibilité de relier la profondeur d'empreinte au déplacement de l'indenteur. Nous nous interrogeons donc sur la possibilité de retrouver la dureté nominale du matériau malgré la rugosité en utilisant d'autres informations apportées par l'essai (raideur) ainsi que des indentations complémentaires (mode CMX, géométries de pointe…).

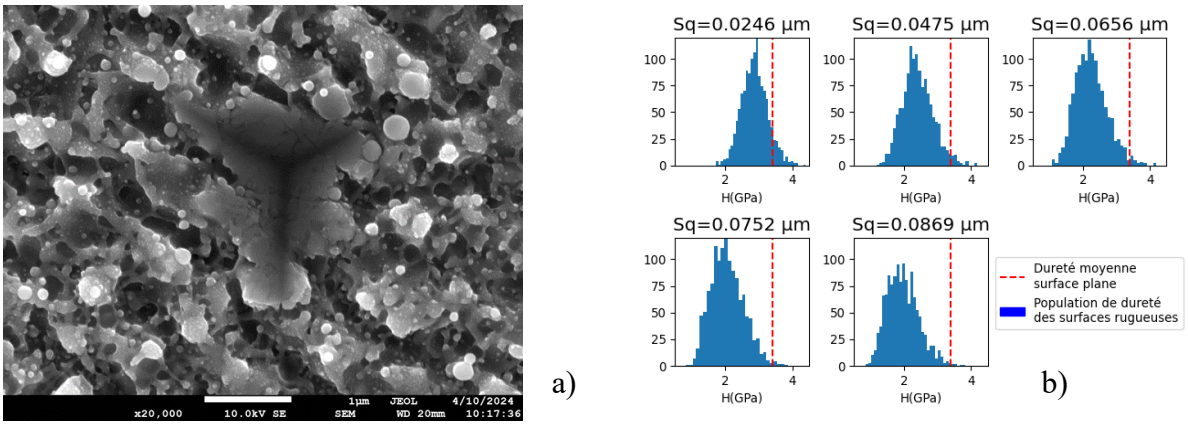


Figure 1 a) Image MEB d'une empreinte sur surface rugueuse
b) Populations de dureté sur différentes surfaces rugueuses

MOTS-CLES : Indentation, Rugosité, Surface

REFERENCES

[1] Oliver, W.C., Pharr, G.M., An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.* **7**: 1564–1583, 1992.

[2] Xiao, Lanlan Wu, Jing Luo, Liehong Zhou, Mechanical response of thin hard coatings under indentation considering rough surface and residual stress, *Diamond and Related Materials* **108**: 107991, 2020

[3] Marteau, J., Bigerelle, M., Toward an understanding of the effect of surface roughness on instrumented indentation results, *J. Material Science* 52: 7239 – 7255, 2017

Nouvelle géométrie de micropilier pour des essais à très haute vitesse de déformation

Benedicte ADOGOU[1(*)], Gaylord Guillonneau[2], Guillaume Kermouche[1], Sergio Sao Joao[1]

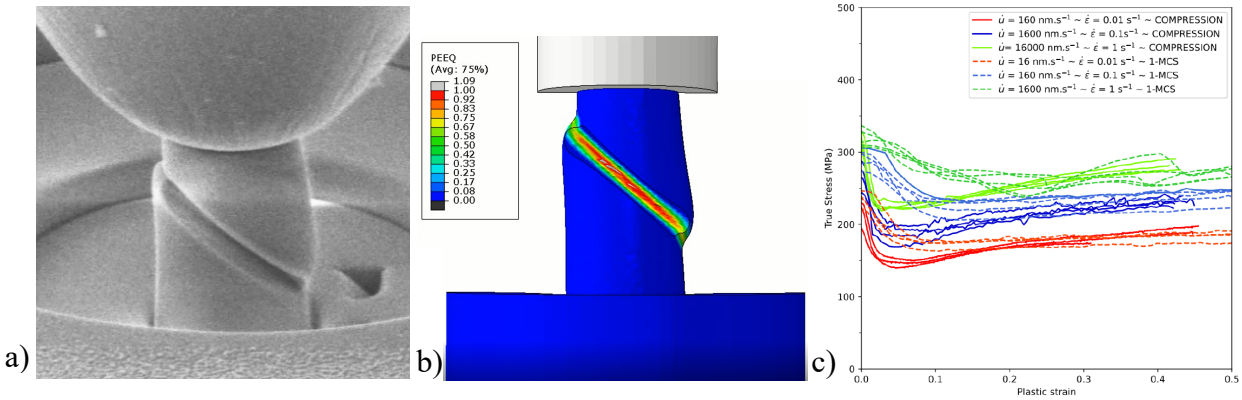
[1] Laboratoire George Friedel (LGF), Ecole de Mines de Saint-Etienne, Saint-Etienne, France

[2] Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes (LTDS), Ecole Centrale de Lyon, Lyon, France

(*) *Email : benedicte.adogou@emse.fr*

RESUME

Le travail réalisé dans cette étude propose une nouvelle géométrie de pilier permettant de démultiplier la vitesse de déformation lors d'un essai. La géométrie du pilier de microcisaillement nommée 1-MCS consiste en un pilier standard de microcompression sur lequel on usine une rainure dans le but de localiser la déformation. La technique a été validée par des essais sur la silice amorphe, où les données expérimentales et les simulations numériques ont confirmé la localisation de la déformation dans la rainure et une prédominance de la déformation en cisaillement. Une application ultérieure sur du sélénium amorphe a démontré la capacité de cette méthode à permettre d'atteindre des vitesses de déformation plus élevés que celles obtenues avec des géométries standards. Dans le même temps, le mode de déformation en cisaillement favorisé par cette géométrie offre une plateforme robuste pour explorer les propriétés liées au cisaillement dans les matériaux à l'échelle microscopique.



a) Pilier de microcisaillement en compression. b) Simulation numérique de l'essai de microcisaillement. c) Comparaison des résultats en microcompression et microcisaillement sur le sélénium amorphe.

MOTS-CLES (5 Maxi)

Pilier de microcisaillement, vitesse de déformation, propriétés mécaniques.

REFERENCES

Avraham Dorogoy, Daniel Rittel, A Godinger. Modification of the shear-compression specimen for large strain testing. *Experimental mechanics 55*, 2015, pp. 1627–1639.

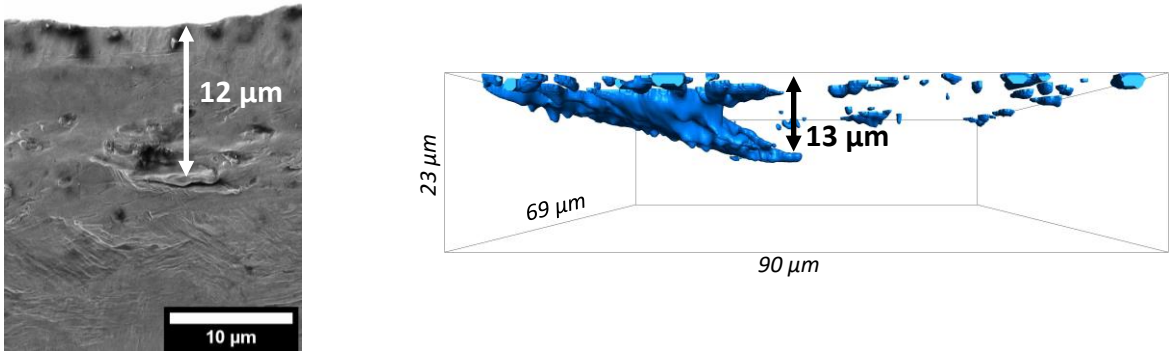
Gaylord Guillonneau, Sergio Sao Joao, Benedicte ADOGOU, Simon Breumier, Guillaume Kermouche. Plastic flow under shear-compression at the micron scale-application on amorphous silica at high strain rate. *Journal of Materials*, 2022, pp. 2231–2237.

Modélisation expérimentale de l'endommagement par cavitation à l'aide d'essais de nano-indentation répétés

Julien Hofmann[1,2(*)], Mélanie Prost[1], Théophile Hourdou[1], Sylvain Gaudion[3], Pierre Lhuissier[1] et Marc Fivel[1]

[1] Université Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, SIMaP, Grenoble, France
[2] Université Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, LEGI, Grenoble, France
[3] Laboratoire General Electric Advanced Technology, Grenoble, France

La cavitation est le phénomène par lequel un liquide se transforme en vapeur en raison d'une chute de pression en dessous de la pression de vapeur saturante[1]. L'implosion des bulles de cavitation près d'une surface est associée à un phénomène local et violent dans lequel la contrainte peut atteindre plusieurs gigapascals[1], avec une vitesse de déformation proche de 10^6 s^{-1}. Si la contrainte générée par l'implosion est supérieure à la limite d'élasticité du matériau, une déformation plastique, appelée *pit*, se forme à la surface. Nous avons précédemment montré[2,3], à l'aide de tomographie synchrotron aux rayons X, que dans un acier inoxydable martensitique X4CrNiMo16-5-1 exposé à la cavitation, les fissures s'amorcent de la surface vers le volume puis bifurquent à une profondeur comprise entre 9 et 13 µm. L'objectif de cette étude est de proposer une nouvelle méthode permettant de modéliser expérimentalement l'endommagement causé par la cavitation. Des essais ont été menés sur une machine Anton Paar (NHT3, Suisse) à l'aide d'une pointe sphérique de rayon 14 µm avec une force maximale de 53,56 mN afin de correspondre à la profondeur moyenne résiduelle des *pits* (188 nm). La surface a été pavée par des indentations à la manière d'un empilement ABC cubique face centrée pour s'assurer de la couverture de la surface. L'empilement ABC a été renouvelé 40 fois pour reproduire la répétition des implosions des bulles de cavitation. La Figure 1(a) montre une observation MEB dans le volume avec la présence d'une fissure après les essais d'indentation répétés. La Figure 1(b) montre une représentation 3D, issue d'un scan par tomographie aux rayons X, d'une fissure dans le volume après 90 min d'exposition à la cavitation.



(a) (b)

Figure 1. (a) Observation MEB en coupe d'une fissure après les essais de nano-indentation. (b) Représentatrion 3D d'une fissure dans le volume après 90 min d'exposition à la cavitation.

Des découpes FIB (*Focused Ion Beam*) sont en cours pour reconstruire le réseau de fissures dans le volume. Ces expérimentations permettraient de reproduire l'endommagement provoqué par la cavitation via un essai mécanique conventionnel et d'élucider la raison de la profondeur de bifurcation des fissures.

MOTS-CLES : cavitation, nano-indentation répétés, haute vitesse de déformation

REFERENCES

1. Franc, J.-P. & Michel, J.-M. *Fundamentals of Cavitation*. vol. 76 (Springer science & Business media, 2006).
2. Hofmann, J. Caractérisation et modélisation des mécanismes d'endommagement des matériaux par la cavitation. (University Grenoble Alpes, 2024).
3. Hofmann, J. *et al.* Comparison of acoustic and hydrodynamic cavitation: Material point of view. *Phys. Fluids* **35**, 017112 (2023).

(*)*Email : julien.hofmann@grenoble-inp.fr*