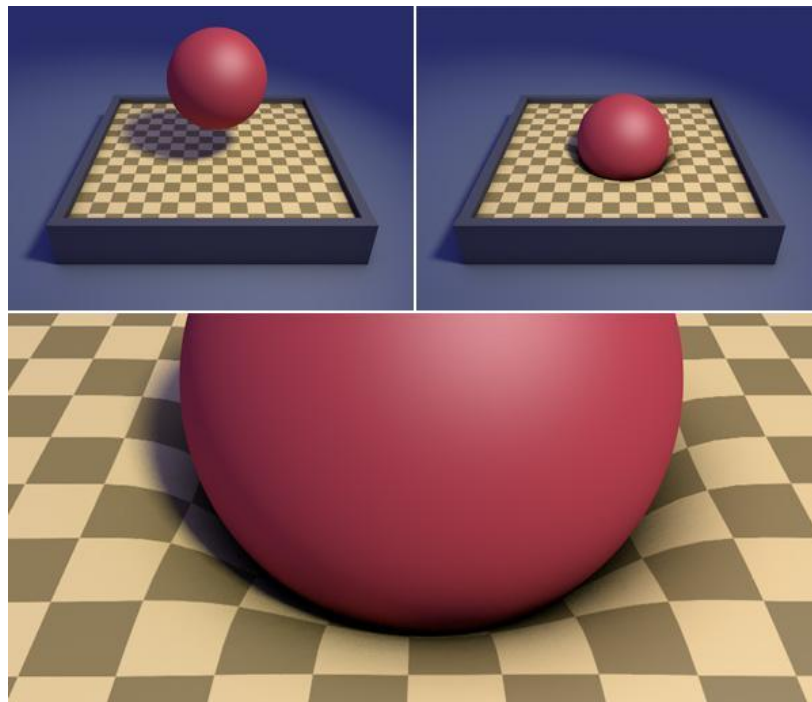


**BARATIN** Gaëtan  
**CHIFFOLEAU** Maxime  
**LEANDRE-CHEVALIER** Victor  
**LACERDA SANTOS NETO** Antonio

**3SGM**  
Groupe 4.2

## Analyse de l'essai d'indentation sphérique

Guide d'utilisation



<http://nycppnews.com/reviews/joe-herman-reviews-cinema-4d-version-13/>

Projet d'informatique

-

Mars-Juin 2015

Professeur référent : Morthomas Julien  
Responsable du projet : Meille Sylvain

# **Table des matières**

Table des matières

I. Théorie scientifique de la nanoindentation

II. Fonctionnement du script

III. Comment utiliser ce programme

La première interface

La deuxième interface

La troisième interface

La quatrième interface

La cinquième interface

IV. Les critiques

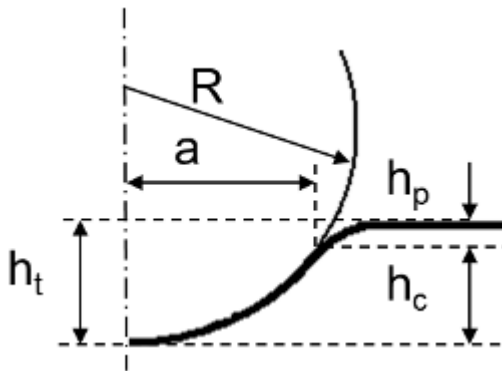
V. Contacts

## I. Théorie scientifique de la nanoindentation

Lorsque l'on mesure les caractéristiques des matériaux comme la dureté, si la charge appliquée sur l'indenteur est trop forte, la déformation du substrat peut fausser les mesures. Une solution à ce problème est d'enfoncer très peu l'indenteur : c'est ce qu'on appelle la nanoindentation.

La charge appliquée est de l'ordre de la dizaine de micronewtons, pour un enfoncement ne dépassant pas quelques micromètres. Les essais de nanoindentation permettent d'accéder à de nombreuses variables utiles. Notre programme se concentrera sur le calcul du module d'Young et de la dureté du matériau.

Les pointes triangulaires ou polyédriques type Berkovich ou Vickers sont les plus utilisées, mais les essais que nous étudierons seront effectués avec une pointe d'indentation sphérique. En effet, ces derniers s'enfoncent moins profondément dans l'échantillon, leur comportement est donc bien élastique pour de faibles charges. Comme il n'y a pas d'arêtes, l'essai d'indentation est également moins susceptible de générer des fissures dans le matériau.



Pour pouvoir calculer la dureté  $H$  et le module d'Young  $E$ , il faut tout d'abord trouver l'aire de contact.

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

Où  $P$  est la charge appliquée sur l'indenteur,  $h_{\max}$  l'enfoncement maximal et  $\varepsilon$  un paramètre traduisant la géométrie de la pointe. Pour une pointe sphérique, il vaut 0.75.

Une fois que l'on a obtenu la valeur de l'enfoncement linéaire  $h_c$ , on peut accéder à la valeur de l'aire de contact  $A_c$  à l'aide de la formule suivante :

$$a = (2Rh_c - h_c^2)^{\frac{1}{2}} \text{ puis } A_c = a^2\pi$$

A partir de l'aire de contact, on remonte facilement aux valeurs du module d'Young et de la rigidité. La rigidité mesurée est celle de tout le système, c'est-à-dire celle de l'échantillon et celle de la machine. On a  $\frac{1}{S_{\text{matériau}}} + \frac{1}{S_{\text{machine}}} = \frac{1}{S_{\text{total}}}$ . Comme la rigidité

$S_{\text{machine}}$  est inconnue, il faut calibrer l'essai à l'aide de matériaux dont on connaît le module d'Young. On mesure  $S_{\text{total}}$  en effectuant l'indentation, et on connaît  $S_{\text{matériau}}$ . On en déduit alors la valeur de  $S_{\text{machine}}$ .

## II. Fonctionnement du script

Après que l'utilisateur a choisi les différents fichiers / feuilles et réglé les paramètres dans la première interface, le programme commence à traiter les données.

*Remarque : Comme les feuilles et fichier sont des phrases, donc des matrices dans Matlab, on a enregistré les fichiers dans deux cellules à  $n$  lignes et 1 colonne (afin de faciliter la manipulation des données). Les premiers correspondent à l'échantillon et la deuxième à la calibration. On peut avoir plusieurs feuilles pour un même fichier : les feuilles sont donc enregistrées dans deux cellules de  $n$  lignes et 1 colonne qui contiennent des cellules de  $p(n)$  lignes et 1 colonne. On peut alors facilement associer les feuilles à leur fichier respectif*

Tout d'abord, on va récupérer les quatre premières colonnes des feuilles de chaque fichier Excel pour l'échantillon qui ont été fournies. Comme il peut y avoir des valeurs trop grandes pour la raideur ou des valeurs nulles, on va les supprimer. Pour la raideur, nous avons imposé  $S < 10^{10}$ . Les valeurs plus grandes sont supprimées.

On supprime également les rayons de contact qui ne vérifient pas  $H_c > 300nm$ , car on ne peut pas appliquer la correction au rayon de contact pour les points qui ne respectent pas cette condition. En effet, si on regarde la courbe  $R(H_c)$  on voit que les premiers points ont un comportement complètement différent de ceux situés à une abscisse de plus de 300nm. Notons que cela peut supprimer un grand nombre de données : pour la Silice, l'échantillon utilisé pour ce programme, on supprimait environ 1000 points sur 1300. Ce tri est cependant obligatoire pour respecter les conditions imposées par l'énoncé.

Dans la deuxième interface, on demande à l'utilisateur de choisir un  $S_{machine}$ . Il doit modifier manuellement la valeur de  $S_{machine}$  jusqu'à ce qu'il arrive à un résultat satisfaisant. On applique la  $S_{machine}$  pour trouver le  $S_{matériau}$  en utilisant la formule suivante :

$$\frac{1}{S_{total}} = \frac{1}{S_{machine}} + \frac{1}{S_{matériau}}$$

L'utilisateur doit avoir choisi au moins un  $S_{machine}$  par feuille du fichier de calibration. Dans le cas où il choisit plusieurs, on fait une moyenne. Pour être sûr que tout a bien fonctionné, on affiche dans une autre interface les courbes pour toutes les feuilles de calibration avec la raideur corrigée et une courbe avec la raideur non corrigée. Cela permet de confirmer la validité du  $S_{machine}$  choisi.

*Remarque : Avant d'afficher les courbes pour confirmer la sélection de  $S_{machine}$ , nous avons créé un code qui peut affiner la valeur de cette constante. Comme celui-ci ne fonctionne pas bien, il n'est pas utilisé par le programme.*

Le programme va ensuite charger les données pour l'échantillon en utilisant le lien que l'utilisateur a fourni dans la première fenêtre. Il calcule le rayon de contact pour l'échantillon de la même façon que pour la calibration (Cf. Théorie scientifique présentée dans le rapport)

Le programme applique ensuite le  $S_{machine}$  qui a été sélectionné et affiche dans la quatrième interface les courbes suivantes :

- Une courbe avec la valeur non corrigée de la raideur en fonction du rayon de contact
- Une courbe avec les valeurs corrigées mais qui ne passent pas par l'origine
- Une troisième avec les valeurs corrigées et décalée de façon à ce qu'elle passe par l'origine
- Une droite qui passe par l'origine et a comme pente la pente moyenne de la courbe de raideur corrigée en fonction du rayon de contact.

On affiche toutes ces courbes pour que l'utilisateur puisse facilement savoir s'il y a eu un problème dans une des étapes précédentes. Cela permet d'être bien sûr que les résultats intermédiaires sont corrects. Il est possible d'enregistrer ces courbes..

On peut aussi calculer le module d'Young si l'utilisateur connaît le coefficient de Poisson du matériau. La valeur obtenue dans notre programme est fausse à cause d'une erreur dans la fonction qui va récupérer la pente de la courbe. (On a une valeur négative pour le module d'Young, de l'ordre de  $10^{12}$  ). (Cf. Paragraphe "Critiques" du rapport)

La dernière interface va afficher la moyenne de la valeur du module d'Young associé à chaque fichier, ce qui permettra d'avoir une valeur correcte pour chaque échantillon (Ici on suppose que le code pour calculer le module d'Young fonctionne et que vous avez utilisé le même échantillon pour les feuilles d'un même fichier). Le programme affiche la courbe de  $H = f(\frac{a}{R})$  en utilisant les valeurs de la raideur décalées et corrigées par le  $S_{machine}$ .  $a$  est le rayon de contact corrigé et  $R$  le rayon équivalent de la sphère.

### III. Comment utiliser ce programme

Pour bien commencer :

- Commencez par vérifier que vous avez bien Matlab sur votre ordinateur
- Ensuite, ouvrez puis double cliquez sur le fichier “**main**” pour ouvrir l’interface graphique.

Les boutons de langue vous permettent de choisir la langue que vous souhaitez utiliser pour ce programme.

Le bouton “**Aide**” permet d’accéder à la notice du programme.

Ce programme comporte cinq interfaces.

#### La première interface

The screenshot shows the 'Etalonnage et raideur' software interface. It features a menu bar with options: File, Edit, View, Insert, Tools, Desktop, Window, and Help. A title bar is at the top. The main window contains several interactive elements: a button labeled 'Aide' in the top left; language selection buttons 'Uk' and 'Fr' in the top right; and a central area with the title 'Etalonnage et raideur'. This central area includes buttons for 'Sélectionnez votre fichier Excel de données', 'Sélectionnez les feuilles', and 'Ajouter un étalon'. Below these are two rows of material selection options, each with a dropdown menu (showing 'Si' and 'W') and buttons for 'Ajouter un matériau' and 'Valider matériau'. A section for the current area function shows the formula  $370.91 \cdot (hc^{0.15509})$  and a 'Changer de fonction d'aire' button. There are also input fields for 'Si vous connaissez déjà Smachine, veuillez rentrer la valeur : 0' and 'Vous pouvez rentrer manuellement le paramètre traduisant la géométrie de la pointe epsilon 0.75'. At the bottom right are buttons for 'Voir les fichiers/feuilles', 'Supprimer fichiers/feuilles', and 'Suivant'.

Elle permet de sélectionner les fichiers que l’on va étudier pour réaliser la calibration.

Veillez suivre les étapes suivantes:

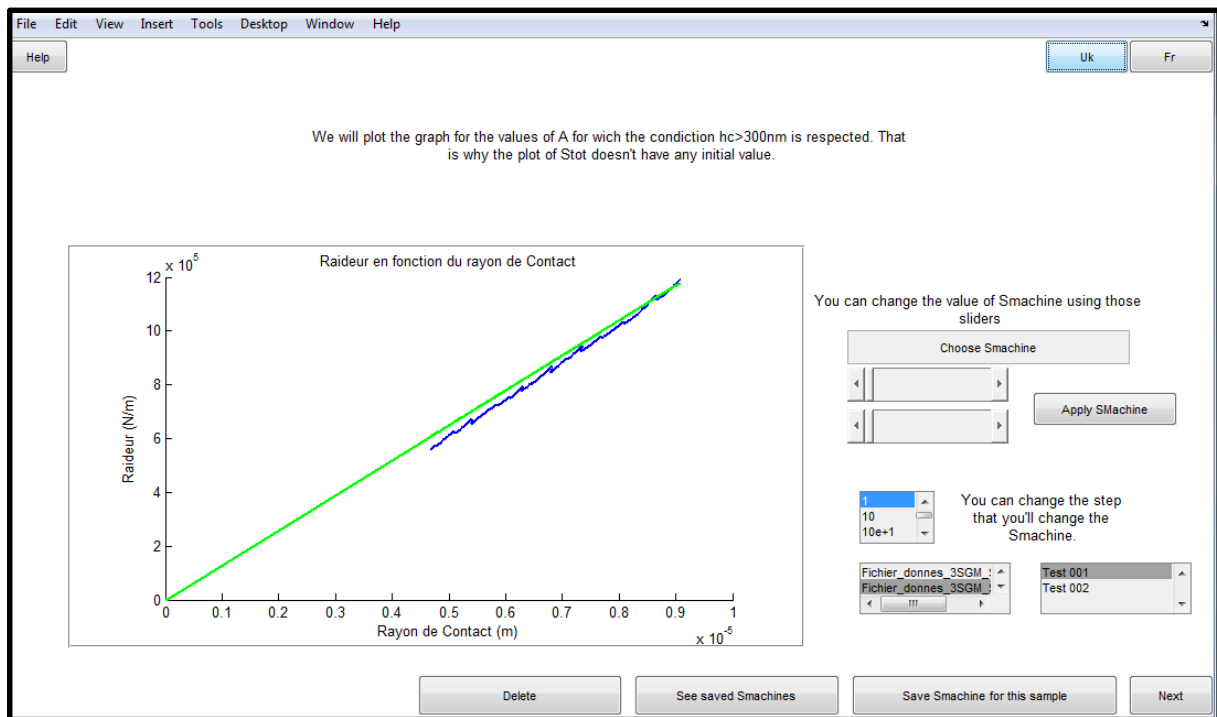
1. “**Sélectionnez votre fichier Excel de données**” vous permet de sélectionner les documents Excel pour la “**Calibration**” (silice par exemple) et l’ “**échantillon**” étudié (BioloX par exemple).
2. “**Sélectionnez les feuilles**” vous permet de choisir le nombre de feuilles de données du fichier Excel sélectionné et également de pouvoir les renommer à votre guise.

3. Sélectionnez maintenant le matériau étalon pour la calibration et le matériaux de notre échantillon.
  - a. Vous pouvez utiliser le bouton **“Ajoutez un étalon”** qui vous permet d’ajouter un matériau qui n’est pas dans les listes proposées. Vous rentrez ici son module d’Young , son coefficient de poisson et son nom.
  - b. Le bouton **“Ajoutez un matériaux indenteur”** vous permet d’ajouter un matériau qui n’est pas dans les listes proposées.

Pour bien valider vos choix il suffit d’appuyer deux fois sur le nom du matériau dans la barre de défilement. Vous pouvez également utiliser les boutons **“Valider la sélection de calibration”** et **“Valider la selection de l’indenteur”**.
4. **“Changer de fonction d’aire”** vous permet d’utiliser les coefficients qui vous conviennent pour modifier cette fonction comme vous le souhaitez.
5. **“Voir les fichiers/feuilles”** vous permet de visualiser les fichiers et les feuilles choisis.
6. **“Supprimer les fichiers/feuilles”** vous permet de visualiser les fichiers et les feuilles choisis.
7. **“ Si vous connaissez déjà  $S_{machine}$ , fournir la valeur ici”** vous permet d’utiliser une valeur d’ $S_{machine}$  que vous avez calculée avant.  
Si vous écrivez une valeur dans cette case vous n’avez pas besoin de fournir un fichier de calibration et le logiciel va aller directement vers l’interface 4.
8. **“Ceci est la valeur traduisant la géométrie de la pointe ”** vous permet de modifier la constante liée à la géométrie de la pointe. Le valeur par défaut est celle d’une sphère, donc 0.75.
9. **“Suivant”** vous permet de passer à la page suivante du programme.

Les fichiers sélectionnés et les éléments choisis s’affichent sur la droite.

## La deuxième interface



Elle permet de trouver la rigidité de l'appareil  $\square\square\square\square\square\square$  en demandant à l'utilisateur d'aligner la courbe expérimentale avec une régression linéaire théorique.

Après avoir rentré une valeur la rigidité de l'appareil  $S_{machine}$  (environ 35 000 000 dans notre cas), on peut l'affiner en utilisant les barres de défilements qui se trouvent dessous. Les deux boutons de celle du haut permettent d'incrémenter la valeur alors que les deux boutons de celle du bas permettent de réduire la valeur.

Pour affiner la valeurs on peut utiliser les calibres situés juste en dessous.

Vous pouvez maintenant choisir quel test regarder dans quelle feuille avec les menus défilants.

N'oubliez pas d'appuyer sur **“Appliquer  $S_{machine}$ ”**

**“Voir  $S_{machine}$  enregistrées”** permet de voir les valeurs de  $S_{machine}$  que vous venez d'enregistrer.

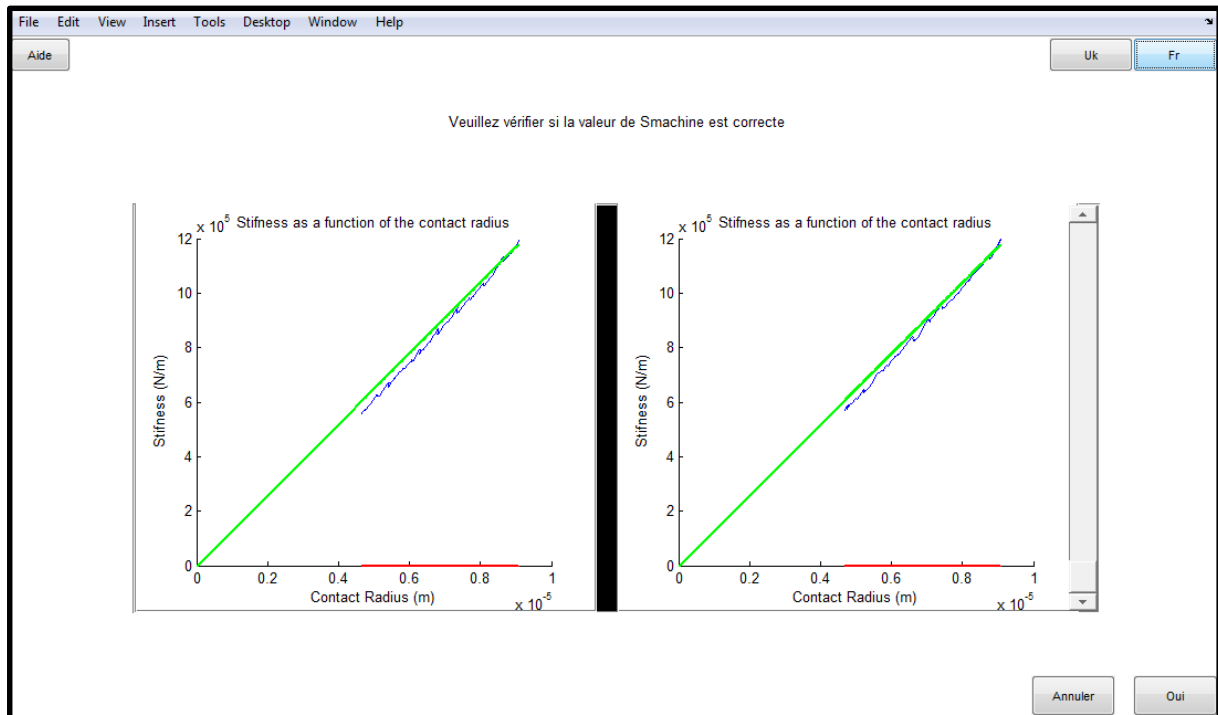
**“Supprimer”** permet d'effacer une valeur choisie en double cliquant dessus.

**“Enregistrer  $S_{machine}$  pour cet échantillon”** vous permet d'enregistrer une image du graphique sous le format désiré.

Appuyez sur **“Suivant”** pour passer à la page suivante.



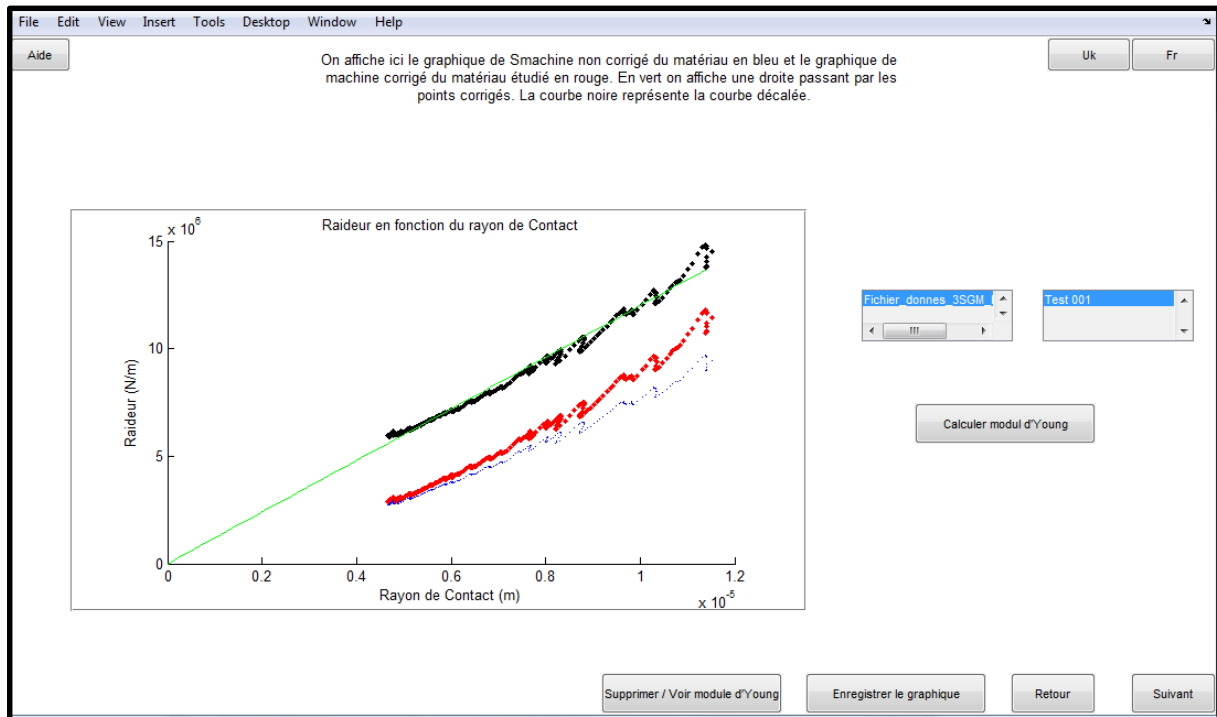
## La troisième interface



Ici vous pouvez vérifier si la valeur de  $S_{machine}$  choisie vous plaît. Il s'affiche les graphiques de  $S_{machine} = f(a)$  pour les différents échantillons. Vous pouvez les faire défiler en utilisant la barre de défilement.

Cliquez sur “**Oui**” si ça vous convient. Sinon, cliquez sur “**Non**” et vous pourrez revenir à la page précédente.

## La quatrième interface



On a sur cette page un résumé de nos courbes.

- Le graphe **bleu** est la raideur non corrigée ( $S_{machine}$  non prise en compte)
- Le graphe **rouge** est la raideur corrigée.
- La droite **verte** est celle qui passe par zéro et a la même pente que celle en rouge. Elle correspond à une approximation linéaire de la courbe corrigée.
- Le graphe en noir est la courbe rouge décalée pour qu'elle passe par zéro.

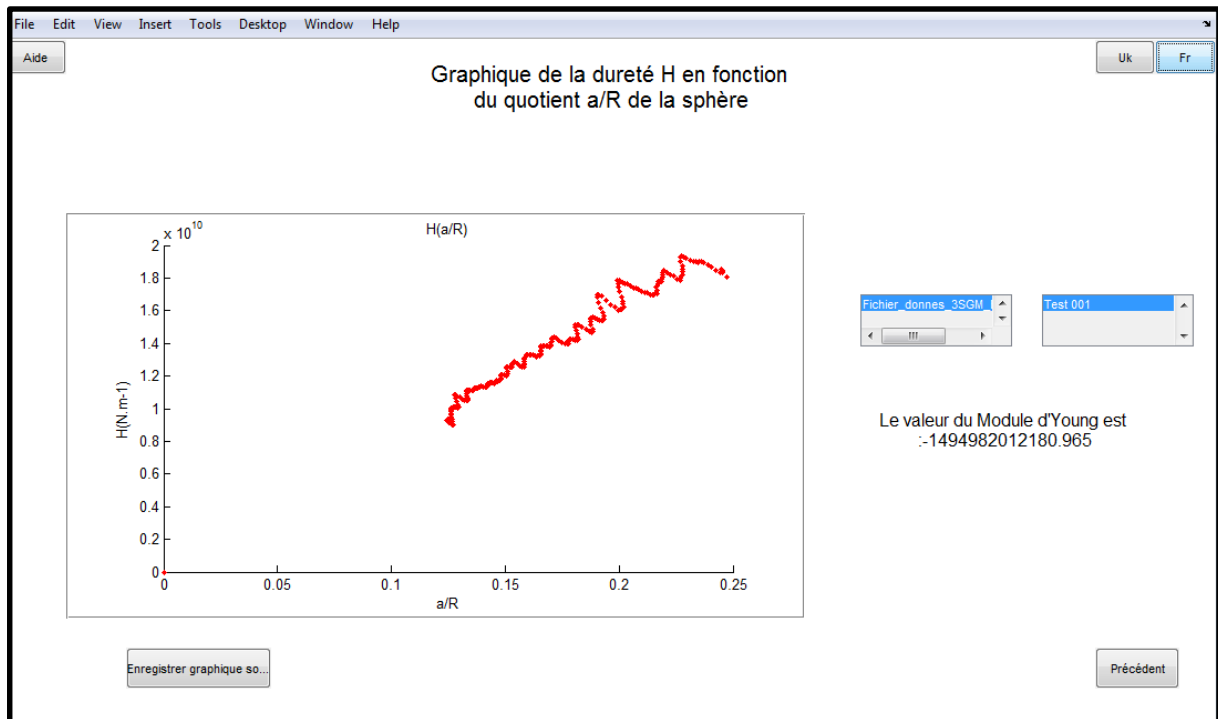
En cliquant sur “**Calculer le module d’Young**”, le module d’Young correspondant à notre échantillon s’affiche. Pour pouvoir le calculer il faut fournir le coefficient de poisson.

“**Supprimer/Voir Young**” vous permet de supprimer un module d’Young en double cliquant dessus.

“**Enregistrer le graph**” vous permet d’enregistrer une image du graphique sous le format désiré.

Cliquez sur “**Suivant**” pour passer à la dernière page.

## La cinquième interface



Cette dernière page vous affiche le graphique de  $H=f(a/R)$  et le module d'Young associé à chaque fichier Excel. Pour déduire cette valeur le programme réalise la moyenne des valeurs fournies par les feuilles.

Vous pouvez ici choisir la feuille et le test que vous désirez.

**“Enregistrer le graphe sous”** vous permet d’enregistrer une image du graphique sous le format souhaité.

**“Précédent”** vous permet de revenir en arrière. Vous pouvez également quitter le programme.

## **IV. Les critiques**

Le plus grand problème lié à ce programme réside dans la classe qui va calculer le module d'Young. Le problème intervient lors du calcul de la pente de la courbe. En utilisant la pente du groupe de Sylvain, notre programme fonctionnait bien (le module d'Young est du bon ordre de grandeur). Sachant qu'aucun problème n'intervient pour le calcul de  $S_{\text{machine}}$  ou pour la correction qui est appliquée sur les données de BioloX, on en déduit qu'il doit y avoir un problème lié à la sélection des données qui seront utilisées par la fonction Polyfit lors du calcul du Module d'Young effectif. En vérifiant la matrice provenant de la fonction Polyfit nous n'avons pas pu détecter d'erreur dans les données. Nous imaginons donc qu'il n'y a pas d'erreur liée au traitement réalisé précédemment (pour enlever les valeurs nulles). L'erreur est peut être liée aux points que nous avons sélectionnés dans la courbe.

Nous avons parfois rencontré un deuxième bug. Selon la façon dont on sélectionne les différents fichiers / feuilles il arrive que certaines feuilles ne s'affichent plus. Ce problème provient peut être du fait que deux variables possèdent le même nom. Quand l'une est appelée peut être que l'autre l'est aussi.

Nous avons voulu rajouter différentes fonctionnalités qui n'étaient pas demandées afin de faciliter et clarifier l'utilisation de ce programme. L'utilisateur peut alors choisir entre deux langues (anglais ou français). On peut travailler avec un nombre « illimité » d'échantillons et de calibration. Nous avons alors fait en sorte de pouvoir ajouter de nouveaux matériaux échantillons et de calibration caractérisés par leur module d'Young et leur coefficient de Poisson.

On peut aussi modifier la fonction de profondeur. Nous avons aussi créé deux autres fonctions ("equationRayonpetit" et "calculerRayonPetit") qui peuvent retrouver les équations liées aux valeurs des petits rayons de contact et d'appliquer cette nouvelle correction dans l'échantillon. Nous avons réalisé ceci grâce à une méthode qui utilise le même principe qu'une intégrale. On divise la partie de la courbe liée aux petits rayons de contact et on trace de petits morceaux de droite sur chaque intervalle. Comme ces deux fonctions ont été rajoutées à la fin du projet, nous n'avons pas eu le temps de les tester.

Une troisième fonction ("retrouverSmachineprecis") a été ajoutée mais elle ne semble pas bien fonctionner. Elle est censée retrouver une valeur plus exacte de  $S_{\text{machine}}$  après avoir reçu une valeur grossière de l'utilisateur. Le problème est que si on applique la valeur de  $S_{\text{machine}}$  retrouvée par cette fonction dans la Silice, cette valeur est tellement haute que la courbe de la Silice n'est alors pas modifiée (1/quelque chose de très grand).

Nous désirions ajouter une fonction qui permettait à l'utilisateur d'enregistrer les matrices associées à chaque échantillon dans un fichier Excel, cependant, nous n'avons pas eu le temps de faire cela.

## **V. Contacts**

Élèves (3SGM) qui ont mené ce projet:

- Antonio Lacerda Santos Neto: [antonio.santos-neto@insa-lyon.fr](mailto:antonio.santos-neto@insa-lyon.fr)
- Maxime Chiffolleau: [maxime.chiffolleau@insa-lyon.fr](mailto:maxime.chiffolleau@insa-lyon.fr)
- Gaetan Baratin: [gaetan.baratin@insa-lyon.fr](mailto:gaetan.baratin@insa-lyon.fr)
- Victor Léandre-Chevalier: [victor.leandre-chevalier@insa-lyon.fr](mailto:victor.leandre-chevalier@insa-lyon.fr)

Professeurs référents:

- Julien Morthomas: [julien.morthomas@insa-lyon.fr](mailto:julien.morthomas@insa-lyon.fr)
- Sylvain Meille: [sylvain.meille@insa-lyon.fr](mailto:sylvain.meille@insa-lyon.fr)