

Simulation numérique de la nano-indentation d'un tri-couche polymère à application optique

Chi-Thanh NGUYEN (U.P.M.C)

(juin-novembre 2009)

Encadré par :

- M. Eric FELDER (C.E.M.E.F)
- M. Alain BURR (C.E.M.E.F)
- M. Mickael JOINET (Essilor)
- M. Sébastien CHATEL(Essilor)

Confidentiel

Remerciements

Je tiens à remercier tout d'abord Mr Eric FELDER. Il est à la fois mon professeur et mon « chef ». Il m'apprend, m'encadre tout en laissant la liberté d'évoluer. Je reconnais avoir beaucoup de chance d'avoir travaillé avec une telle personne compétente.

Je remercie à tous mes professeurs à l'université Pierre et Marie Curie, non seulement pour leurs cours intéressants, mais aussi pour la passion communicative avec laquelle ils les dispensent.

Je remercie Institut Carnot MINES, l'Ecole des Mines de Paris (MINES ParisTech) et Essilor, les établissements et les personnels qui m'ont accueilli, m'ont permis de travailler dans de bonnes conditions. Mr Alain BURR et Mr Patrick COELS qui m'ont donné des conseils sur l'orientation, la méthode de travail, MM. Mickael JOINET et Sébastien CHÂTEL qui ont suivi mon travail, m'ont fourni des données expérimentales, M. CHÂTEL me faisant l'honneur d'assister à ma soutenance.

Collaboration

Ce stage met en jeu trois organismes que nous allons présenter brièvement.

Formation Master U.P.M.C

L'Université Pierre et Marie Curie propose dans sa formation Master de *Mathématiques et Applications* la spécialité « Mathématiques de la Modélisation, parcours Analyse Numérique et Equations aux Dérivées Partielles » (M2-ANEDP). Ce parcours vise à former des chercheurs en mathématiques appliquées susceptibles de faire carrière dans l'enseignement supérieur et dans la recherche ou des ingénieurs mathématiciens maîtrisant tous les aspects du calcul scientifique moderne et destinés à exercer dans les bureaux d'études industriels ou dans les sociétés de service en calcul scientifique.

Le Laboratoire C.E.M.E.F

Le Centre de Mise en Forme des Matériaux est l'un des centres de recherche de Mines-ParisTech, associé au CNRS. Les domaines d'expertise du C.E.M.E.F couvrent les procédés et les opérations de transformation des matériaux. Les études abordent les différentes classes de matériaux (métaux, polymères, composites, verres, cristaux liquides, céramiques...) et leurs évolutions lors de la mise en forme (microstructure, rhéologie, comportement), l'impact de ces transformations sur leurs propriétés d'emploi et les problèmes d'interface entre le matériau et les outils (tribologie).

L'Entreprise ESSILOR SA

ESSILOR est le leader mondial de l'optique ophtalmique. Le groupe met tout son potentiel humain et technologique au service d'un seul produit : le verre organique (à base de polymère). Le domaine d'expertise de R&D Essilor est d'une part basé sur la conception (*design*) de verres, c'est-à-dire leur géométrie et leurs propriétés optiques, notamment celle des verres progressifs, qui prend en compte des critères physiologiques, géométriques et ergonomiques. De l'autre, elle étudie les matériaux et les traitements, qui font du verre un produit très sophistiqué : un verre comprend en effet un matériau volumique polymère, d'épaisseur de l'ordre du mm, et une succession de films minces, de nature et d'épaisseur très variables. On confère ainsi au verre des propriétés spéciales : verre aminci, photochromique, antireflet, résistant aux rayures,

Le stage

Doté des connaissances en analyse numérique de la formation Master à U.P.M.C, le stagiaire est accueilli et encadré au C.E.M.E.F pour effectuer un stage intitulé : « *L'indentation des tri-couches de verres organiques : Etude numérique et expérimentale* ». Ce dernier fait l'objet d'étude de la R&D Essilor (C. R. Saint Maur), l'entreprise assurant une partie du financement du travail et la fourniture d'échantillons et données expérimentales. Le stage permet au stagiaire d'appliquer ses connaissances éducatives à ses premières expériences professionnelles.

PLAN

NOTIONS ET SYMBOLES	4
ABSTRACT	5
I- PRÉSENTATION DU PROBLÈME	6
LE TRAVAIL DU STAGE :	7
II- LOI DE COMPORTEMENT	8
1. LES ESSAIS RÉALISÉS	8
2. MODÈLE RHÉOLOGIE ANALYTIQUE :	9
3. APPROCHE RHÉOLOGIQUE ELASTO-VISCOPLASTIQUE	9
4. L'ESSAI DE NANO-INDENTATION (5)	10
III- FORGE-SIMULATION NUMÉRIQUE DE NANO-INDENTATION	13
1. PRÉSENTATION DE FORGE (6)	13
2. PARAMÈTRE D'ENTRÉE	14
3. GRANDEURS CALCULÉES	20
IV- SIMULATIONS ET CHOIX DE RHÉOLOGIE	22
1. MONO-COUCHE 1.67	22
2. MONO-COUCHE A415	23
3. MONO-COUCHE ALTIUS 1.5	25
4. BI-COUCHE A415 SUR 1.67	26
5. BI-COUCHE ALTIUS 1.5 SUR SILICIUM	29
6. TRI-COUCHE ALTIUS 1.5-A415-1.67	33
V- CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	40
VI- ANNEXE : COMPARAISON XP-HYSITRON	40
1. CINÉMATIQUES :	40
2. COMPARAISON TRICOUCHE : ALTIUS/A415/1.67	41
3. COMPARAISON BICOUCHE : ALTIUS/Si	42
4. MODÈLES RHÉOLOGIQUES	44
BIBLIOGRAPHIE	45

NOTIONS ET SYMBOLES

e	Epaisseur de primaire.
E	Module d'Young.
h	Pénétration.
h_g	Index d'écrouissage.
H	Epaisseur de vernis.
m	Index de viscosité.
P	Force.
ν	Coefficient de Poisson.
ε	Déformation.
$\bar{\varepsilon}$	Déformation généralisée.
$\dot{\bar{\varepsilon}}$	Vitesse de déformation généralisée.
σ	Tenseur des contraintes.
σ_0	Contrainte d'écoulement plastique.
σ_1	Consistance.
θ	Demi-angle d'indenteur conique.
χ_h	Vitesse de penetration $dh/(hdt)$.

ABSTRACT

The aim of this work is to perform numerical simulation of the nano-indentation test performed on the organic glasses composed of the three main layers: a substrate, a thin primer film (thickness $\sim 1 \mu\text{m}$) and a hard-coat ($\sim 3 \mu\text{m}$). Materials rheology is modeled by elasto-viscoplastic approach. Computed results are analyzed and compared to the experimental results related to indentation performed on the substrate, the bi-layers primer/substrate and hard-coat/silicon and the tri-layer hard-coat/primer/substrate. Some simulations allow to state more precisely the effects of variations of parameters like friction, thickness, rheological parameters... These simulations help Essilor to better understand the mechanical behaviour of the glass and so to improve and optimize their product quality.

I- PRÉSENTATION DU PROBLÈME

Le verre ophtalmique organique est un produit très élaboré et complexe puisqu'il résulte de la superposition de matériaux variés et de nombreux traitements de surface. Outre le substrat, dont le rôle principal est d'assurer la fonction corrective du verre, il est composé d'un empilement de plusieurs couches minces successives. ESSILOR développe et commercialise ces produits depuis de nombreuses années et a ainsi acquis une maîtrise des procédés de mise en œuvre basée essentiellement sur le savoir faire et l'expérience. Elle souhaite désormais identifier les moyens expérimentaux et théoriques qui l'aideront à comprendre les propriétés mécaniques de chaque couche, puis le lien entre les propriétés intrinsèques des couches, celle des interfaces et les propriétés macroscopiques des assemblages obtenus.

Le verre ophtalmique est généralement constitué d'un substrat, d'un primaire d'adhésion anti-choc (élastomère), d'un vernis anti-rayure, puis de couches anti-reflets (d'oxyde zirconium ou de silicium et d'épaisseur comprise entre 40 et 80 nm) et d'une couche anti-salissure très fine (1). On s'intéresse au comportement mécanique de cet assemblage et on ne retient donc que les trois matériaux d'épaisseurs les plus fortes : substrat, primaire, vernis. D'un point de vue mécanique, le vernis a une raideur et une dureté très supérieures aux raideurs et dureté de l'élastomère et même du substrat, mais il est susceptible de se fissurer sous l'effet de tensions et d'élongations excessives. Notre objectif est donc de déterminer l'évolution de l'état de contrainte et déformation du vernis lors de son indentation, essai qui schématiquement simule une agression mécanique durant l'emploi du verre.

C. Combeaud (2) a fait un travail post-doctoral de caractérisation du comportement mécanique des couches (par des essais de DMTA, traction, compression, nano-indentation) à 20°C. Dans tous les cas, la nano-indentation est la technique principale d'étude, l'application des moyens classiques étant difficile ou impossible pour les films. L'étude porte sur les trois matériaux suivants :

- **Le substrat** thermodurcissable est un polythiouréthane (référéncé **1.67**). Le matériau est disponible comme bi-plans d'épaisseurs pouvant aller de 200 μm à plusieurs mm. Plusieurs méthodes de caractérisation ont été abordées : la D.M.T.A (rhéologie fréquentielle pour caractérisation viscoélastique à très petites déformations), la traction et la compression en grandes déformations, la nano-indentation. Le module élastique, la contrainte d'écoulement et sa sensibilité à la vitesse de déformation ont été estimés et comparés dans ces différentes expériences.
- **Le Primaire** anti-choc en polyuréthane (référéncé **A415**) déposé sur le substrat en couche d'épaisseur de l'ordre du micron, mais pouvant aller de 0.5 μm à 12 μm dans le cadre de l'étude. L'assemblage primaire/substrat est étudié par nano-indentation. Il est également possible de produire des films A415 sans substrat, d'épaisseur variant de 50 μm à 500 μm ; ce matériau a été testé par DMTA et traction (2).
- **Le Vernis** (dénomination **Altius 1.5**) d'épaisseur standard 3 μm environ (polymère thermodurcissable chargé en nano-particules de silice). Le dépôt produit la diffusion de composants organo-siliciés du vernis dans le primaire, mais l'étude de l'effet de la

pollution par le vernis est difficile et ne sera pas abordée dans ce cadre. Ce vernis peut être déposé sur un wafer de silicium pour caractériser sa rhéologie par nano-indentation.

Par manque de temps, C. Combeaud n'a pu que commencer l'étude du comportement mécanique des assemblages. L'objectif du présent travail est donc double :

- compléter celui de C. Combeaud en vérifiant la pertinence des propriétés des matériaux vis-à-vis des résultats de nano-indentation et
- Étudier l'état de contrainte et de déformation du vernis lors de l'indentation du tricouche et l'effet sur cet état de contrainte et déformation de divers paramètres : épaisseurs, frottement, paramètres rhéologiques des matériaux.

LE TRAVAIL DU STAGE :

Le travail de ce stage reste sur l'étude de nano-indentation sur l'assemblage de tri-couche et éventuellement bi-couche comme la suite des travaux réalisés précédemment. Les paramètres mesurés et/ou estimés seront utilisés pour simuler la déformation de l'empilement tri-couche. Les calculs s'appuient sur l'approche élasto-viscoplastique issue de l'expérience ou de modèle analytique G'Sell Jonas. D'une durée de six mois environ, le stage s'est déroulé au C.E.M.E.F, avec des réunions mensuelles téléphoniques. Ces dernières ont pour but de présenter le travail réalisé pendant un mois, faire le point des besoins de l'entreprise, demander les données nécessaires, et monter le plan du travail du mois suivant. Il s'est déroulé comme suit :

- **2 semaines** : Initiation à la mécanique de l'indentation et à la rhéologie des polymères (travail de documentation). Prise de connaissance du travail post-doc de Christelle Combeaud.
- **2 semaines** : Formation au logiciel Forge. Préparation de données d'entrée, traitement de données de sortie (images, vidéo, matlab).
- **2 semaines** : Confrontation des résultats de calcul sur les matériaux homogènes et bi-couche avec ceux de C. Combeaud pour validation de la prise en main de FORGE, puis amélioration.
- **2 semaines** : Etudes détaillées des paramètres d'entrée sur l'indentation de bi-couche : le frottement, la cinématique de l'indenteur, proposition de différentes rhéologies.
- **1 mois** : Etude individuelle des rhéologies des 3 matériaux. Réalisation des premières simulations d'indentation de tri-couche.
- **2 mois** : Analyse d'essais sur nano-indenteurs XP et Hysitron (annexe), comparaison expériences-simulations, améliorations et validation de calculs sur les tri-couches et bicouches vernis/Si. Etude de sensibilité aux paramètres.
- **2 semaines** : synthèse du travail réalisé et rédaction du rapport.

II- LOI DE COMPORTEMENT

Les équations générales de la mécanique des milieux continus (3) (conservation de la masse, principe fondamental de la mécanique, principes de la thermodynamique) ne suffisent pas pour déterminer les champs de contraintes et de déplacement dans une structure soumise à l'effet d'un chargement. Un déficit du nombre d'équations vis-à-vis du nombre d'inconnues apparaît : ce sont les **équations de comportement** des matériaux constituant la structure qui complètent les équations générales et elles sont fournies par des expériences. Elles relient les contraintes aux déformations, vitesse de déformation... et permettent d'avoir suffisamment d'équations pour résoudre le problème.

Les polymères ont un comportement mécanique complexe et on est amené à le schématiser sous forme de modèles plus ou moins élaborés. Ils présentent en effet une élasticité (déformation réversible), une plasticité (déformation irréversible) ; ils se durcissent ou s'adoucissent au cours la déformation ; ils sont sensibles à la vitesse de sollicitation, à la pression hydrostatique et à la température. En nano-indentation, la variation de la température peut être négligée. Les approches étudiées seront elasto-viscoplastique avec ou sans écrouissage. L'approche élasto-viscoplastique consiste à supposer qu'à tout instant, la vitesse de déformation du matériau est la somme d'une vitesse de déformation élastique et d'une vitesse de déformation plastique :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}^{el} + \dot{\epsilon}^{pl}$$

Les matériaux sont supposés isotropes ; l'élasticité est décrite par les relations classiques de Hooke ; la plasticité par la plasticité classique de von Mises (4) : la grandeur fondamentale est alors la contrainte d'écoulement plastique σ_0 . Les grandeurs de ce modèle rhéologique (E , ν , σ_0) peuvent se déduire des essais mécaniques comme la traction, la compression, l'indentation.

1. LES ESSAIS RÉALISÉS

❖ Essais de traction

Ce type d'essai mécanique uniaxial a été réalisé sur les matériaux massifs (**1.67** et **A415**) à petite et grande déformation ; il permet d'une part d'identifier le module d'Young et le coefficient de Poisson, d'autre part σ_0 et l'écrouissage aux grandes déformations.

❖ Essais de compression :

Comme la traction, cet essai uni-axial se réalise uniquement sur un matériau en état massif (**1.67**). La nature du régime des petites déformations n'a pu être déterminée, comme en traction. En grande déformation, cet essai permet d'identifier σ_0 et l'écrouissage du matériau en compression.

❖ Essais de dureté (nano-indentation) :

Ce type d'essai multi-axial est effectué sur les matériaux massifs, mais il présente un intérêt particulier dans le cas d'empilement de plusieurs couches minces de matériaux. Il sert à identifier plusieurs quantités (cf. plus loin).

2. MODÈLE RHÉOLOGIE ANALYTIQUE :

Une bonne approche analytique du comportement viscoplastique d'un polymère est le modèle de G'Sell Jonas. σ_0 est donnée par la relation :

$$\sigma_0 = \sigma_1 \dot{\varepsilon}^m \exp(h_g \cdot \bar{\varepsilon}^2)$$

Où σ_1 est la consistance, m l'index de viscosité, h_g l'index d'écrouissage.

3. APPROCHE RHÉOLOGIQUE ELASTO-VISCOPLASTIQUE

Rhéologie du substart 1.67 : (2) Le comportement du 1.67 a été identifié à partir des essais de traction et compression dans son état massif (fig.1). A faible déformation $\varepsilon \leq 0.03$ il y a bien une phase de comportement élastique linéaire. A grande déformation, le phénomène de durcissement apparaît ; les contraintes augmentent avec la déformation et la vitesse de déformation (fig.1).

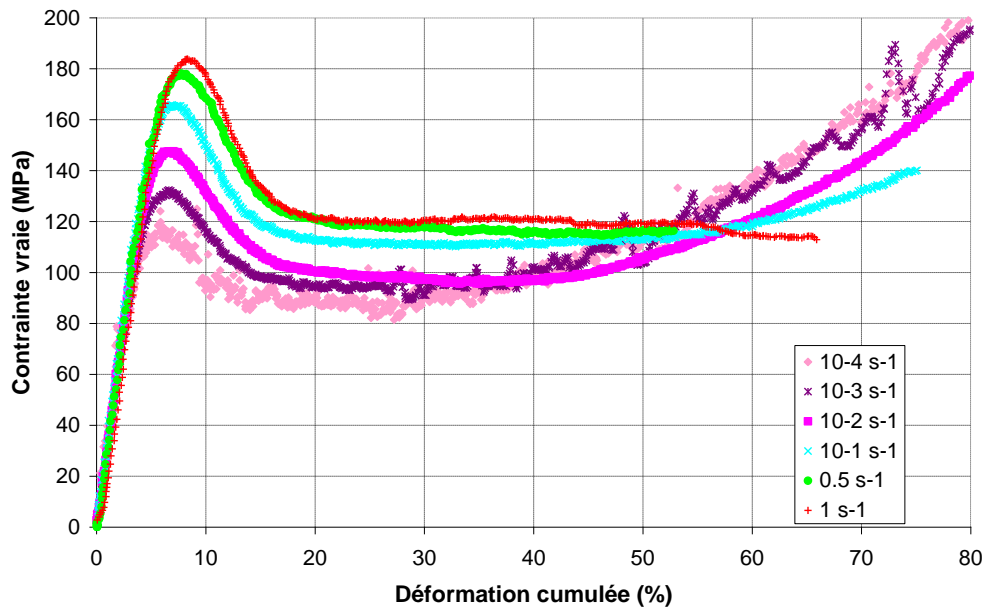


Figure 1 : Courbe de compression du 1.67 - Le croisement des courbes à grande déformation est dû à l'auto-échauffement du matériau. Cet effet a été éliminé dans la nano-indentation qui, concernant un petit volume, est isotherme. Noter l'absence d'influence de la vitesse de déformation sur la pente initiale (pas de viscoélasticité significative, en accord avec les essais DMRTA)

Rhéologie du primaire A415 : (2) L'étude du A415 est plus limitée que celle du 1.67, mais des essais de traction sur A415 massifs ont été effectués. Mais l'approche élasto-viscoplastique est moins rigoureuse, car A415 présente une viscoélasticité à faible déformation (fig. 2).

Rhéologie du vernis Altius 1.5 : La seule technique possible est la nano-indentation d'un film d'Altius 1.5 déposé sur 1.67 ou silicium. La méthode repose sur le fait que pour les pénétrations ($h < 150$ nm) petites devant son épaisseur ($H \sim 3000$ nm), l'éprouvette se comporte comme s'il n'y a que l'Altius 1.5 qui réagisse. Le caractère élasto-viscoplastique est décrit par la mesure ou l'estimation des coefficients E , ν , σ_1 , m , h_g afin de pouvoir modéliser le comportement selon G'Sell-Jonas.

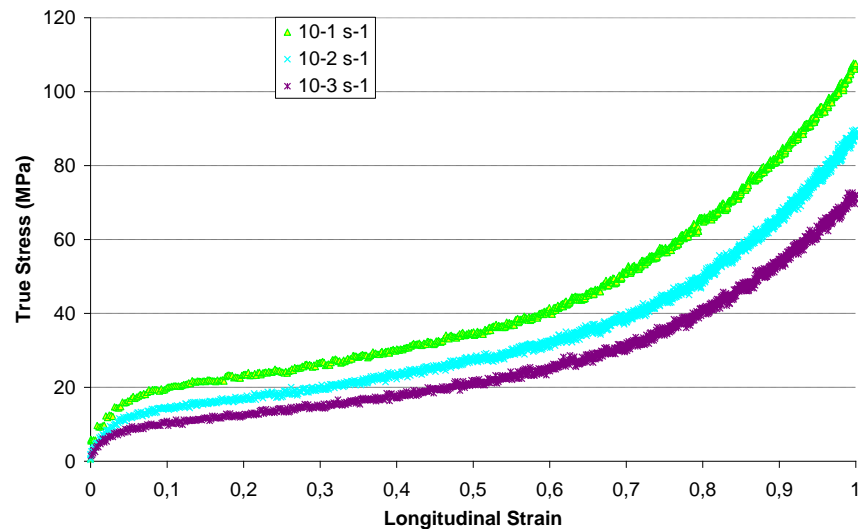


Figure 2 : Courbe de traction-On note qu'à faible déformation, les courbes ne se superposent pas, preuve probable d'une visco-élasticité, qui ne sera pas prise en compte dans les simulations de l'indentation.

4. L'ESSAI DE NANO-INDENTATION (5)

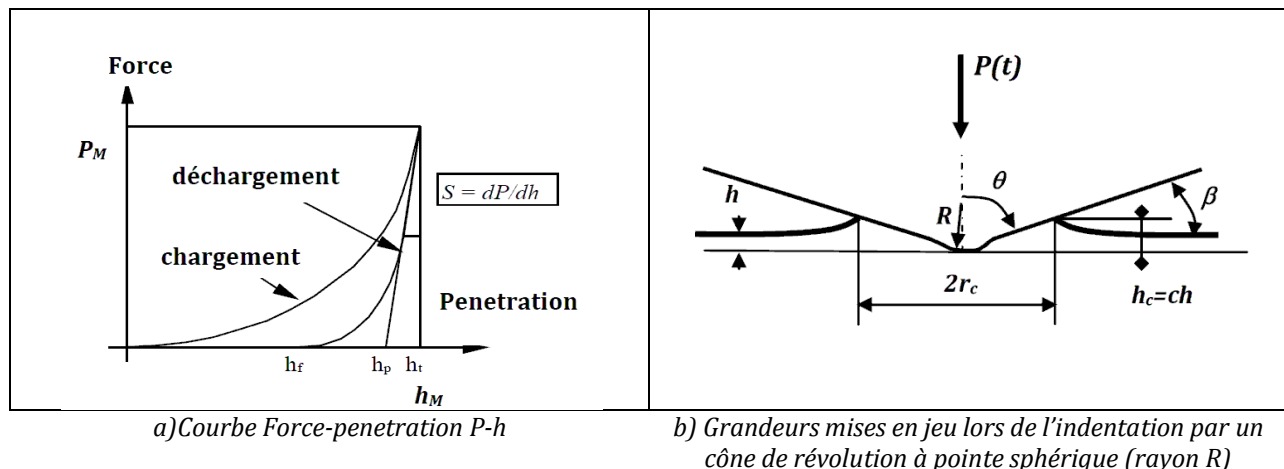


Figure 3 : Essai de nano-indentation

La mesure de dureté du matériau est effectuée par l'essai d'indentation. Dans le cadre de cette étude, la méthode quasi statique est utilisée. Elle consiste à presser un objet de grande dureté et de géométrie connue contre la surface du matériau à tester. Suivant la force P mise en jeu, on distingue trois échelles : macro-indentation, micro-indentation et nano-indentation. Dans les 2 plus grandes échelles, on mesure la taille de l'empreinte résiduelle après le retrait de l'indenteur (6). L'interprétation de ces essais s'avère difficile. En effet, ils ne permettent pas de prendre en compte une relaxation éventuelle du matériau et on ne mesure que la déformation plastique. En nano-indentation, la mesure continue de la force P et du déplacement (fig.3) a remplacé la mesure optique de l'empreinte résiduelle, compte tenu des forces appliquées (souvent inférieures aux mN) et des tailles d'empreintes très réduites. Cette technique permet en particulier de mesurer les propriétés mécaniques de couches minces et de matériaux traités en surface. La mesure par nano-indentation nécessite un appareillage très précis. Il doit être en mesure d'appliquer et de contrôler des gammes de forces aussi faibles que quelques dizaines de μN et pouvant aller jusqu'à quelques centaines de mN. Il doit également être capable de mesurer des profondeurs de pénétration de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres avec une résolution inférieure au nanomètre.

Les grandeurs mesurées par l'essai de nano-indentation est la courbe de mesure en continu de la force P par rapport à profondeur h (fig.3a). Plusieurs modèles interprètent cette courbe de différente manière afin de relever les propriétés du matériau. Ces modèles visent à estimer, à partir de h , l'aire de la surface de contact projetée sur le plan de l'échantillon A pour, en particulier calculer la dureté $H=P/A$ et interpréter en terme d'élasticité la pente initiale de décharge ou raideur de contact $S=dP/dh$.

Problème des matériaux revêtus

La pénétration peut se diviser en deux régimes : faible indentation et forte indentation. Cette distinction permet d'analyser l'indentation sur les éprouvettes composées d'une ou plusieurs couches minces superposées. Ces deux régimes sont définis de manière relative, dépendant de l'épaisseur de la couche superficielle et des propriétés mécaniques des matériaux. Prenons une éprouvette ayant un substrat et une couche revêtue d'épaisseur e , on suppose couramment qu'à faible indentation de profondeur $h \leq 0.1e$, l'expérience se comporte comme si l'indenteur s'enfonce sur le matériau homogène de la couche supérieure seule. La mesure dans ce régime permet de caractériser ce matériau revêtu. Cette règle est approchée et peut ne pas s'appliquer en particulier au cas de la décharge.

Le principe essentiel régissant l'indentation des matériaux homogènes est :

Si on réalise l'indentation en maintenant la déformation représentative, la vitesse de déformation représentative et la température constantes, alors le facteur de forme c qui définit l'aire de contact A (fig.3b) la constante de Kick $C=P/h^2$, la dureté réduite (facteur de confinement) $H^=H/\sigma_0$ et la dureté H restent constants durant l'indentation.*

Type d'indenteur équivalent et déformation représentative

Les indenteurs utilisés sont en diamant, le matériau le plus raide et le plus dur connu. Pour minimiser les défauts de taille, on utilise le plus souvent des pyramides Berkovich, pyramide à trois faces, de base un triangle équilatéral. Pour tous les indenteurs coniques de révolution, de demi-angle au sommet θ , une analyse dimensionnelle montre que la déformation représentative est constante pour un indenteur conique et varie pour un cône de révolution comme :

$$\epsilon \sim \cot(\theta)$$

Dans l'expérience, l'indenteur Berkovich est le plus souvent utilisé. Mais dans les calculs, pour réduire la complexité du modèle et le coût de calcul, on définit l'indenteur conique parfait équivalent, c'est-à-dire déplaçant le même volume de matière à pénétration donnée. Pour la pyramide Berkovich (ou Vickers à 4 faces), ceci correspond à l'angle $\theta=70.3^\circ$.

Vitesse d'indentation et vitesse de déformation représentative

On montre, par une analyse dimensionnelle que, pour un indenteur conique de révolution, la vitesse de déformation représentative varie comme :

$$\dot{\epsilon} \sim \chi_h \cot(\theta) \quad , \text{ avec } \chi_h = \frac{h}{h}$$

Donc durant l'indentation, pour maintenir la vitesse de déformation constante, il faut piloter l'indenteur pour que χ_h soit constant. On peut démontrer théoriquement et expérimentalement que dans ce cas :

$$\chi_P = \frac{\dot{P}}{P} = 2 \cdot \chi_h = \text{cte}$$

Constante de Kick

Durant l'indentation dans les conditions respectées, la constante de Kick reste invariante durant la mesure :

$$C = \frac{P}{h^2}$$

Cette remarque fournit un critère de validation des calculs sur les matériaux homogènes : en traçant la courbe $\sqrt{P} \cdot h$, les calculs doivent mener à une dépendance linéaire entre \sqrt{P} et h . Les écarts vers l'origine sont dus aux incertitudes numériques induites par la taille des mailles.

Pour les essais sur matériaux homogènes ou dans le régime de faible pénétration de la première couche, on doit observer le même comportement :

$$\sqrt{P} = A + \sqrt{C}h$$

A est dû au défaut de pointe de l'indenteur, aux incertitudes de mesure, notamment du point zéro de pénétration (détection de surface).

La simulation numérique de l'indentation de polymères supposés élasto-viscoplastiques a montré que la constante de Kick est approximativement une fonction puissante de la vitesse d'indentation :

$$C = 3.4E^{*0.595}(\sigma_1)^{0.405}(0.6\chi_h)^{0.405m}(\tan\theta)^{0.405(1-m)}$$

Cette relation est une représentation approchée d'une série de résultats et sa validité en dehors du domaine exploré numériquement est à examiner avec précautions. Ceci fournit donc un deuxième critère (faible) de validation de calcul : en affichant la variation de $\log(C)$ par rapport à $\log(\chi_h)$, on doit trouver approximativement une dépendance linéaire.

Le module d'Young

Il y a deux procédures expérimentales permettant de mesurer le module d'Young par nano-indentation (2).

- La première est celle développée par Oliver.Pharr et basée sur la mesure de la pente initiale S de la courbe **P-h** du déchargement.
- La deuxième utilise le mode d'indentation dynamique (Continuous Stiffness Measurement), inspiré de la rhéologie fréquentielle. Il consiste à superposer au pilotage en $dP/(Pdt)$ constant une modulation de force à une fréquence d'oscillation donnée induisant un retrait δh constant et très petit devant la pénétration totale appliquée. Cette méthode permet de caractériser des propriétés dynamiques du matériau comme la viscoélasticité. C'est particulièrement intéressant pour les polymères.

III- FORGE-SIMULATION NUMÉRIQUE DE NANO-INDENTATION

1. PRÉSENTATION DE FORGE (6)

Transvalor S.A est une filiale d'ARMINES, située à Sophia-Antipolis en région PACA. Elle a été créée en 1984 pour transférer et valoriser dans l'industrie les résultats de recherche des différents laboratoires des Ecoles des Mines. Issu de travaux de recherche passés et présents du C.E.M.E.F., le logiciel de calculs FORGE continue à être développé, commercialisé par Transvalor, et est devenu un véritable outil industriel pour la simulation thermomécanique 2D, 3D des procédés de mise en forme des métaux. Les calculs de FORGE sont basés sur les éléments finis, permettant de simuler de manière incrémentale le forgeage, laminage, matriçage... à chaud et à froid, la coupe, le filage, le formage des tôles, les essais mécaniques de traction, torsion, indentation.... Une de ses spécificités est qu'il est doté de capacités de remaillage automatique, ce qui permet de simuler de très grandes déformations de solides, homogènes ou multi-matériaux. Le logiciel possède un module de résolution viscoplastique pour le formage à chaud, et le modèle élasto-viscoplastique pour le formage à froid. L'utilisation de FORGE est simple. Il possède un pré-processeur préparant la mise en données, des solveurs 2D-3D pour le calcul, et un post-processeur pour l'exploitation des résultats. FORGE travaille sur des pré-modèles paramétrables comme forgeage, laminage,....

L'ingénieur souhaitant lancer une simulation doit choisir le modèle convenable, introduire des paramètres, lancer des calculs, interpréter les résultats.

L'essai de nano-indentation ressemble à une opération de forgeage, il comporte un outil supérieur qui comprime une pièce, la pièce elle-même, un outil inférieur fixe et rigide qui joue le rôle de support. Plusieurs simulations d'indentation ont été faites par FORGE et donnent des résultats satisfaisants (voir par exemple (1)). C'est pour cette raison que FORGE a été choisi pour simuler la nano-indentation. Tout au long de cette étude, seuls les modèles Forgeage-à-Froid-2D et Forgeage-à-Froid-MultiObjets-2D sont utilisés. La température est supposée constante égale à la température ambiante (20°C). Les deux outils sont supposés rigides; pour l'indenteur, cette hypothèse est justifiée par la très grande valeur du module d'Young du diamant (1000 GPa) face au module des polymères (au plus quelques GPa).

2. PARAMÈTRE D'ENTRÉE

Domaine de calcul

Le domaine de calcul est la première chose à construire dans le pré-processeur de FORGE. On simplifie les calculs en remplaçant la pyramide Berkovich (qui induit un écoulement tri-dimensionnel) par le cône de révolution parfait équivalent, au sens du volume déplacé, de demi-angle $\theta=70.3^\circ$. La géométrie est axisymétrique, ce qui permet de ramener le modèle 3D au modèle 2D (moins coûteux en temps de calcul). FORGE-2008 ne construit plus directement des géométries 2D, mais demande de construire les pièces 3D, puis transforme la géométrie 3D en géométrie 2D.

Les dimensions géométriques réelles imposent des précautions opératoires :

- L'épaisseur et le rayon réels des pièces sont plus de 1000 fois supérieures à la pénétration réelle, ce qui fait que le support n'influence pas les résultats de l'essai. Pour respecter cette condition, l'épaisseur et le rayon de la pièce représentent respectivement 50 et 70 fois la pénétration maximale imposée. Le bord du domaine de calcul est supposé libre, alors que le spécimen est supposé adhérer parfaitement à son support.
- Le maillage assurant la précision des calculs ne doit pas posséder un trop grand nombre de nœuds, pour éviter des temps de calculs très importants. Cependant la zone où les contraintes et les déformations sont les plus importantes est assez réduites autour de la pointe de l'indenteur. On module donc la taille des mailles selon la zone considérée, ce qui permet de réduire le temps de calcul tout en assurant leur précision. La zone la plus proche de la pointe a un maillage plus fin dans trois rectangles emboîtés les uns dans les autres afin d'obtenir la précision souhaitée. Le maillage est raffiné comme sur la figure 4.

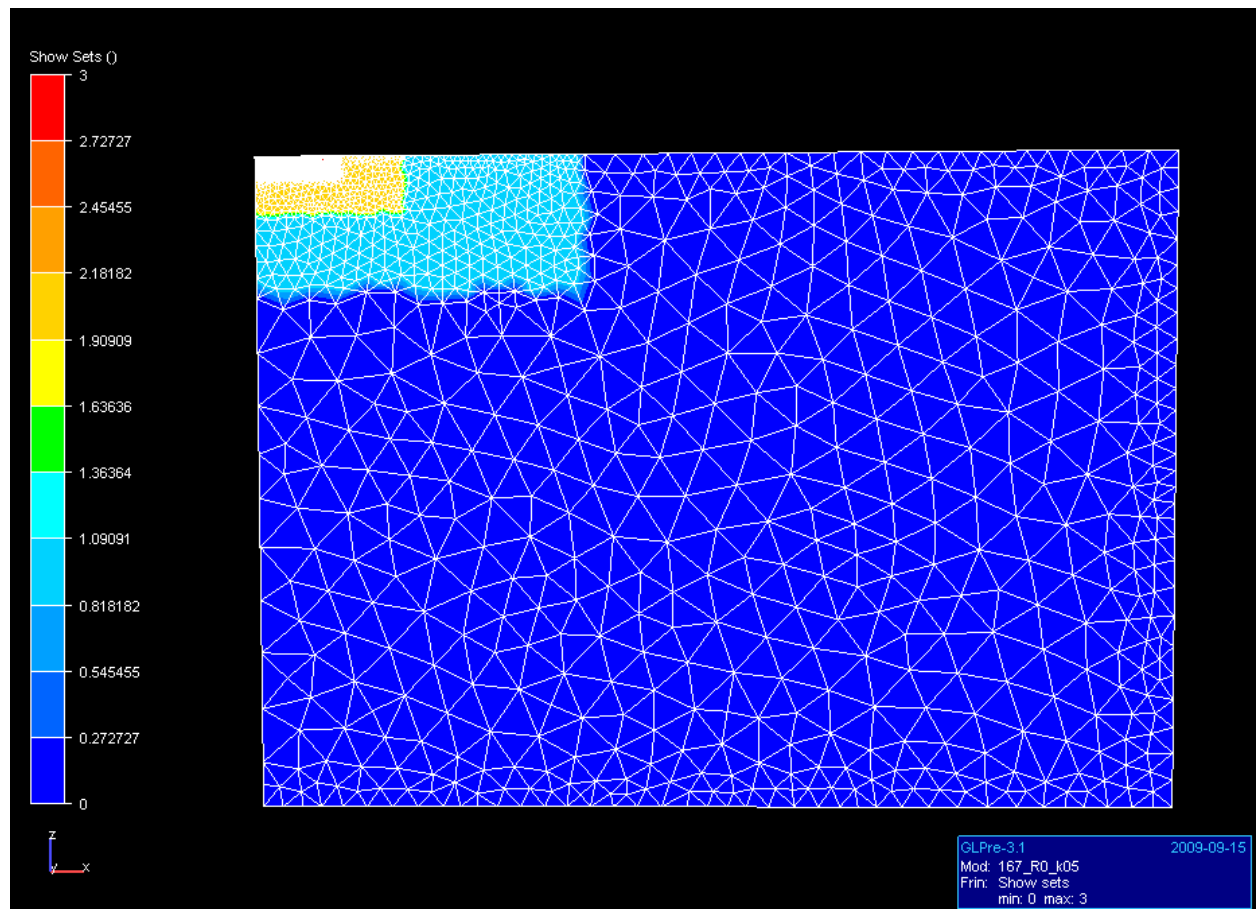


Figure 4 : Maillage du spécimen avec les trois boîtes de raffinement.

	Maillage entier	Box 1	Box 2	Box 3
Longueur	70	25	12	6.6
Hauteur	50	10	4.5	1.8
Taille de maille	3	1	0.5	0.1

Le nombre de nœuds est d'environ 4000 à 6000, le temps de calcul est d'environ 10 minutes sur PC pour une simulation de monocouche, 20 à 30 minutes pour une simulation de bicouche et tri-couche : la gestion du contact et de la géométrie des couches minces complique et augmente le temps de calcul. Après analyse et validation d'un modèle choisi, il serait souhaitable de raffiner encore le maillage et lancer les calculs sur des clusters afin d'avoir des résultats plus précis. Ces vérifications et améliorations n'ont pu être réalisés dans le cadre de ce stage.

Le type d'indenteur

L'indenteur dans les calculs est le cône de révolution parfait d'angle $\theta=70.3^\circ$. Dans le futur, d'autres géométries d'indenteur, par exemples des cônes plus aigus, peuvent être abordées pour comparer avec l'expérience, afin d'étudier l'écrouissage des matériaux (1).

La cinématique de l'indenteur

Pour des matériaux sensibles à la vitesse de déformation comme les polymères, la cinématique de l'indenteur caractérisée par $h(t)$ ou $\chi_h = dh/(h dt)$ (dérivée logarithmique de la pénétration) joue un rôle important dans l'indentation. Afin de maintenir la vitesse de déformation représentative $\dot{\epsilon}_I$ constante, il faut maintenir χ_h constante. Par une simple résolution analytique d'équation différentielle, on trouve la formule :

$$h = h_0 \exp(\chi_h \cdot t)$$

La valeur h_0 doit être strictement supérieur à zéro, mais très petite, de sorte qu'à l'instant $t=0$, la profondeur de pénétration est très petite par rapport à h_{\max} .

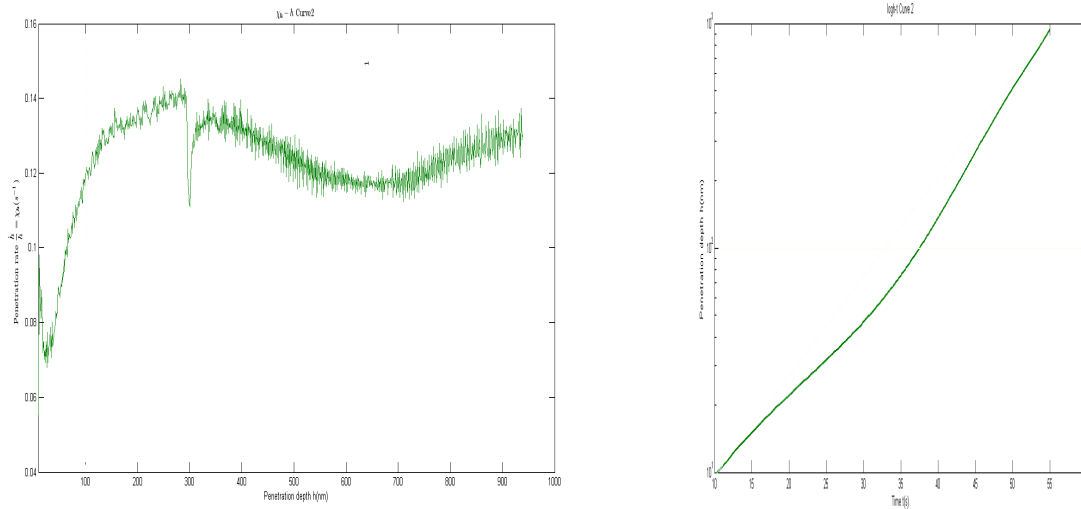


Figure 5 : Evolution avec le temps t de χ_h et $\log(h)$ lors de l'indentation sur XP d'un bi-couche A415/1.67.

Cependant, en regardant plus en détail la vitesse de pénétration effective dans les expériences, soit en représentant l'évolution avec t de $\log(h)$, soit en estimant χ_h , on observe que la pénétration n'est pas vraiment une fonction exponentielle de t durant la plus grande partie de l'indentation (fig. 5). Plusieurs causes possibles : défaut de pointe de l'indenteur, hétérogénéité de l'échantillon (on contrôle en fait $\chi_P = \frac{\dot{P}}{P}$), dérive thermique, problème de la boucle d'asservissement de $\frac{dP}{dt}$... Il faut donc pour bien comparer simulation et expérience introduire dans les calculs la cinématique expérimentale.

La pénétration maximale imposée est 1000 nm, soit environ 1000 pas de temps mesurés et stockés dans un fichier Excel par l'appareil d'indentation. Dans les calculs, seulement 50 points de ces données ont été extraites pour piloter l'indenteur. Ceci peut être la cause des irrégularités

apparaissant dans les courbes **P-h** des calculs à faible indentation ($h \leq 150\text{nm}$). Dans le futur, il peut être nécessaire de prendre plus de points de discrétisation de temps donnant une cinématique plus fine afin de corriger ces irrégularités.

Le frottement indenteur/matériau de surface

Le frottement dans l'étude est de type Coulomb limitée Tresca. Il est défini par la combinaison de deux lois : Il y a glissement tangentiel quand la cission interfaciale vérifie :

- Coulomb : $\tau = \mu p_c$, p_c pression de contact.
- Tresca : $\tau = \bar{m} \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}}$, $0 \leq \bar{m} \leq 1$

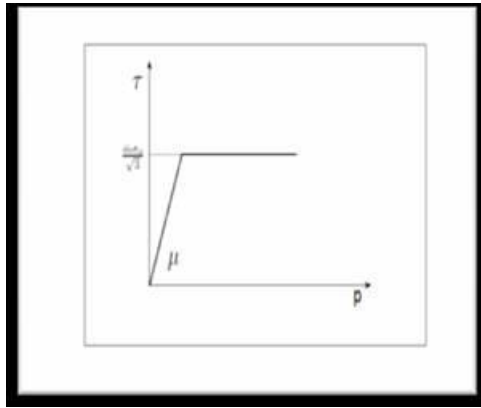


Figure 6 : Evolution de la cission de frottement avec la pression de contact selon la loi Coulomb-limité Tresca

La loi Coulomb limitée Tresca (fig.6) est déterminée par deux coefficients \bar{m} (forte pression) et μ (basse pression). Le cas $\bar{m} = 0$ correspond au minimum frottement, $\bar{m} = 1$ correspond au maximum de frottement. selon les études de mono-couche publiées, le frottement a peu d'influence sur les indentations de polymères avec des indenteurs de grand angle θ . Mais dans le cas de bi-couche **A415** (d'épaisseur 850 nm) sur **1.67** (2 mm), une étude par simulation numérique de son influence a été établie : Deux simulation sont réalisées où tous les paramètres sont identiques, sauf le frottement : soit très faible (f1), soit très élevé (f2). Après les calculs, le champ de contraintes, la géométrie (forme du bourrelet autour de l'indenteur, l'épaisseur du film sous la pointe), et la courbe **P-h** sont comparés. D'après les graphiques (fig.7), on voit que l'interface s'enfonce d'autant plus que le frottement est plus élevé. De plus, autour de la limite de contact, le matériau forme un bourrelet à faible frottement et plonge à fort frottement.

	frottement faible f1	frottement très élevé f2
\bar{m}	0.05	1
μ	0.02	4

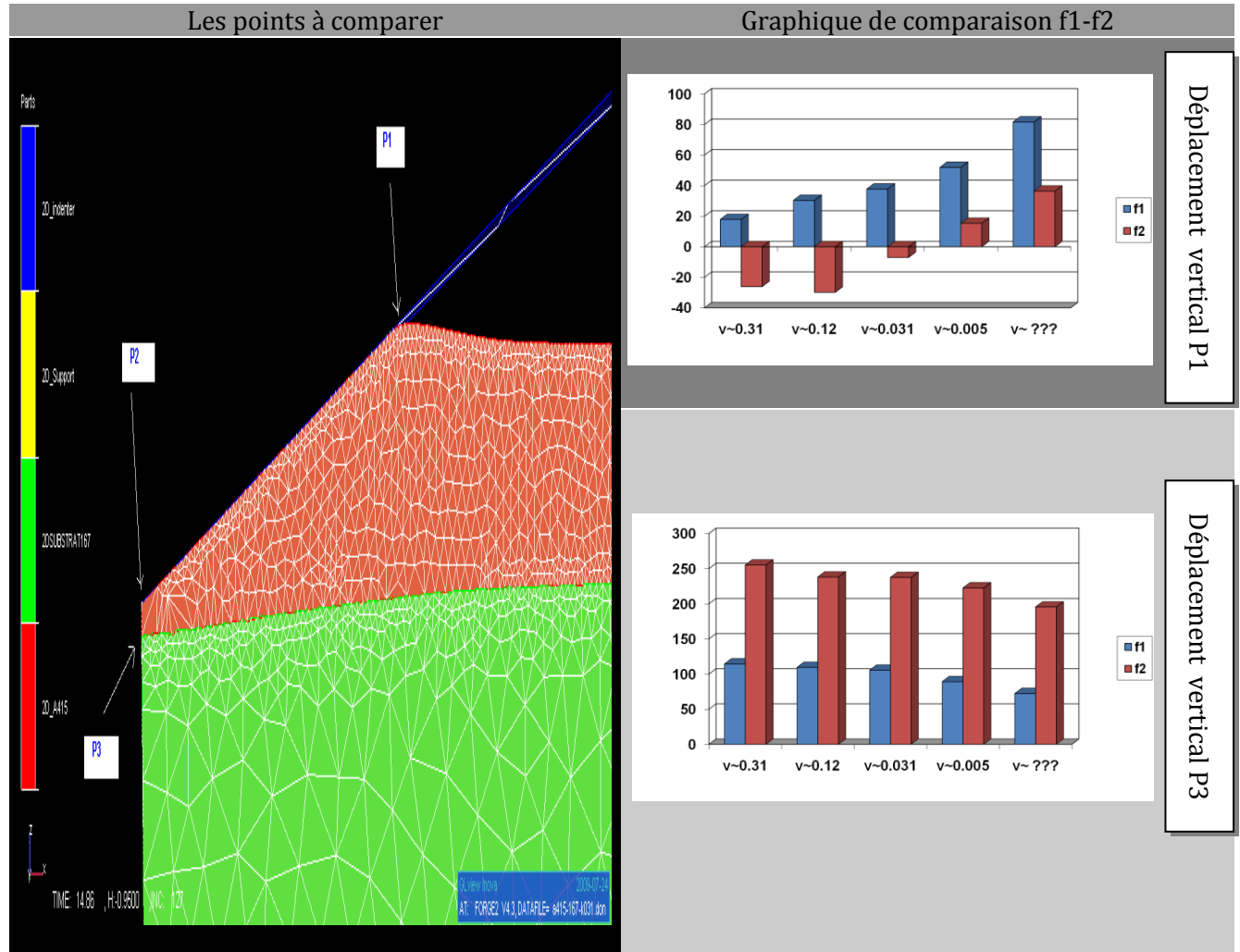


Figure 7 : Effet du frottement sur le déplacement vertical de la limite du contact Δz_1 (point P_1) et de l'interface sur l'axe Δz_3 (point P_3) pour diverses valeurs de χ_n . ($h=1 \mu\text{m}$).

On vérifie qu'à faible pénétration (fig. 8), le frottement n'a aucun effet significatif sur les contraintes et la force de pénétration ($h < 150 \text{ nm}$), mais à $h=1 \mu\text{m}$, la couche étant fortement confinée entre l'indenteur rigide et le substrat plus dur et plus raide, le frottement augmente le caractère compressif de l'indentation (contraintes σ_{zz} plus négatives) et la force d'indentation.

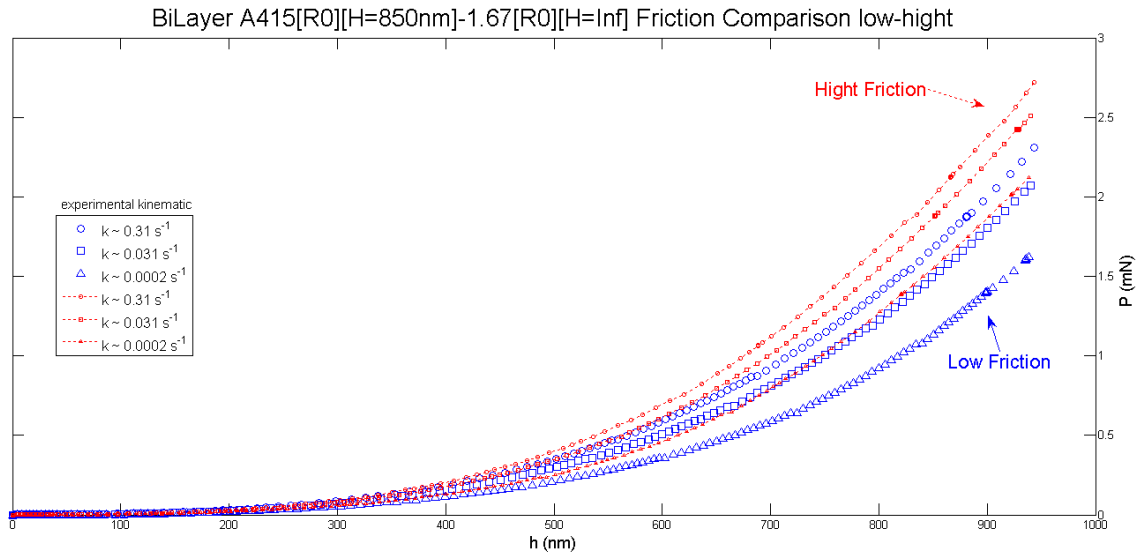


Figure 8 : Influence théorique du frottement sur les courbes P-h du bicouche A415 (850nm)/1.67 indenté à diverses valeurs de χ_h .

Ces résultats numériques montrent l'influence du frottement dans l'indentation des matériaux composés de plusieurs couches. Nous ignorons toutefois l'ordre de grandeur du frottement **A415**/diamant. Pour en tirer les conséquences pratiques, il nous manque les résultats expérimentaux sur relatifs à des échantillons de **A415** fluorés (réduction du frottement). Dans toutes les simulations décrites par la suite, on suppose le frottement faible (cas f1).

La rhéologie

La rhéologie des matériaux est un paramètre d'entrée primordial. Cette donnée permet de caractériser le comportement des matériaux dans la nano-indentation. L'avantage de la simulation numérique est de permettre d'explorer en détail la sensibilité des résultats aux hypothèses rhéologiques. La rhéologie doit assurer le meilleur accord avec l'expérience. Le matériau a un comportement élastique linéaire et un comportement viscoplastique.

- **Elasticité** : Le coefficient de Poisson est difficile à mesurer directement, mais est réputé compris entre 0,35 et 0,4 pour les polymères courants. Le module d'Young par contre peut être estimé par traction, compression, nano-indentation, ou peut même être supposé infini (comportement rigide-plastique).
- **Viscoplasticité** : FORGE possède des modèles analytique pour ce type de comportement, mais malheureusement pas celui de G'Sell Jonas. Par contre on peut rentrer des données définissant la contrainte d'écoulement point-par-point ; elles précisent l'évolution de la contrainte d'écoulement avec la déformation et la vitesse de déformation à partir des essais de traction, compression, ou bien en discrétisant le modèle de G'Sell Jonas. Ce dernier dépend de trois coefficients σ_1 , m , h_g , estimés par des essais de traction ou compression, ou recalés afin d'avoir les meilleurs résultats.

Ci-dessous un rappel des coefficients mesurés par C. Combeaud. On note que les diverses techniques de mesure rhéologique ne donnent pas forcément les mêmes résultats (incertitudes expérimentales, effet de la pression hydrostatique, effet de taille...).

Materials	Substrate 1.67			Primer film A 415		Varnish Altius
Tests	Tension	Compression	Nano-Indent.	Tension	Nano-indent.	Nano-indent.
Thickness State	1 mm	8.8 mm	8 mm $h \leq 1 \mu\text{m}$	50-110 μm	0.85 $\mu\text{m}/1.67$ $h \leq 0.12 \mu\text{m}$	4.6 $\mu\text{m}/\text{Si}$ $h \leq 0.16 \mu\text{m}$
ε $\dot{\varepsilon} \text{ (s}^{-1}\text{)}$	0-0.1 $10^{-4}-10^{-2}$	0-0.8 $10^{-4}-1$	0.1 $10^{-3}-10^{-1}$	0-1 $10^{-3}-10^{-1}$	0.1 $10^{-3}-10^{-1}$	0.1 $10^{-3}-10^{-1}$
E (GPa) ν	4.1 0.4	2.8 ?	4.9**	 0.45	0.48** 0.45	4.47 0.49**
σ_1 (MPa) m h_g	155 0.059	170 0.048 ~ 1.1	280 0.125	28.1 0.156 ~ 1.8	41.7 0.251	355 0.0663 ?

3. GRANDEURS CALCULÉES

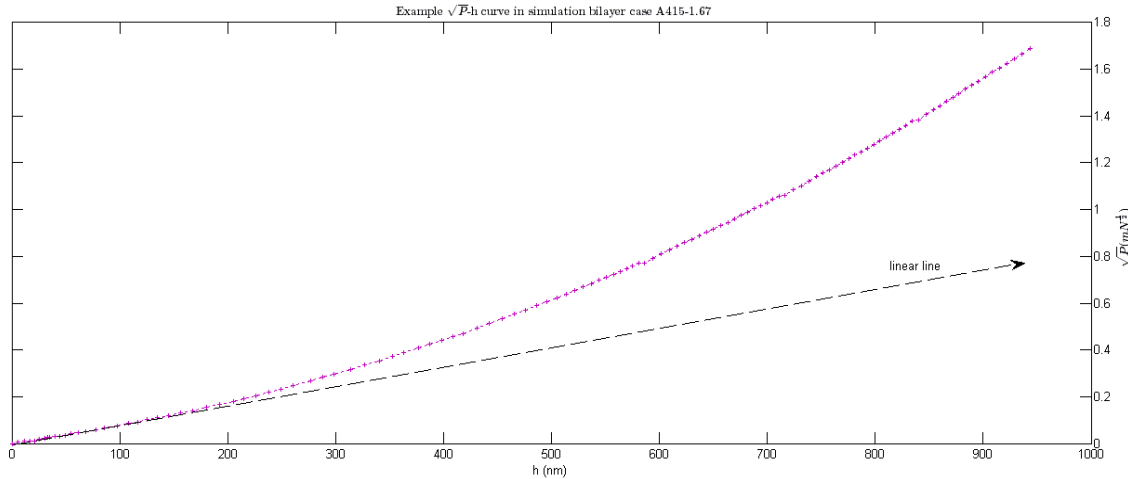
L'avantage de la simulation est qu'elle fournit des informations plus riches que l'expérience. Celles-ci permettent une meilleure interprétation et compréhension du phénomène étudié. Mais avant tout, les résultats de la simulation doivent être validés par la comparaison de certaines grandeurs de sortie avec les informations mesurées dans l'expérience. Il faut noter que dans les simulations, le modèle, particulièrement l'indenteur, est supposé parfait (pas de défaut de pointe), il est donc raisonnable de se donner une marge d'erreur tolérable en comparant les résultats de calculs avec l'expérience.

La courbe Force-Pénétration

La courbe force et pénétration **P-h** est la première chose à regarder après les calculs, car ce sont les données mesurées directement dans l'expérience.

Pour un matériau massif et homogène, si on pilote l'indenteur avec la vitesse de chargement $dP/(Pdt)$ constante, la constante de Kick $C = \frac{P}{h^2}$ est effectivement constante. Ce qui veut dire qu'identifier la courbe **P-h** revient à identifier un seul scalaire : la constante de Kick. D'où un premier critère à valider après les calculs de matériau massif est que la courbe $\sqrt{P} - h$ doit être linéaire. On rappelle que dans ce type d'indentation, le frottement avec l'indenteur a un effet négligeable.

Pour la nano-indentation d'éprouvettes composées de plusieurs couches, il y a deux niveaux d'interprétation de ces données : A faible pénétration et forte pénétration. Par exemple, dans le cas de la couche supérieure d'épaisseur 1 μm , avec la profondeur d'indentation maximale de 0.95 μm (fig.9), la pénétration à moins de 100 nm peut être considérée comme faible pénétration : dans ce régime, le matériau se comporte comme s'il est massif. A forte pénétration, plusieurs paramètres d'entrée influence la courbe **P-h** comme le frottement avec l'indenteur, l'écrouissage de la couche supérieure elle-même et la rhéologie de la couche inférieure.



*Figure 9 : Courbe racine de **P** en fonction de **h** pour le cas bi-couche A415/1.67 à χ_h constant. A forte pénétration, la force augmente plus vite qu'à faible pénétration, car le substrat **1.67** est plus dur et plus raide que la couche supérieure **A415***

Chaque matériau est simulé dans un premier temps en état massif. Ceci permet d'avoir une idée de l'effet du paramétrage rhéologique du matériau. Les simulations de bi-couche, puis de tri-couche sont lancées par la suite en analysant, ajustant au mieux les modèles.

La géométrie déformée

La géométrie déformée de l'éprouvette après l'indentation ne peut être mesurée sur les appareillages courants. Il existe des modèles pour estimer l'aire de la surface de contact projetée sur la surface de l'échantillon, mais ces modèles sont approchés comme le montre la comparaison avec les simulations numériques. La forme du pourtour de l'indenteur, l'épaisseur de la couche supérieure juste en dessous de l'indenteur, ne peuvent être mesurées que dans la simulation. Il n'y a donc pas de possibilité de comparer ce résultat avec l'expérience. Mais en étudiant ces résultats, on pourra avoir des analyses et interprétations intéressantes, voir le sens de variation par rapport aux paramètres d'entrée comme le frottement, le demi-angle d'indenteur.

Les autres sorties

D'autres grandeurs issues du calcul comme les champs de déplacement, de déformation, de contrainte, de première contrainte principale, ... peuvent être affichées dans les images ou vidéo. Certaines ne sont pas calculées ou stockées par défaut. Il faut dans ce cas les indiquer dans le post-

processeur comme **user variable**. Parmi les données de sorties, la 1^{ère} contrainte principale et la déformation dans le vernis sont particulièrement importantes. Cette visualisation permet de voir le niveau du champ de contrainte en traction et d'élongation, qui pourraient engendrer des fissures.

IV- SIMULATIONS ET CHOIX DE RHÉOLOGIE

Plusieurs simulations ont été lancées et pour corriger la rhéologie afin d'obtenir par essais et erreurs la meilleure approche du comportement des matériaux.

1. MONO-COUCHE 1.67

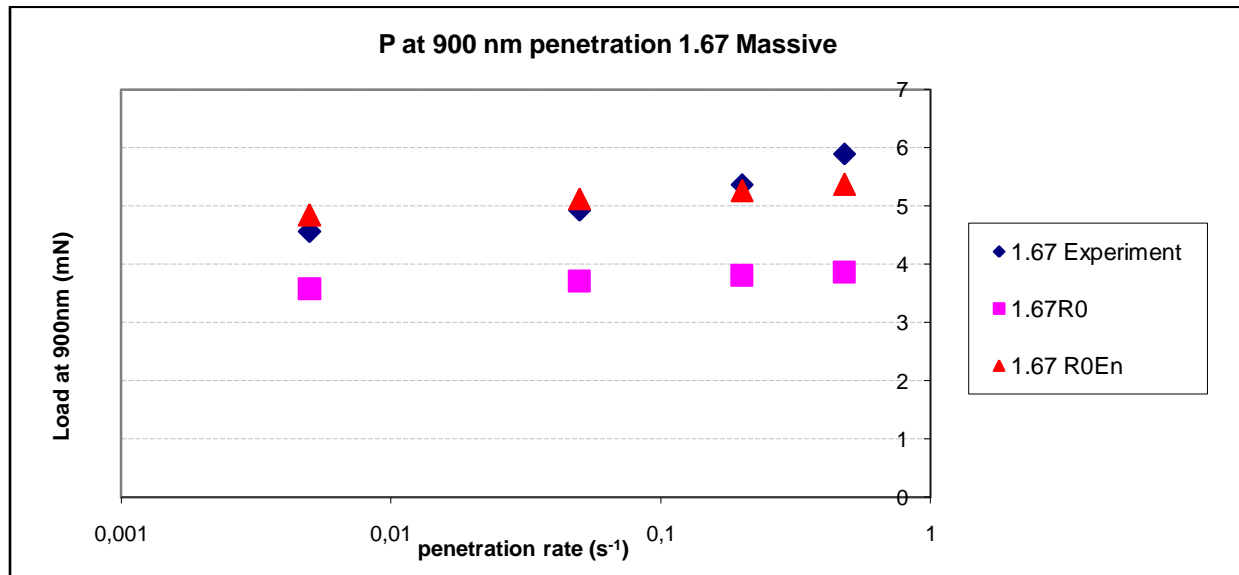


Figure 10 : Effet du changement de module d'Young du **1.67** sur l'évolution de la force à 900 nm de pénétration avec la vitesse de pénétration.

RHÉOLOGIES 1.67		
	Elasticité	Viscoplasticité
167R0	E=2800MPa ; $\nu=0.4$	Point-par-point de Compression
167R0En	E=4900MPa ; $\nu=0.4$	Point-par-point de Compression

La simulation du 1.67 massif a été faite avec deux rhéologies différentes R0 et R0En. La plasticité est modélisée par la courbe point-par-point, issue des essais de compression (obtenue en retranchant de la déformation la partie élastique $\epsilon^{el}=\sigma/E$). L'idée est que dans l'essai d'indentation, le matériau se comporte généralement comme en compression. Les deux rhéologies se différencient seulement par la valeur du module d'Young : l'une prend le module mesuré par compression, l'autre prend le module mesuré par nano-indentation, qui est nettement plus élevé. La simulation a été faite par C. Combeaud avec la première rhéologie. Le défaut de cette rhéologie est d'une part que l'effet de vitesse n'est pas bien décrit, d'autre part que les forces sont sous-estimées (fig.11).

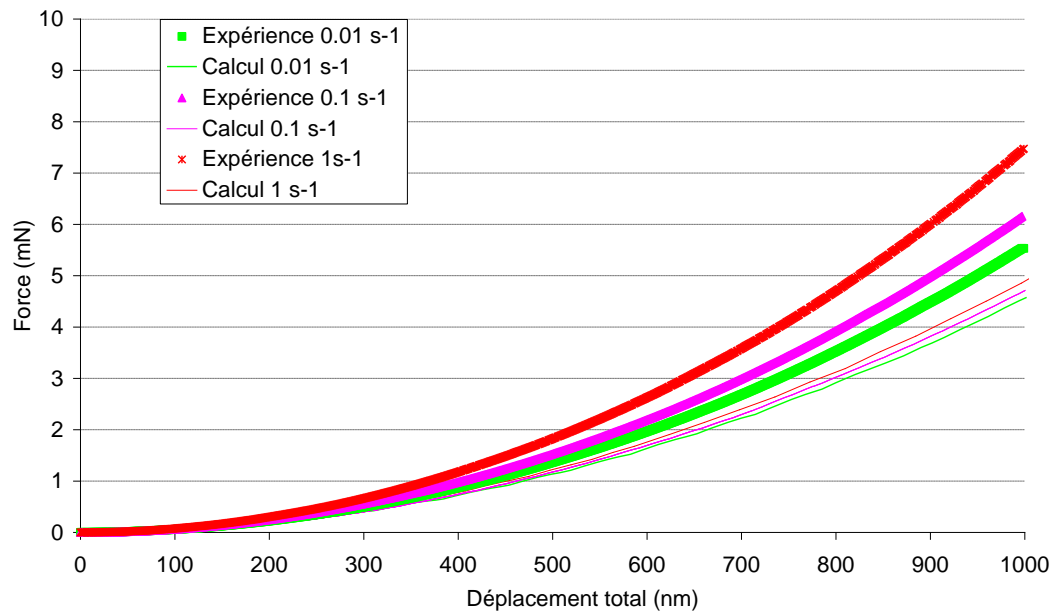


Figure 11 : Comparaison résultats numériques (rhéologie R0) et expérimentaux pour le **1.67** massif.

Cette modification du module d'Young permet, comme prévu, d'augmenter les forces. L'effet de vitesse est mieux décrit. A part le cas de la vitesse de pénétration maximale, on obtient ainsi un accord satisfaisant avec l'expérience (fig.10). Comme, dans l'indentation de multi-couche, l'influence de la rhéologie du **1.67** sur P et la déformation des couches supérieures est sans doute limitée, ce recalage de la rhéologie semble satisfaisant. Désormais, pour les simulations multi-couche, la rhéologie **1.67 R0En** sera utilisée pour modéliser les propriétés mécaniques du substrat.

2. MONO-COUCHE A415

Trois modélisations rhéologiques sont proposées pour simuler l'indentation mono-couche du **A415**. La première **A415 R0** provient de l'essai de traction. Le module d'Young et le coefficient de Poisson ont été choisis comme dans le travail précédent de C. Combeaud : $E=574\text{MPa}$ (nano-ind.), $\nu=0.42$. Il y a deux points à discuter pour cette rhéologie.

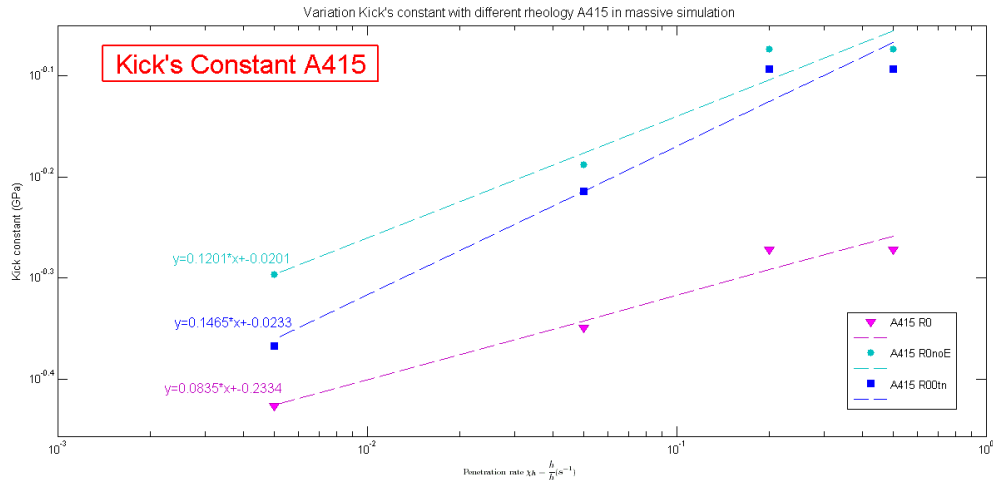


Figure 12 : Evolution avec la vitesse de pénétration de la constante de Kick du A415 pour trois rhéologies.

A415	élasticité	viscoplasticité
R0	E=574MPa ; $\nu=0.42$	<i>traction</i>
R0noE	E=Infini ; $\nu=0.42$	<i>traction</i>
R00tn	E=480MPa ; $\nu=0.45$	G'Sell Jonas : $\sigma_1=41.7\text{MPa}$; $m=0.251$; $h_g=1.8$

Premièrement, le **A415** a une forte viscoélasticité ; le choix du module d'Young n'est donc pas rigoureux. Deuxièmement, dans les courbes de traction, la séparation de l'élasticité et de la plasticité n'a pas été faite, ce qui veut dire que l'implémentation de cette rhéologie dans les calculs a compté deux fois l'élasticité. C'est la raison qui amène à la deuxième proposition.

- La rhéologie **A415 R0noE** est exactement la première, sauf que le module d'Young n'est plus introduit. Cette élimination revient à supposer que le module est infini, il n'y a plus d'élasticité. Comme prévu, cette hypothèse élève fortement les forces (fig.12).
- La troisième rhéologie est construite indépendamment des deux précédentes. Elle est modélisée par le modèle de G'Sell Jonas, en mixant les coefficients mesurés par nano-indentation et traction. **E=480MPa**, **$\nu=0.45$** , **$\sigma_1=41.7\text{MPa}$** , **$m=0.251$** issus de l'indentation, **$h_g \sim 1.8$** issu de la traction. L'augmentation des forces est plus faible, mais la sensibilité à la vitesse est fortement augmentée (fig.12).

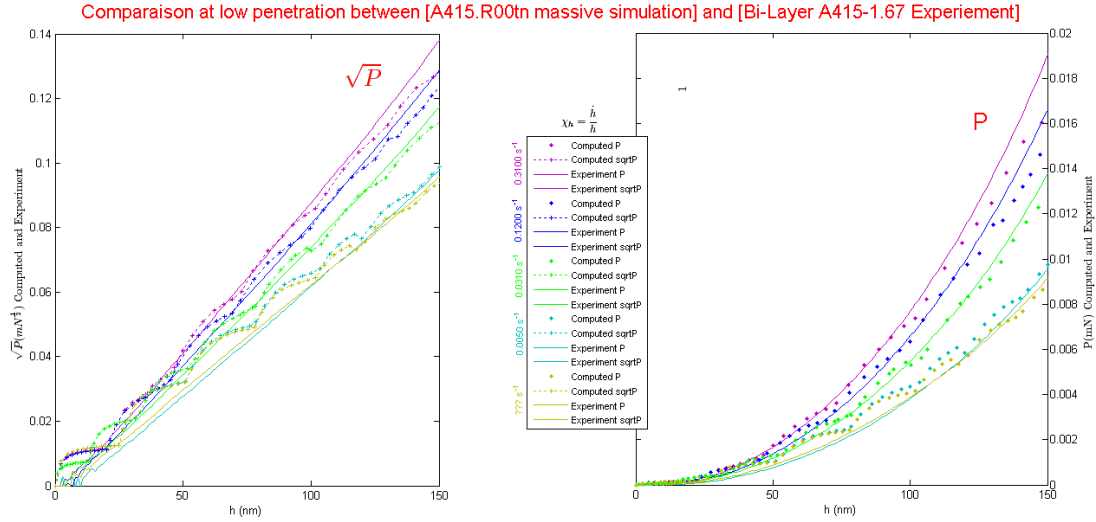


Figure 13 : Comparaison de simulation numérique massive de **A415[R00tn]** avec l'essai sur bicouche **A415-167** à faible pénétration.

Les effets de ces rhéologies **A415** sont comparés non seulement pour l'indentation du massif, mais aussi avec les résultats de l'expérience sur bicouche (**A415** 850 nm, sur **1.67** 2 mm) à faible pénétration (≤ 150 nm). On obtient le meilleur accord avec l'expérience pour **A415 R00tn** (fig. 13). Ce bon accord était attendu, puisque cette faible valeur de h_g ne doit a priori avoir qu'un effet négligeable à faible pénétration. Mais cet accord s'étendra au cas de la simulation complète du bicouche, point nouveau.

3. MONO-COUCHE ALTIUS 1.5

La partie plastique du comportement de **Altius 1.5** est modélisée uniquement par le modèle de G'Sell Jonas. Issu des essais de nano-indentation réalisés dans le travail de C. Combeaud, un premier modèle elasto-viscoplastique sans écrouissage a été construit. Ce manque d'écrouissage vient du fait que le coefficient h_g n'a pu être mesuré. On a introduit par la suite $h_g=35$, qui est le coefficient mesuré d'un matériau proche de **Altius 1.5 (1)**. L'insertion d'écrouissage fera a priori remonter les forces d'indentation. Pour compenser, il faut donc abaisser la consistance. L'estimation de la consistance se base sur l'égalité des contraintes d'écoulement représentatives selon les deux modèles : sans écrouissage et avec écrouissage :

$$355\dot{\bar{\epsilon}}^m = \sigma_1 \dot{\bar{\epsilon}}^m \exp(35 \cdot \bar{\epsilon}^2)$$

$\bar{\epsilon}$ et $\dot{\bar{\epsilon}}$ sont respectivement la déformation et vitesse de déformation représentatives. La formule amène à estimer la déformation moyenne. La première proposition est $\bar{\epsilon}=0.1$, qui donne la rhéologie **Altius 1.5 R0a** avec la consistance $\sigma_1=250$ MPa. La simulation mono-couche montre que cette estimation de la déformation est excessive : les forces sont sous-estimées (fig.14). Les valeurs

de $\bar{\varepsilon}$ testées par la suite sont 0.09 et 0.085, donnant les valeurs de consistance $\sigma_1=266$ et 276, donc des rhéologies R0b et R0c. Après les quatre estimations et simulations, la comparaison des constantes de Kick montre que la rhéologie **Altius 1.5** a été bien recalée avec la rhéologie R0c, soit $\varepsilon \sim 8,5$ %. Le résultat final **Altius 1.5 R0c** sera retenu et utilisé dans les empilements des couches.

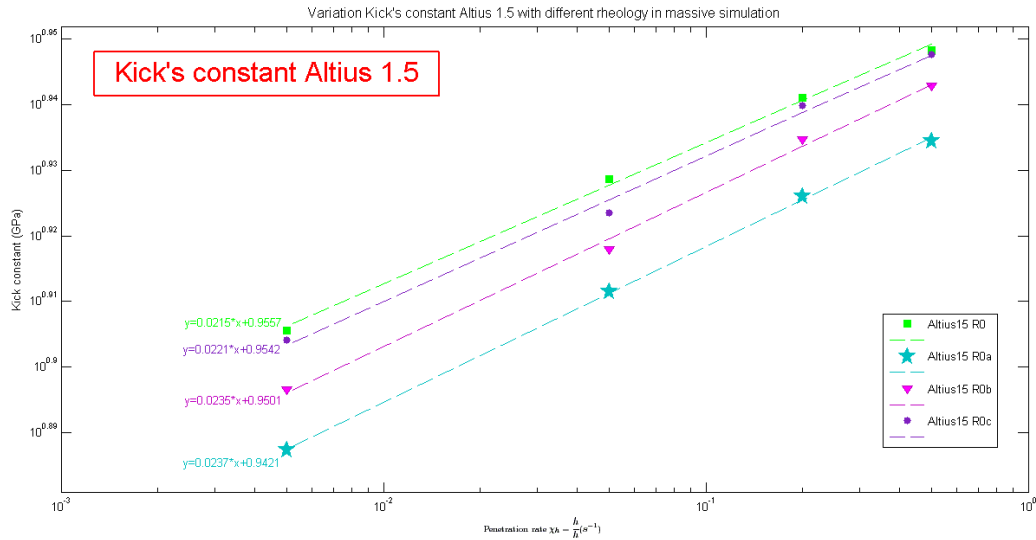


Figure 14 : Effet de la rhéologie sur la force d'indentation du vernis.

Altius15	Elasticité	Viscoplasticité
R0 (2)		$\sigma_1=355\text{MPa}$; $m=0.0663$; $h_g=0$
R0a	$E=4.47$ GPa	$\sigma_1=250\text{MPa}$; $m=0.0663$; $h_g=35$
R0b	$\nu=0.49$	$\sigma_1=266\text{MPa}$; $m=0.0663$; $h_g=35$
R0c		$\sigma_1=276\text{MPa}$; $m=0.0663$; $h_g=35$

4. BI-COUCHE A415 SUR 1.67

La simulation bi-couche a deux buts. Préciser l'influence du frottement. Cette étude a été exposée au chapitre précédent (III.2 paragraphe frottement). Le deuxième but est d'identifier la rhéologie de **A415** en comparant les résultats avec l'expérience ; à forte pénétration, la force est sensible aux caractéristiques d'écrouissage du film mou. Les cinématiques de l'indenteur sont extraites des essais. Dans l'expérience comme dans la simulation, **A415** est d'épaisseur 850 nm, déposé sur **1.67** d'épaisseur 2 mm. D'après l'étude individuelle de **A415** (IV2), trois modèles rhéologique sont proposés : R0, R0noE, R00tn, combinés avec **1.67 R0En**. Les résultats sont

analysés en deux régimes : faible indentation (≤ 150 nm) dérivant les propriétés du **A415** pour une déformation représentative de 8.5 %, forte indentation décrivant les propriétés des deux matériaux.

Bi-couche A415[R0] sur 1.67[R0En] : (fig.15)

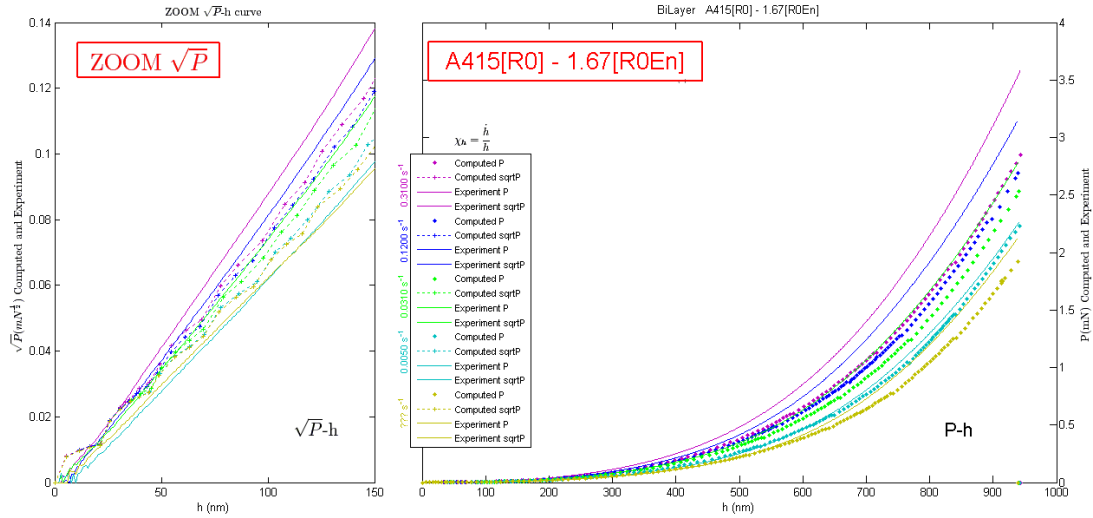


Figure 15 : Comparaison calculs et expériences de nano-indentation du bicouche **A415[R0]-1.67[R0En]**.

Ce modèle bi-couche fait par C. Combeaud est refait ici, d'une part pour vérifier la cohérence avec le travail de C. Combeaud, d'autre part pour avoir un point de départ pour ajuster les paramètres. A faible pénétration, les forces à forte vitesse sont sous-estimées, alors qu'à faible vitesse, elles sont surestimées. A forte pénétration, l'effet de vitesse est moins net que l'expérience et les forces sont sous-estimées. En globalité, les forces sont sous-estimées dans ce modèle.

4.2 Bi-couche A415[R0noE] sur 1.67[R0En] : (fig.16)

Ce modèle à forte pénétration donne un bon accord avec l'expérience ; Aux plus grande et plus petite vitesse de pénétration, les courbes **P-h** se superposent de manière presque parfaite avec l'expérience. Mais à faible pénétration, les forces sont surestimées. Ceci montre que l'hypothèse d'enlever le module d'Young dans les calculs est excessive.

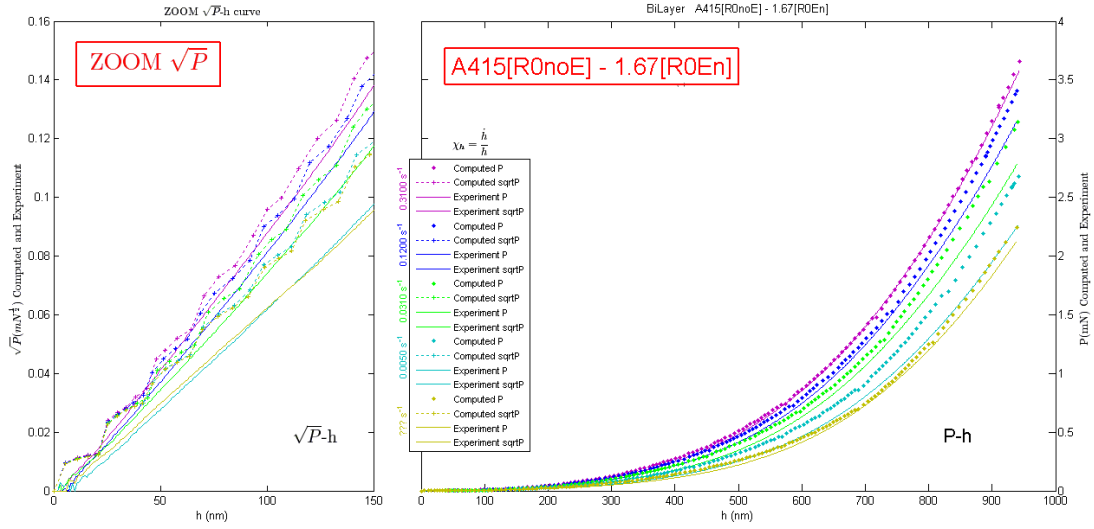


Figure 16 : Comparaison calculs et expériences de nano-indentation du bicouche **A415[R0noE]-1.67[R0En]**

Bi-couche A415[R00tn] sur 1.67[R0En] : (fig.17)

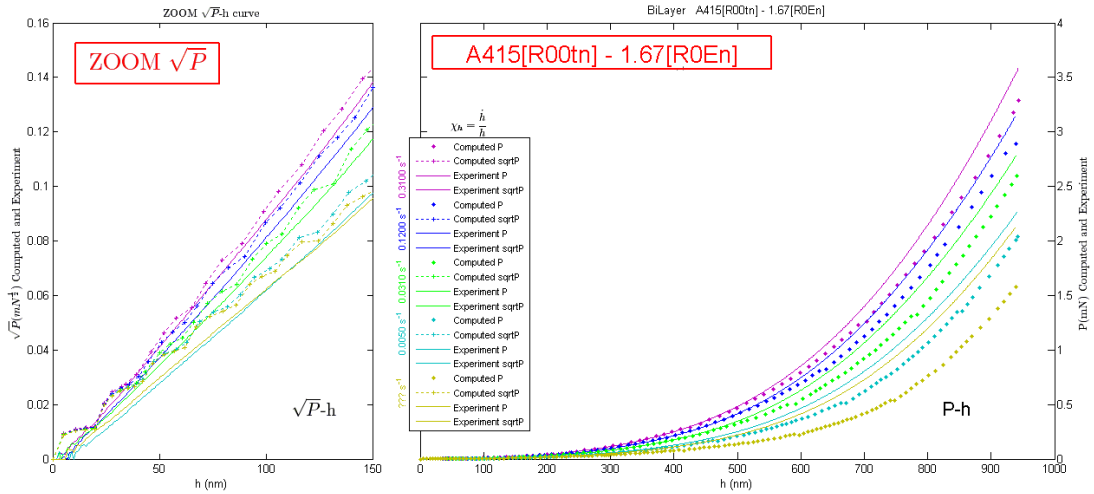


Figure 17 : Comparaison calculs et expériences de nanoindentation bicouche **A415[R00tn]-1.67[R0En]**

A faible pénétration, les forces sont en bon accord avec l'expérience. L'effet de vitesse est très bien décrit. Une petite surestimation dans l'ensemble apparaît, mais reste raisonnable. Le principe de ce régime est qu'il permet de choisir la rhéologie du **A415** à faible déformation plastique. A forte pénétration, on sous-estime les forces, mais ces calculs sont faits avec un frottement négligeable. Dans la réalité, l'influence du frottement n'est pas forcément faible. Cette hypothèse est en attente de vérification par des essais de nano-indentation sur les bi-couches fluorés (réduction du frottement). Ces calculs semblent fournir les meilleures approximations de l'expérience. La rhéologie R00tn sera désormais utilisée pour modéliser le **A415** dans la déformation du tricouche.

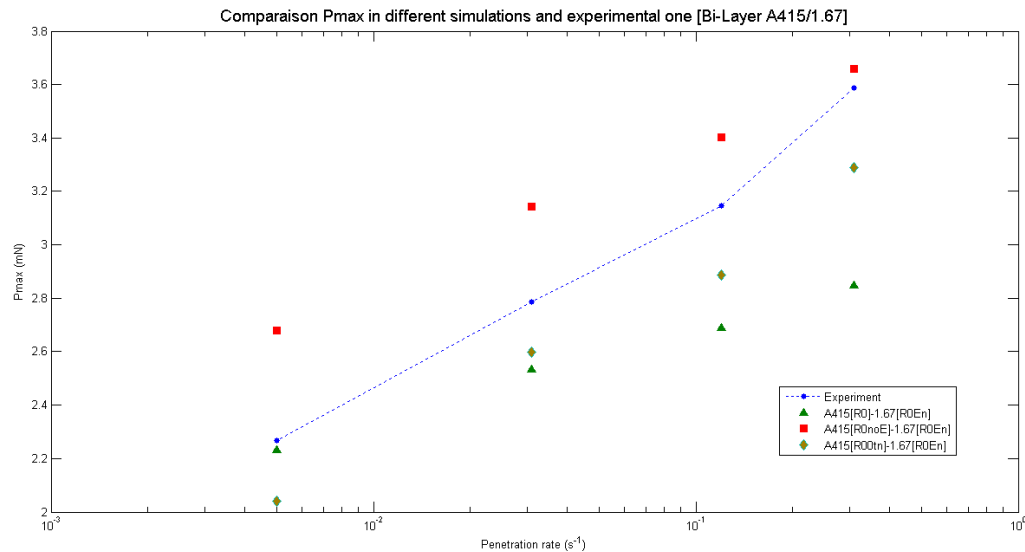


Figure 18 : Comparaison P_{max} selon les calculs et l'expérience de nano-indentation du bicouche **A415[R00tn]-1.67[R0En]** pour les diverses rhéologies du A415.

Afin de comparer plus précisément les trois rhéologies de A415 utilisées pour les simulations de bi-couche, on regarde la force à pénétration maximale (fig.18). Ceci permet de visualiser la situation des forces numériques par rapport aux valeurs expérimentales et l'effet de vitesse.

5. BI-COUCHE ALTIVUS 1.5 SUR SILICIUM

L'étude de nanoindentation sur bi-couche **Altivus 1.5** déposé sur **Silicium** a pour objectif de vérifier et affiner les propriétés de **Altivus**. De nouvelles expériences ont été réalisées chez Essilor avec 5 différentes vitesses d'indentation. Comme dans le cas du **A415** sur **1.67**, une seule cinématique de pénétration est bien exponentielle, celle égale à 0.043 s^{-1} . Après avoir comparé les résultats de calcul avec l'expérience pour vérifier la rhéologie, on a réalisé une étude de sensibilité des résultats aux paramètres (suivants un seul à la fois) :

- l'épaisseur de **Altivus 1.5**.
- le frottement avec l'indenteur.
- le coefficient d'écrouissage de **Altivus 1.5**.
- la loi de comportement de **Si**.
- Les conditions de contact entre la couche et Si.

Bi-couche Altivus 1.5[R0c] sur Si[R0] – Comparaison avec expérience

Le premier modèle est construit comme suit :

- Les cinématiques expérimentales.
- Le comportement de **Altivus 1.5** (d'épaisseur $5 \mu\text{m}$) est modélisé par le modèle élasto-viscoplastique dont les coefficients sont : $E = 4470 \text{ MPa}$, $\nu = 0.49$, $\sigma_1 = 276 \text{ MPa}$, $m = 0.0663$, $h_g = 35$ (**Altivus 1.5[R0c]**).
- Le comportement de **Silicium** est supposé élastique-parfaitement-plastique, avec les coefficient $E = 150 \text{ GPa}$, $\nu = 0.23$, $\sigma_0 = 4400 \text{ MPa}$ (**Si[R0]**).

➤ Le frottement sur l'indenteur est faible : $\mu=0.02$, $\bar{m}=0.05$.
Les résultats de calcul sont comparés avec l'expériences par des courbes P-h (fig.19).

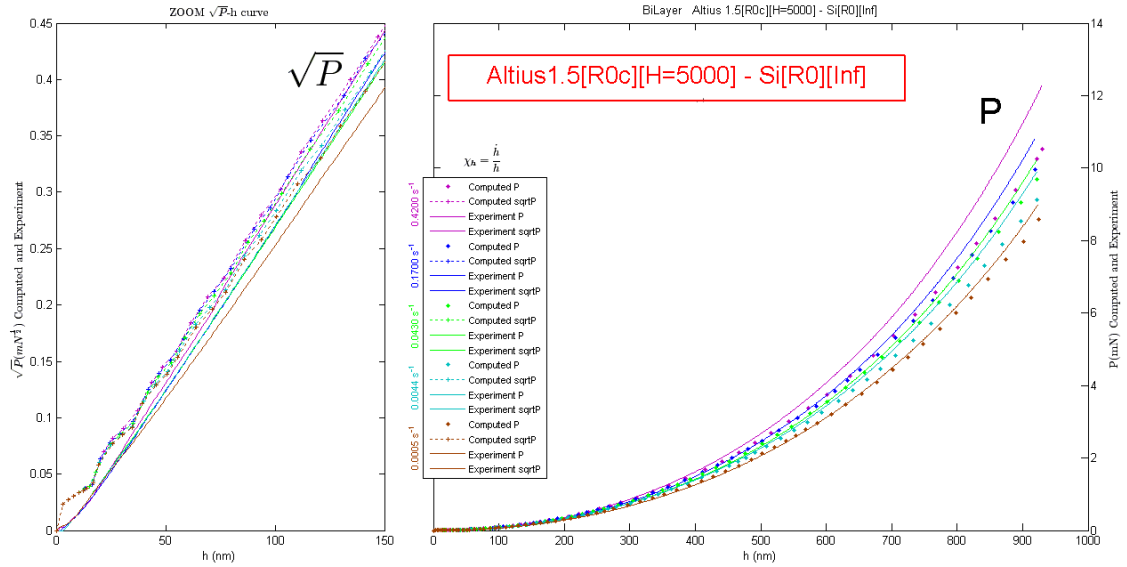


Figure 19 : Altius 15 déposé sur Si, Comparaison des courbes P-h calculés avec expériences (5 différentes vitesses).

On voit que les forces de calcul « suivent » bien les forces de l'expérience (fig.2). A partir de 50nm, les courbes de calculs commencent à être régulières, du au fait que la cinématique est mieux raffinée (corrigé par rapport à **A415/1.67**, fortes irrégularités jusqu'à 150nm de pénétration). A faible pénétration, les pentes des courbes de \sqrt{P} -h simulées semblent parallèle à celles expérimentales. A forte pénétration, une petite sous-estimation de forces au niveau 900nm pénétré pour la plus grande vitesse. Quelques changements de paramètres sont décrits par la suite en espérant mieux approcher des forces.

Sensibilités faibles

Les paramètres sont changés un par un comme décrit dans le tableau suivant :

Paramètre	Frottement	Comport. Si	Ecroui. Altius	Ecroui. Altius
Changement	$\mu=0.2$ (1) $\bar{m}=1.$	E=200 GPa	$h_g=36$	$h_g=45$
Code	Friction	Si[R1]	Altius[R0d]	Altius[R1c]

Ces variations de paramètres n'ont presque aucune influence sur les forces d'indentation maximales. Seuls les changements de frottement (faible à une valeur mesurée sur un vernis (1)) et de coefficient d'écrouissage de **Altius 1.5** ($h_g=35 \rightarrow 45$) provoquent une légère augmentation de force, mais globalement les forces restent inférieures aux forces expérimentales (fig.20).

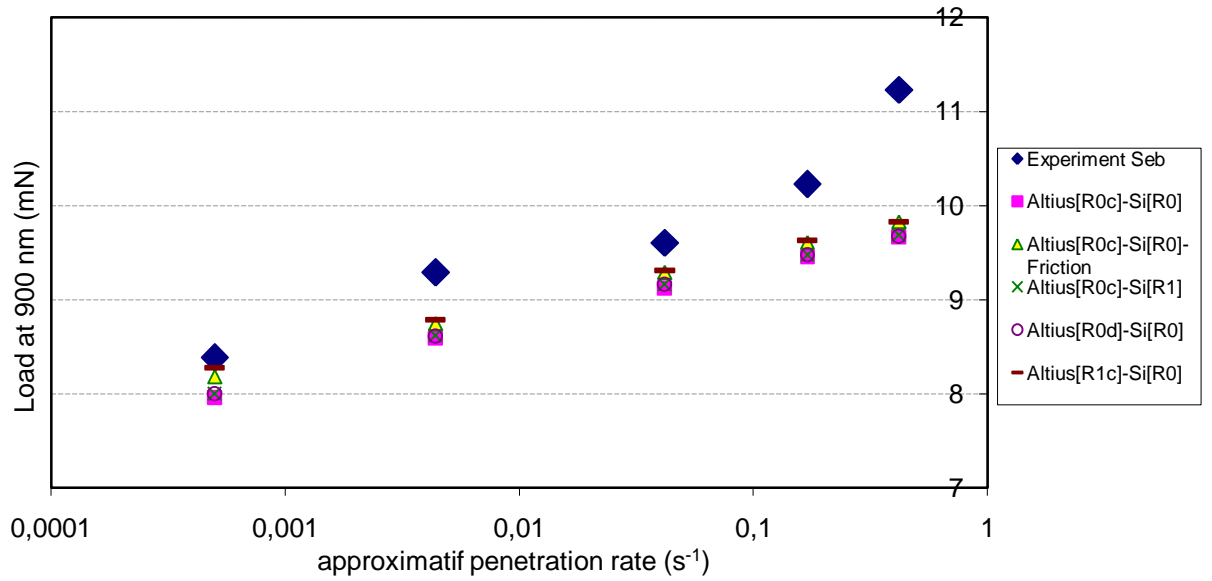


Figure 20 : Altius 15 (5 μm) déposé sur Si, comparaison des forces à 900 nm de l'expérience avec les calculs en diversifiant des paramètres.

Effet de l'épaisseur de vernis

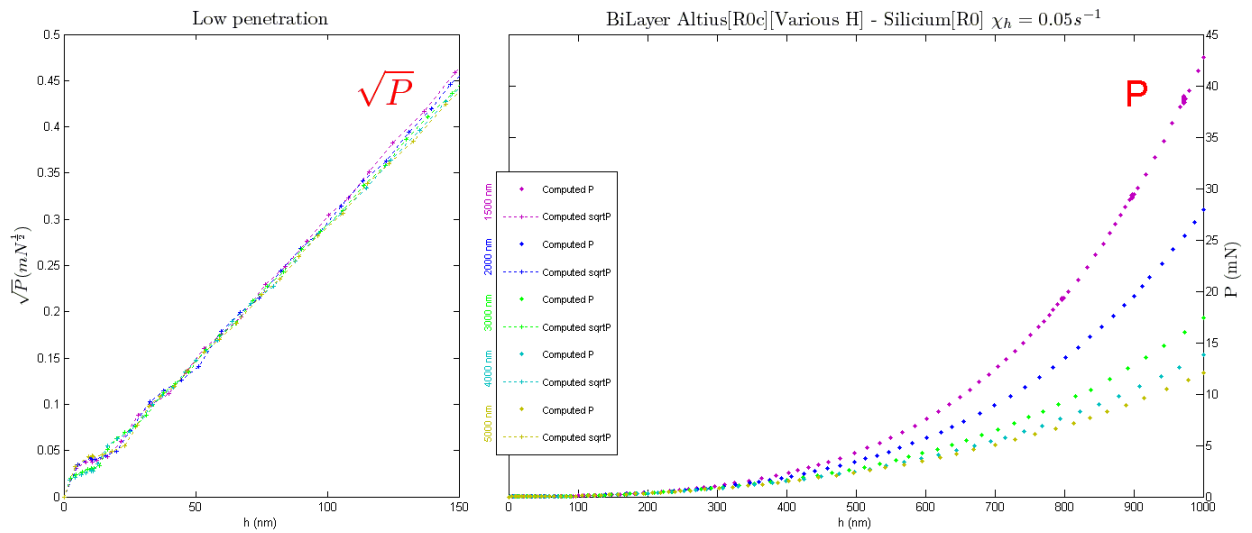


Figure 21 : Evolution de des forces dans les simulations Altius 15 déposé sur Si : 5 différentes épaisseurs d'altius
Vitesse exponentielle $\chi_h = 0,05 \text{ s}^{-1}$.

Cet effet n'est étudié que dans le cadre des simulations. Les paramètres des propriétés mécaniques et le frottement (faible) conservés (Altius[R0c], Si[R0]). L'indenteur est piloté par la cinématique analytique : $\chi_h = 0.05 \text{ s}^{-1}$. on considère 5 différentes épaisseurs : $H_{\text{vern}} = 1.5 \mu\text{m}$, $2 \mu\text{m}$, $3 \mu\text{m}$, $4 \mu\text{m}$, $5 \mu\text{m}$.

μm (fig.21). A faible pénétration, comme prévu, les forces sont presque identiques. A forte pénétration, la réponse de **Si** sur la surface est différente selon les épaisseurs. Plus la couche **Altius** est fine, plus les forces augmentent. En normalisant les courbes de simulation ($P/H_{\text{vern}}^2 - h/H_{\text{vern}}$), les 5 courbes s'identifient à une courbe normalisée unique (fig.22).

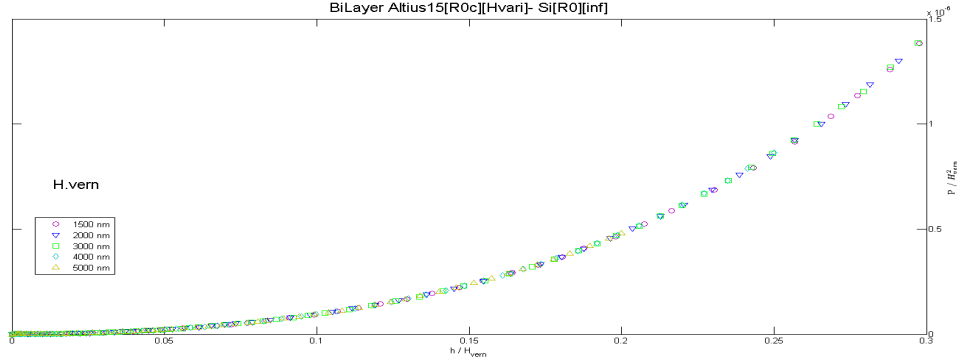


Figure 22 : Courbes normalisée $P/H_{\text{vern}}^2 - h/H_{\text{vern}}$ selon les simulations Altius 15 (diverses épaisseurs H_{vern}) déposé sur Si : 5 différentes épaisseurs.

Cette identification peut être vérifiée expérimentalement et pourrait simplifier l'étude avec les différentes épaisseurs. En particulier, elle permettrait de vérifier le rapport des épaisseurs déposées.

Effet des conditions de contact de l'Altius 1.5 sur le Si

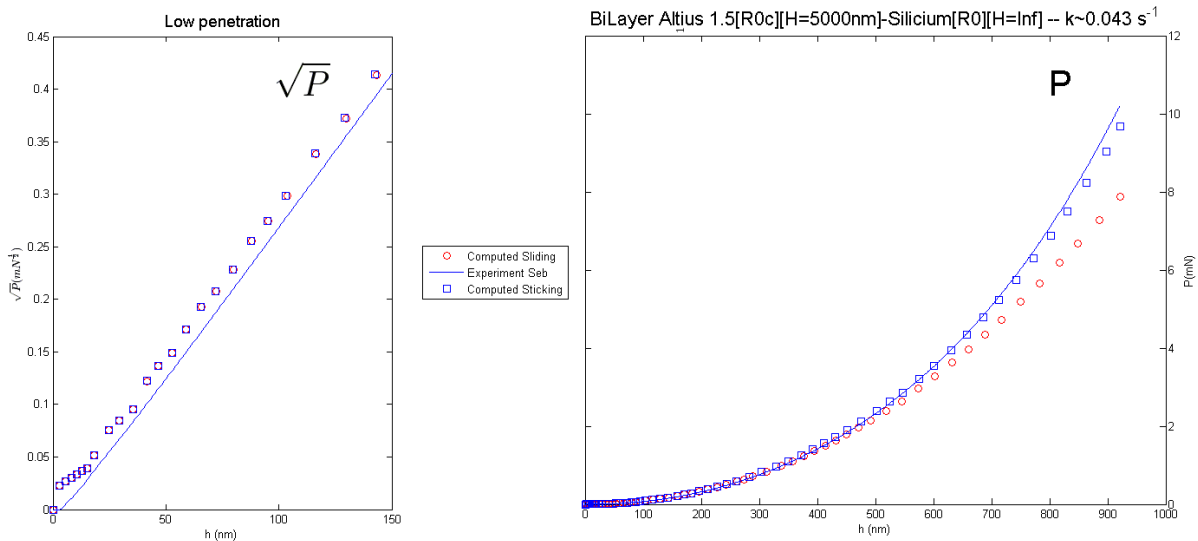
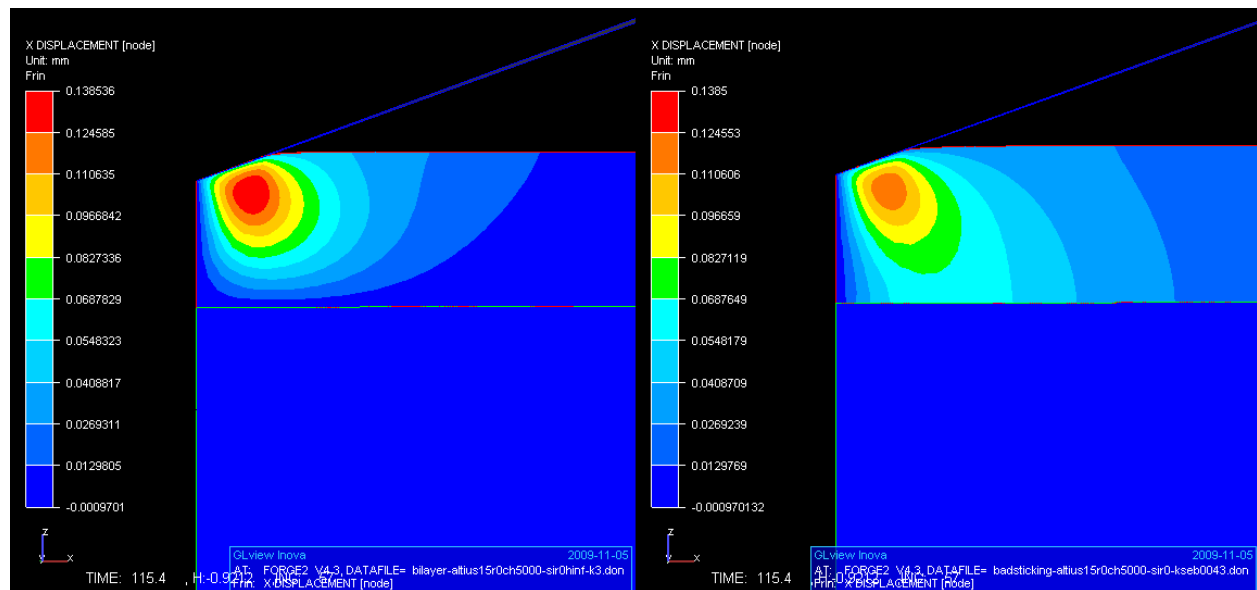


Figure 23 : Altius 1.5 (μm)/Si : Evolution de forces dans l'expériences (XP) et selon 2 modèle de contact altius (5 μm) sur silicium : bilatéral-collant, bilatéral-glissant ($\chi_h \sim 0.043 \text{ s}^{-1}$)

Une étude de comparaison d'expériences réalisées à Essilor et au CEMEF révèle certaines incohérences (annexe) : aux fortes pénétrations, la courbe CEMEF est en dessous et son évolution semble trop faible. Une hypothèse est que l'adhésion du **Altius** au **Si** dans les échantillons envoyés au CEMEF n'est pas parfaite. On a donc testé cette hypothèse simulation numérique. Deux simulations sont construites avec exactement des mêmes paramètres, seul le type de contact entre **Altius** et **Si** est différent : un avec le contact **bilatéral-collant**, l'autre avec **bilatéral-glissant** (contact maintenu, mais aucune résistance au glissement relatif). Les deux simulations sont menées avec la cinématique expérimentale correspondant à la vitesse $x_h \sim 0.043 \text{ s}^{-1}$. La comparaison des forces (fig.23) montre que l'influence du type de contact n'est pas négligeable. A faible pénétration, cet effet n'influence pas sur les résultats de calcul. Mais à forte pénétration, l'absence d'adhésion entre les couches diminue les forces. Cet effet s'explique bien si l'on considère la carte des déplacements radiaux U_r à la pénétration maximale (fig.24) : l'absence de frottement à l'interface permet au silicium de glisser sur le silicium et ainsi de réduire sa déformation sous l'indenteur et les contraintes correspondantes. Notons que la simulation avec adhésion parfaite est en bon accord avec les résultats du XP.



a) Contact collant entre Altius et silicium

b) Contact sans frottement entre Altius et silicium

Figure 24 : Effet des conditions de contact altius/Si sur le déplacement radial U_r

6. TRI-COUCHE ALTIUS 1.5-A415-1.67

Comme le cas de l'**Altius** déposé sur **Si**, la première simulation est construite pour comparer avec l'expérience. Celle-ci est réalisée avec les rhéologies établies précédemment c.a.d : **Altius15[R0c]**, **A415[R0tn]**, **1.67[R0En]**. On analyse ensuite le mode déformation des couches et

l'état de contrainte et déformation du vernis. Enfin, on réalise une étude de sensibilité aux principaux paramètres :

- L'effet d'épaisseurs.
- Le frottement avec l'indenteur.
- L'érouissage de **Altius 1.5**.
- Le module d'Young de **1.67**.
- Le module d'Young de **Altius 1.5**.
- L'érouissage de **A415**.

6.1 Comportement global du tricouche et validation globale des conditions de calcul

L'objectif est de comparer son comportement mécanique à l'expérience, soit la courbe P-h.

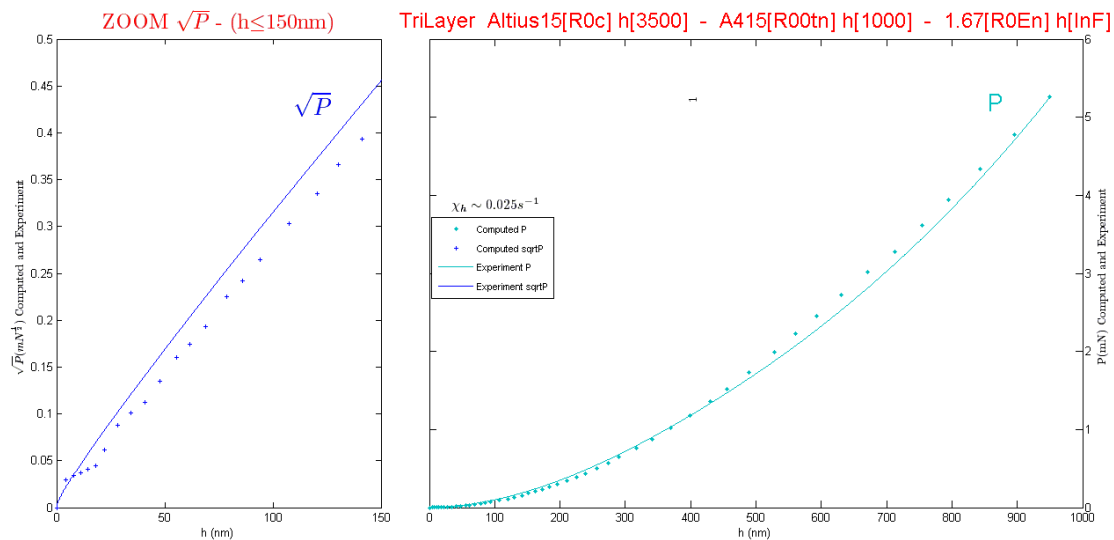


Figure 25 : Force d'indentation du tri-couche selon la simulation et l'expérience.

Les trois matériaux sont empilés avec les épaisseurs successives 3500 nm, 1000 nm et 2 mm. L'indentation est pilotée en maintenant la vitesse de chargement $\frac{P}{h} = 0.05 \text{ s}^{-1}$ constante, ce qui donne approximativement $\frac{h}{h} \sim 0.025 \text{ s}^{-1}$. Pour la meilleure comparaison, la cinématique dans les calculs est celle de l'expérience. La courbe P-h (fig.25) est analysée à deux régimes. A faible pénétration, une petite sous-estimation des forces apparaît. Ceci peut être la conséquence d'une sous-estimation du module d'Young, de la consistance ou du coefficient d'érouissage de l'**Altius 1.5** (mais il faut noter que ce n'était pas le cas sur la fig.23). Ces trois paramètres sont dans le futur à analyser et ajuster avec précaution, car à forte pénétration, les forces sont assez bien estimées.

6.2 Etat de déformation et de contrainte dans le tricouche

On voit sur la fig.26 qu'à pénétration maximale, le déplacement radial est maximal dans le primaire, contrairement au cas vernis/Si (fig. 24) et que les déplacements verticaux U_z sont significatifs dans le substrat : La force risque donc d'être influencée par la rhéologie du substrat.

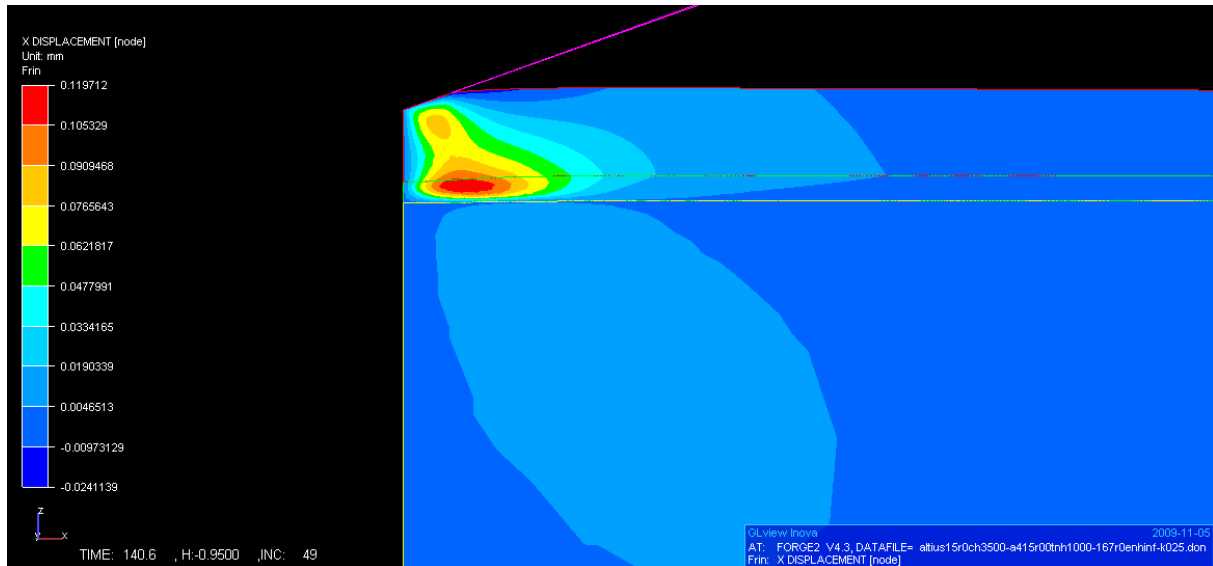


Figure 26. : Déplacement radial U_r dans la simulation Tricouche.

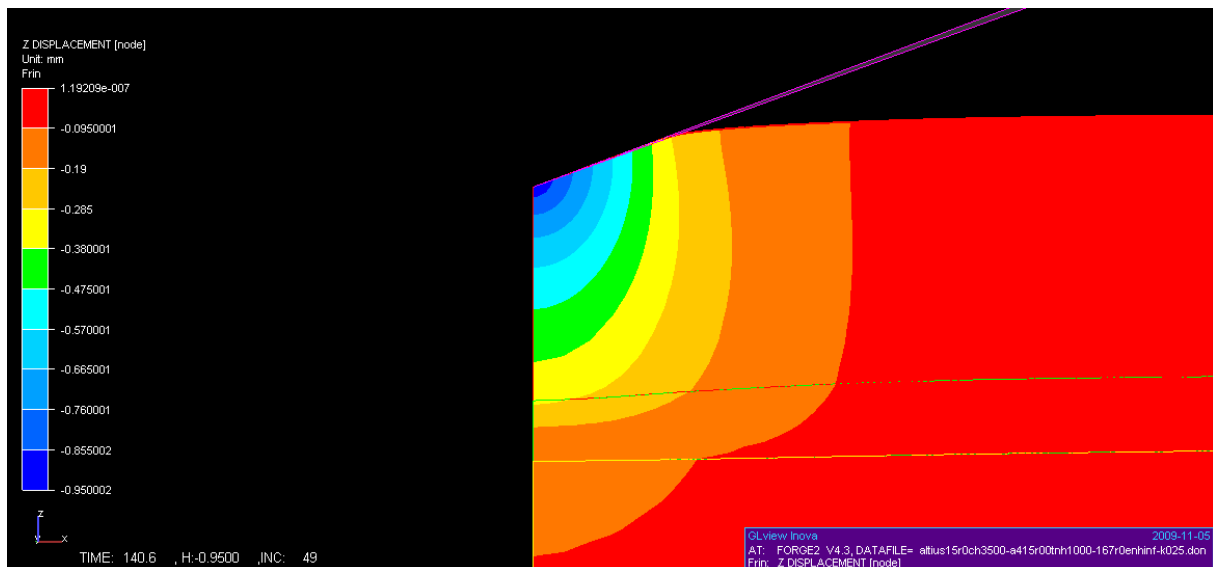


Figure 27. : Déplacement vertical U_z dans la simulation du tricouche.

La fig. 28 montre que le primaire concentre les déformations verticales ε_{zz} du fait de sa dureté et de sa raideur plus faibles, si bien que le vernis, mal soutenu, est mis en flexion juste au-dessus de l'interface avec le primaire (fig.29). En conséquence, le vernis est soumis dans cette zone d'élongation à une contrainte de traction (fig. 30a). Par contre, la cission interfaciale σ_{rz} reste faible et apriori peu dangereuse (fig. 30b). Noter que, juste sous la pointe de l'indenteur, le vernis est soumis à une intense élongation radiale, mais sous un état de contrainte plus compressif.

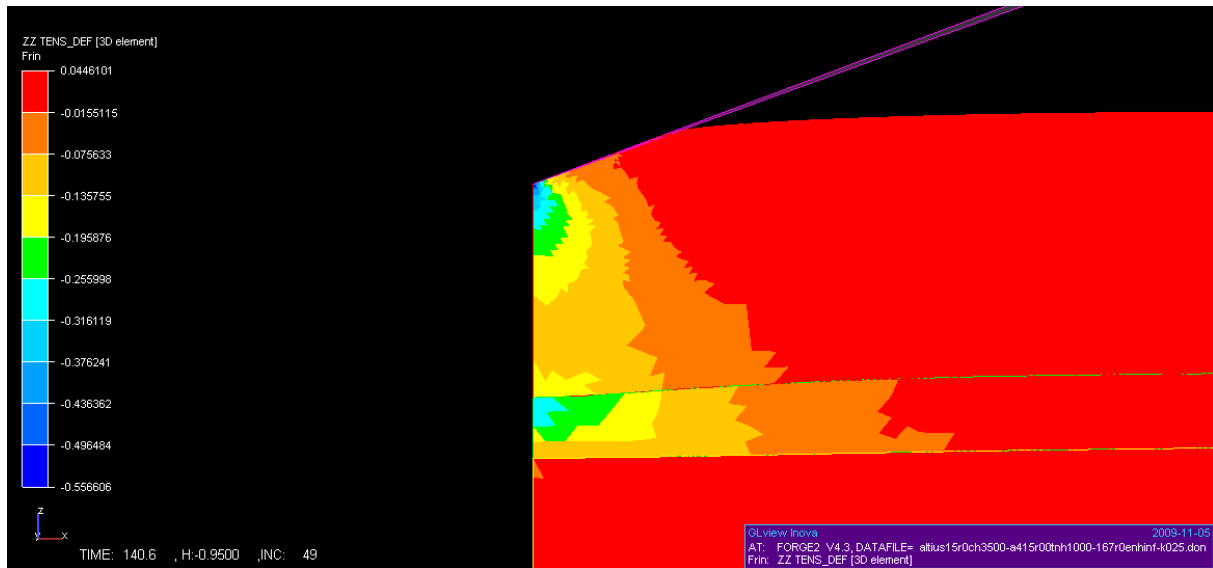


Figure 28 : Déformation verticale ε_{zz} dans la Simulation du tricouche.

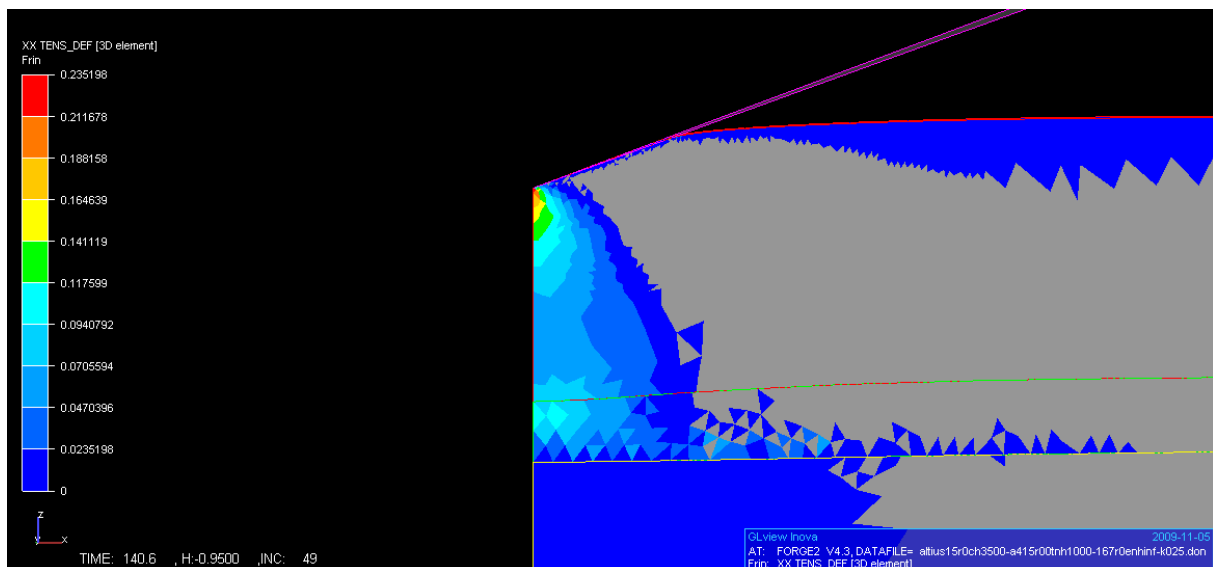
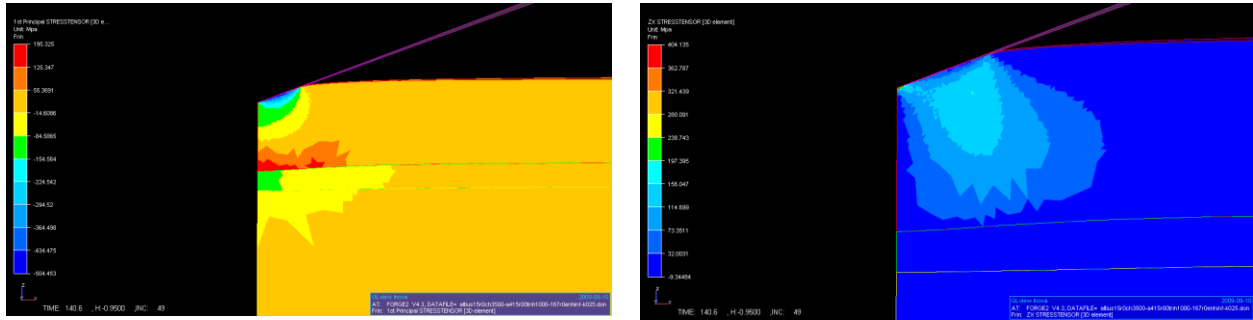


Figure 29 : Déformation radiale ε_{rr} dans la simulation du tricouche (on n'affiche que les valeurs positives).



a) Première contrainte principale σ_1
 b) Contrainte tangentielle τ_{rz}
 Figure 30 : Distribution de la 1^{ère} contrainte principale (a) et contraintes de cisaillement (b) dans une simulation tri-couche à pénétration maximale.

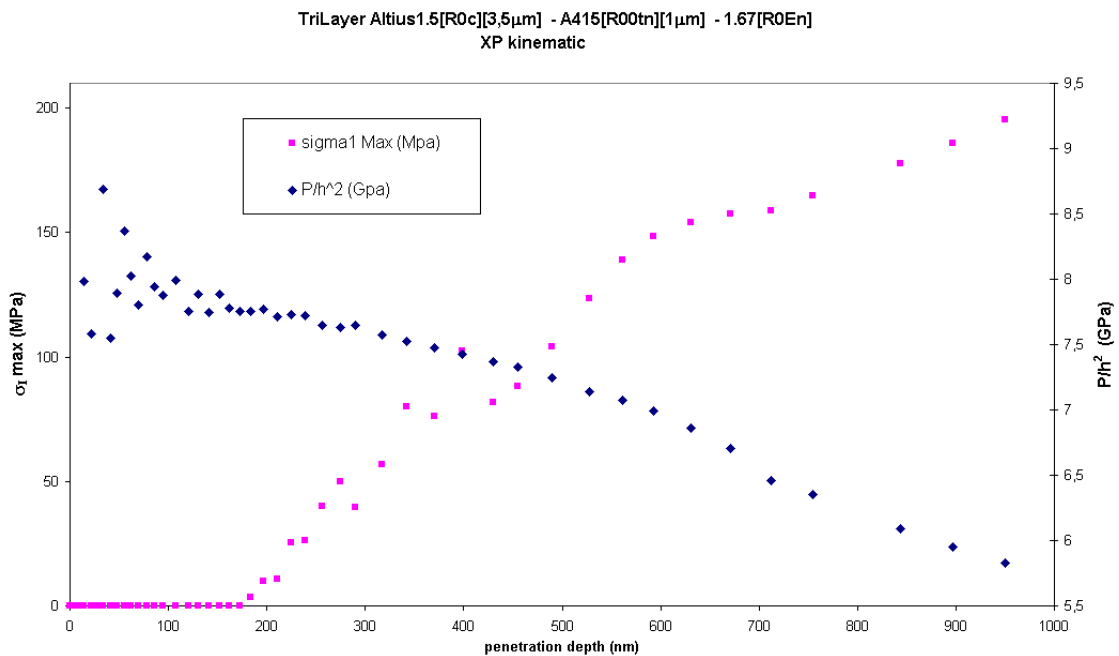


Figure 31 : Evolution de $C=P/h^2$ et de la contrainte de traction maximale au cours de l'indentation.

Au cours de l'indentation (fig.31), la « constante de Kick » $C=P/h^2$, d'abord constante, aux incertitudes numériques près, pour $h < 150$ nm environ, décroît ensuite alors que la première contrainte maximale augmente et atteint 195MPa au niveau de l'interface **Altius** avec **A415** au maximum de pénétration. On voit à partir de 200 nm de pénétration, l'apparition au voisinage de l'interface de ces tensions. On note sur la fig.31 que la tension maximale, d'abord fortement croissante, évolue ensuite plus lentement, ce qui suggère que, pour ce tricouche, l'effet est proche de sa saturation.

6.3 Etude paramétrique du comportement du tricouche

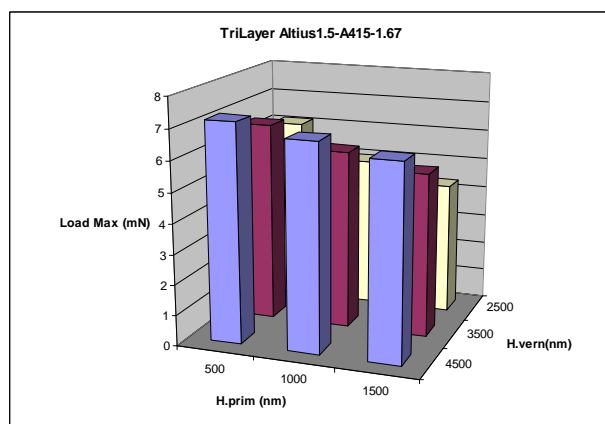
Effet des épaisseurs du Tri-couche

Trois différentes épaisseurs de **Altius** et **A415** constituent un jeu de neuf épaisseurs variées comme suit :

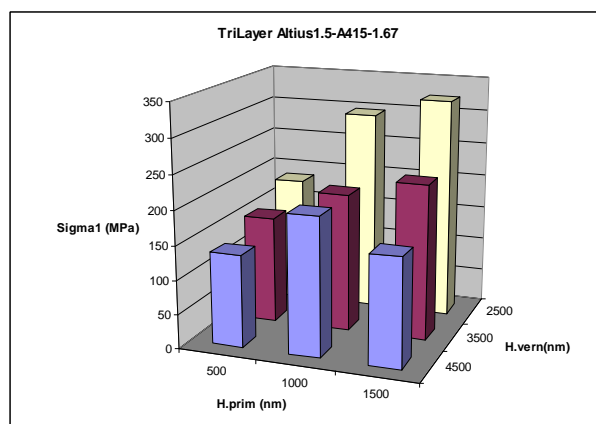
	Behaviour	Thickness (μm)
Altius 1.5	R0c	H.vern = 2.5 3.5 4.5
A415	R00tn	H.prim = 0.5 1.0 1.5
1.67	R0En	infini

Les simulations sont construites avec tous les mêmes paramètres, seules diffèrent les épaisseurs. Le frottement dans tous les cas est supposé négligeable. La cinématique est choisie analytiquement $\chi_h=0.05 \text{ s}^{-1}$, car cette gamme de vitesse ($\sim 10^{-2}$) est particulièrement stable dans les essais sur XP. L'indenteur s'enfoncera jusqu'à $h_{\text{max}}=1 \mu\text{m}$ dans tous les cas.

Ces simulations permettent de voir l'évolution des forces (fig.32a) et de la contraintes de traction (fig.27b) selon les épaisseurs. Leurs variations sont opposés : plus la force d'indentation augmente, plus la 1^{ère} contrainte principale maximale à l'interface Altius 1.5 – A415 diminue. Le cas le plus dangereux pour le vernis est celui où le vernis est le plus fin ($H_{\text{vern}}=2.5 \mu\text{m}$), et le primaire est le plus épais ($H_{\text{prim}}=1.5 \mu\text{m}$).



a) Forces maximales



b) Tensions maximales

Figure 32 : Variation de la force maximale et de la première contrainte principale maximale avec les différentes épaisseurs.

La fig.33 montre qu'en première approximation, la première contrainte principale maximale est une fonction linéaire décroissante de la force d'indentation.. Le cas qui se trouvant en position médiane est celui des épaisseurs standards : $H_{\text{vern}}=3.5 \mu\text{m}$, $H_{\text{prim}}=1.5 \mu\text{m}$.

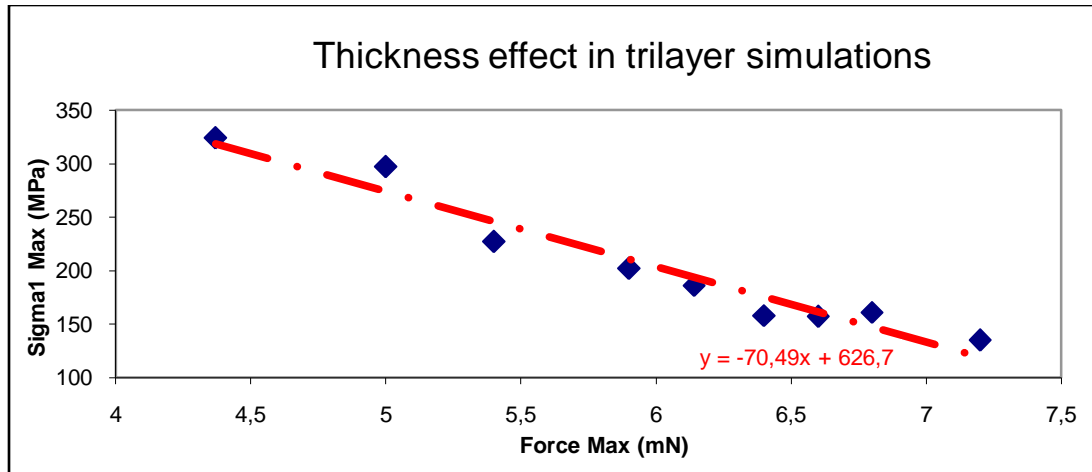


Figure 33: Variation de la première contrainte principale maximum en fonction de la force d'indentation à maximum pénétration.

Etude de sensibilités aux paramètres rhéologiques et tribologiques

Paramètre	Changement	code
Frottement avc. Indenteur	$\mu=0.2$; $\bar{m}=1.$	Friction
Ecrouisseage de Altius	$h_g=45$	Altius1.5[R1c]
Module de Altius	$E = 2\text{GPa}$	Altius1.5[R0cE2GPa]
Ecrouisseage de A415	$h_g=3$	A415[R10n]
Module de 1.67	$E = 2\text{GPa}$	1.67[R0E2GPa]

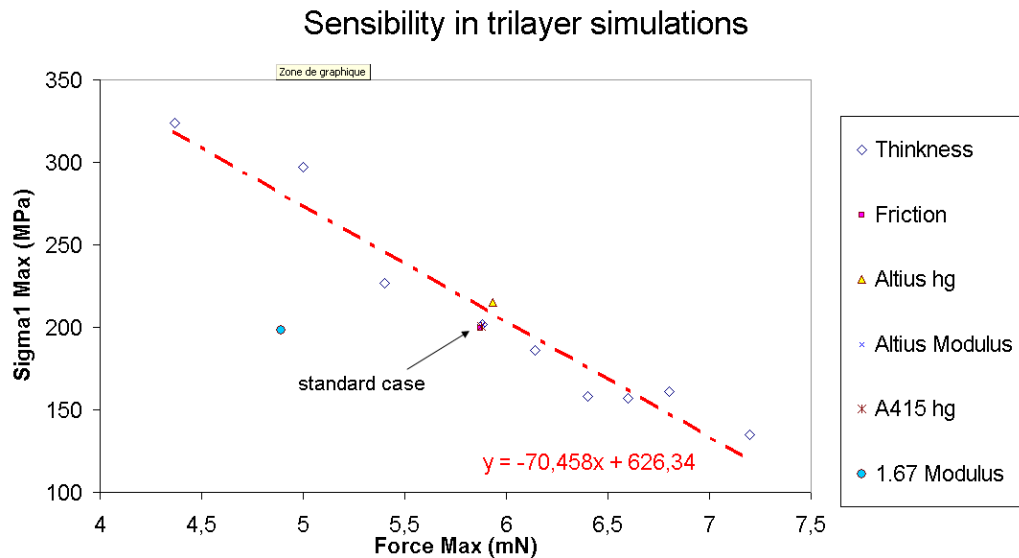


Figure 34 : Sensibilités des résultats dans les simulations du tri-couche : évolution de la contrainte de traction et de la force.

Quelques paramètres sont changés afin de voir leur influence dans l'évolution de la force et de la contrainte de traction maximale. Ces résultats sont analysés ensemble avec l'effet d'épaisseur (fig.34). Seul le module d'Young de **1.67** a une forte influence sur la force d'indentation, mais la

contrainte de traction maximale ne varie pas de manière significative, ce qui montre que la mise en flexion du vernis dépend essentiellement du primaire: En diminuant le module de 4.9 GPa à 2 GPa, la force à pénétration maximale passe de 5.9 mN à 4.9 mN. Les autres changements de paramètres décrivant des propriétés mécaniques n'ont pas d'influence ou bien une très légère influence (écrouissage de **Altius**).

V- CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

On a réalisé des simulations numériques de l'essai d'indentation sur matériaux monocouches, bicouches et tricouches sur la base des résultats antérieurs de C. Combeaud. Par comparaison avec des résultats expérimentaux; on a obtenu les résultats suivants.

- nous avons en premier lieu amélioré la modélisation rhéologique des trois matériaux substrat 1.67, primaire A415 et vernis Altius 1.5.
- La simulation du tri-couche montre, comme prévu, que pour des pénétrations croissantes, il apparaît des contraintes principales croissantes de traction dans le vernis au voisinage de l'interface vernis-primaire. Ces contraintes varient essentiellement avec les épaisseurs du vernis et du primaire, entre 160 et 380 MPa dans le sens prévu : tension d'autant plus forte que le vernis est plus mince et le primaire plus épais. Par contre, il n'apparaît pas de cisssion interfaciale significative.
- Ces résultats montrent qu'il existe une relation linéaire entre la tension maximale dans le vernis et la force maximale d'indentation. La force maximale diminue avec le module du substrat, alors que la tension maxiale est peu affectée.

VI- ANNEXE : COMPARAISON XP-HYSITRON

1. CINÉMATIQUES :

Certains essais réalisés au CEMEF sur Hysitron sont comparés avec des résultats réalisés à Essilor sur XP. En regardant les cinématiques, il apparaît que, en moyenne, l'Hysitron met plus de temps pour stabiliser la consigne de pilotage l'indenteur (fig35), mais, pour des raisons inexplicées, la consigne semble atteinte rapidement dans certains essais. En plus, Hysitron ne donne pas toujours le bon pilotage. Donc pour avoir de meilleures comparaisons, il faut choisir uniquement des essais qui ont la bonne cinématique, et ceci d'autant plus que les matériaux indentés sont plus sensibles à la vitesse de déformation..

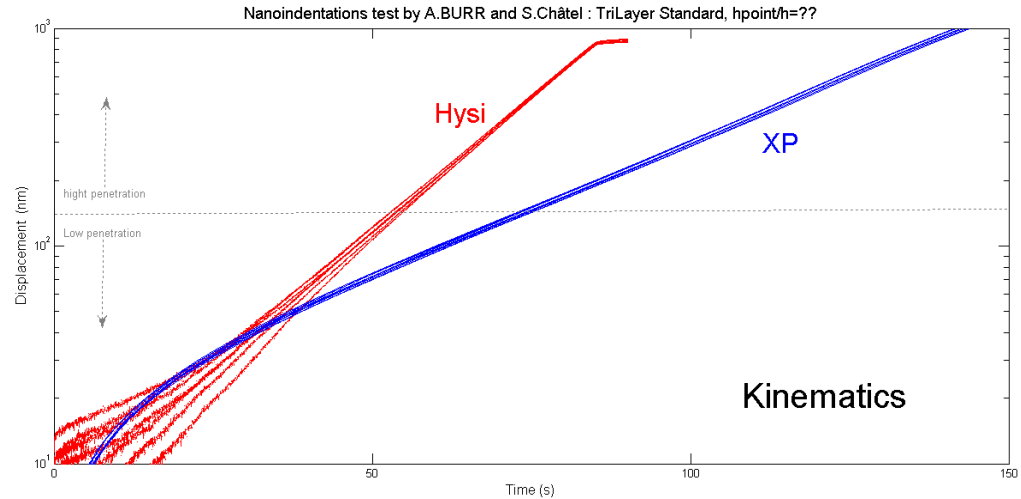


Fig.35 : Comparaison des Cinématiques expérimentale Hysitron – XP : indentation du tricouche

2. COMPARAISON TRICOUCHE : ALTIUS/A415/1.67

A faible pénétration (fig.36), $P^{1/2}$ est sensiblement une fonction linéaire de h , avec une pente identique pour les 2 appareils. A forte pénétration (fig.37), la force sur Hysitron est assez dispersée, mais le domaine de variation contient les courbes XP.

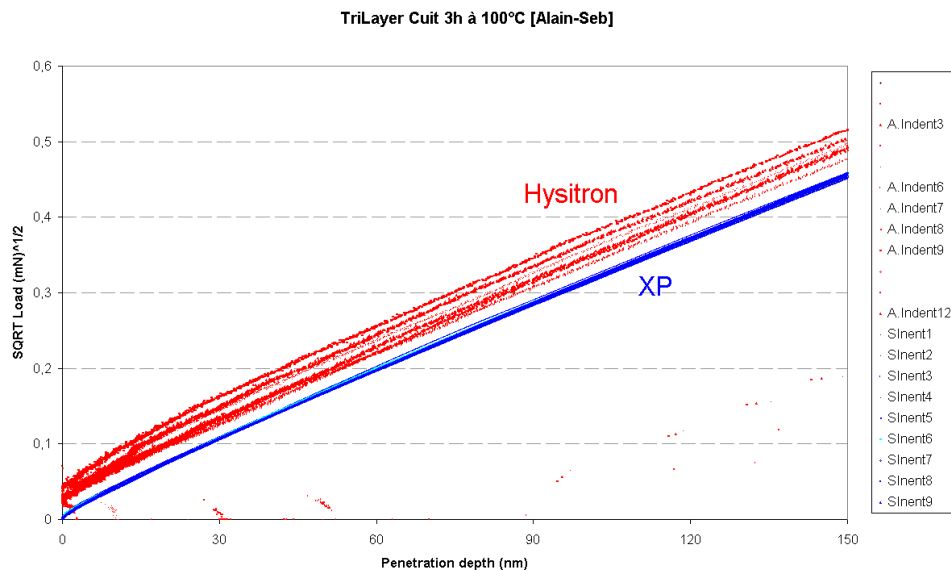


Fig.36 : Comparaison indentations Tricouche à faible pénétration sur XP et Hysitron

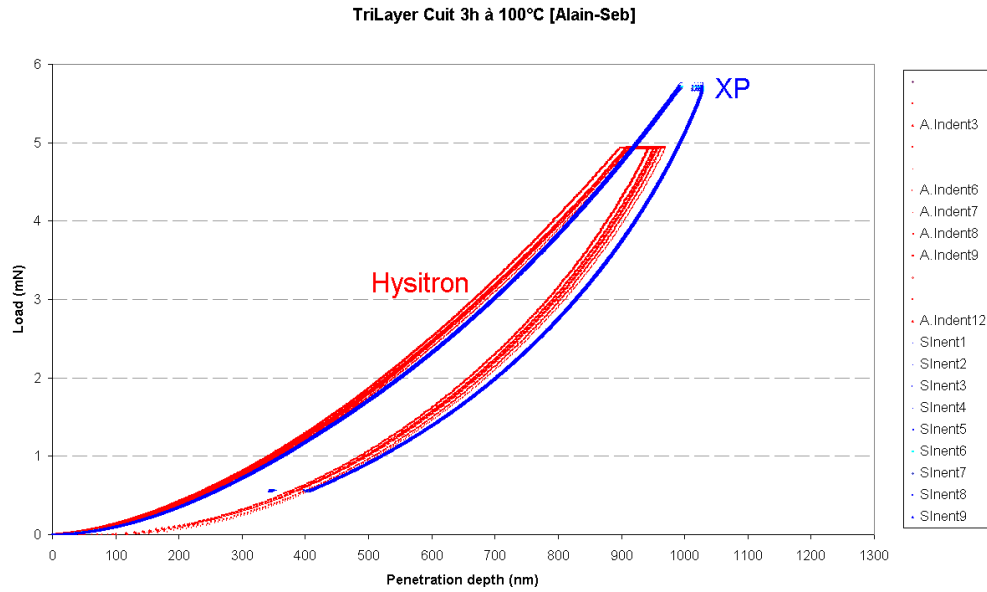


Fig.37 : Comparaison indentations Tricouche à forte pénétration sur XP et Hysitron

3. COMPARAISON BICOUCHE : ALTIUS/Si

BiLayer Altius 1.5 / Si Cuit 3h à 100°C Alain12Indent-Seb1Indent

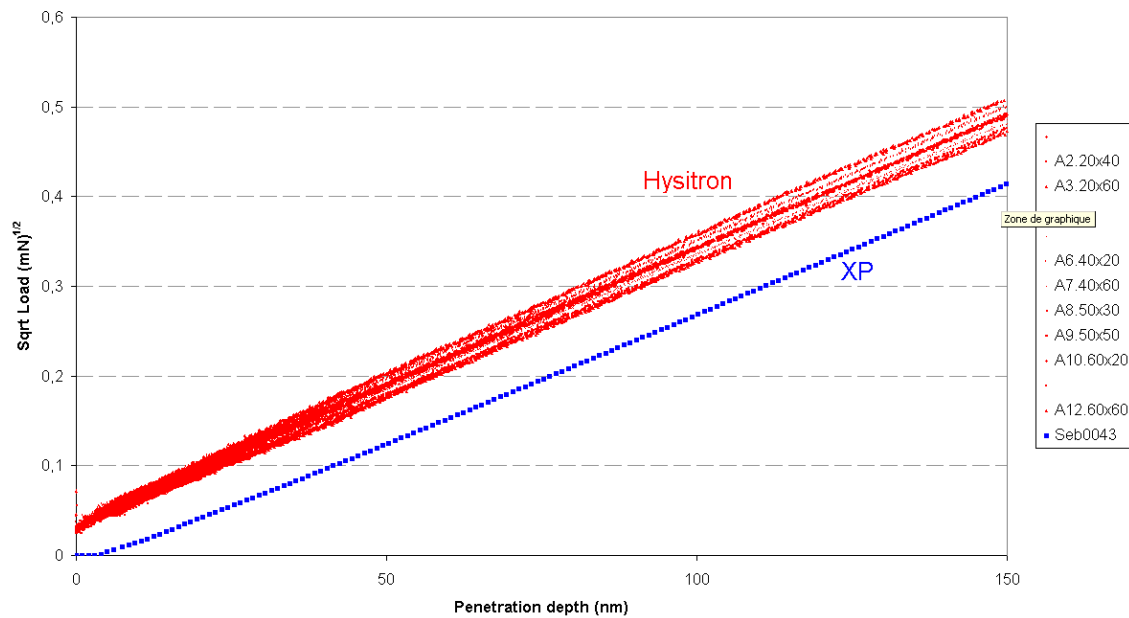


Fig.38 : Comparaison des indentations XP et Hysitron du Bicoche Altius/Si à faible pénétration

A faible pénétration (< 150 nm), les courbes $P^{1/2}$ -h semblent linéaires et parallèles (fig.38). A forte pénétration (fig.39), $h > 500$ nm, la force d'indentation de XP remonte nettement plus haut que celle de l'Hysitron. En regardant les tracés de $P^{1/2}$ -h à forte pénétration on observe une anomalie sur les courbes du CEMEF. L'Altius 1.5 est déposé sur du Si qui est un matériau beaucoup plus dur et raide, la courbe doit normalement être au dessus de la droite obtenue aux faibles

pénétrations $h < 150$ nm et la pente doit croître, au moins dans un certain domaine. Ce phénomène est dû à l'influence croissante du Si à forte pénétration. La courbe de XP paraît normale, et présente une pente croissante, mais les courbes de Hysitron sont au contraire, en dessous de la droite initiale et leur pente semble décroître (Fig.40).

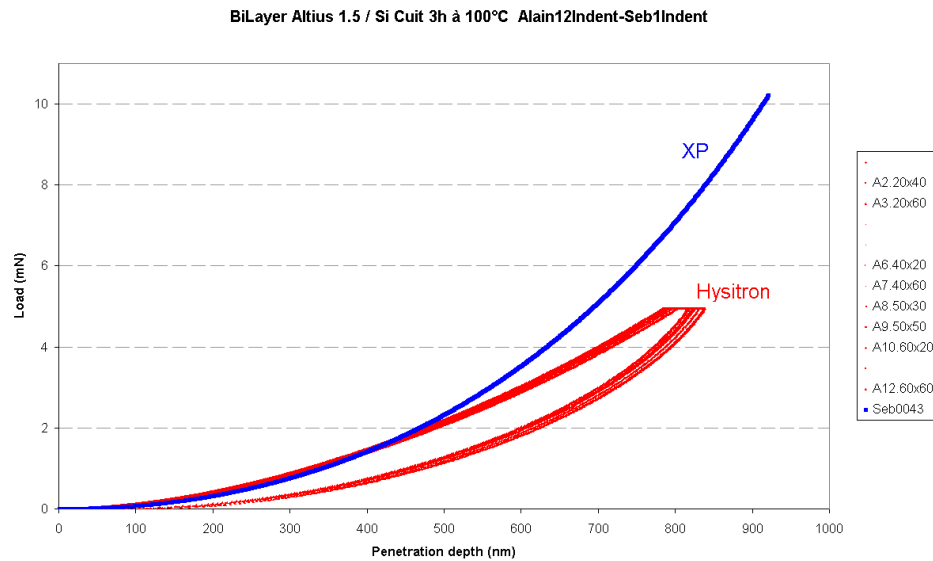


Fig.39 : Comparaison Comparaison des indentations du bicouche altius/si à faible pénétration sur XP et Hysitron
Bicouche Altius/Si à forte pénétration (courbe P-h)

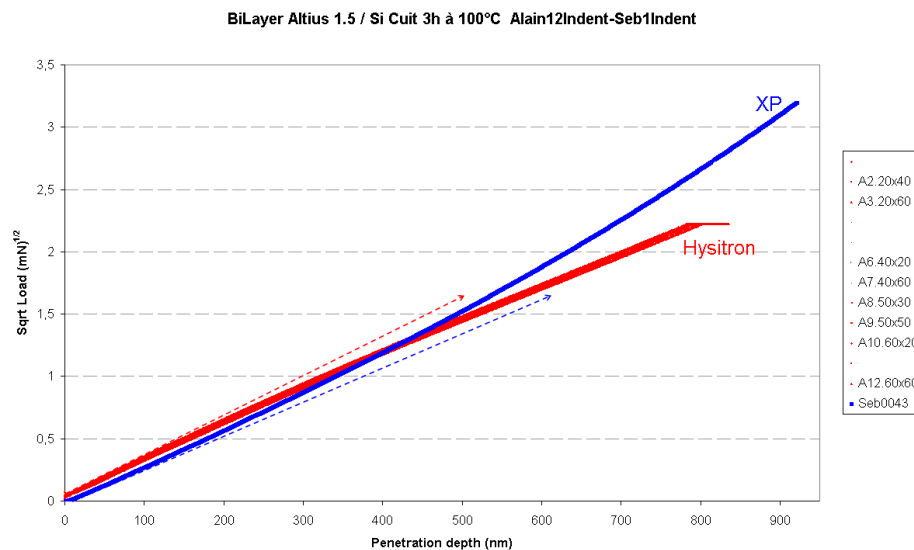


Fig.40 : Comparaison des indentations sur XP et Hysitron du bicouche Altius/Si à forte pénétration
(courbes $P^{1/2}$ -h)

On a déjà observé dans le passé des bizarreries lors de l'indentation par XP de vernis déposé sur Si : influence bizarre de l'épaisseur déposée. Cet affaiblissement progressif apparent du bicouche altius/Si pourrait être dû à un glissement du film sur le Si. La simulation numérique montre

que un manque d'adhésion diminue bien la force à forte pénétration, mais l'effet n'a pas l'ampleur observée. Il est plus probable que le problème vienne de la qualité de l'appui du wafer de silicium sur son support : le wafer est très mince et très souple : un mauvais appui produit une flexion élastique du wafer.

4. MODÈLES RHÉOLOGIQUES

Ci-dessous sont des modèles rhéologiques avec les codes de modèle qui sont implémentées dans les calculs.

Code modèle	Elasticité	Platicité
1.67[R0]	E=2.8GPa ; ν =0.4	<i>Mesures de la compression</i>
1.67[R0En]	E=4.9GPa ; ν =0.4	<i>Mesures de la compression</i>
1.67[R0E2GPa]	E=2.0GPa ; ν =0.4	<i>Mesures de la compression</i>
A415[R0]	E=574MPa ; ν =0.42	<i>Mesures de la traction</i>
A415[R0noE]	E=Infini ; ν =0.42	<i>Mesures de la traction</i>
A415[R00tn]	E=480MPa ; ν =0.45	G'Sell Jonas : σ_1 =41.7MPa ; m =0.251 ; h_g =1.8
A415[R10n]	E=480MPa ; ν =0.45	G'Sell Jonas : σ_1 =41.7MPa ; m =0.251 ; h_g =3.0
Altius 1.5[R0]	E=4.47GPa ; ν =0.49	G'Sell Jonas : σ_1 = 355MPa ; m =0.0663 ; h_g = 0
Altius 1.5[R0c]	E=4.47GPa ; ν =0.49	G'Sell Jonas : σ_1 = 276MPa ; m =0.0663 ; h_g =35
Altius 1.5[R0d]	E=4.47GPa ; ν =0.49	G'Sell Jonas : σ_1 = 276MPa ; m =0.0663 ; h_g =36
Altius 1.5[R1c]	E=4.47GPa ; ν =0.49	G'Sell Jonas : σ_1 = 276MPa ; m =0.0663 ; h_g =45
Altius 1.5[R0cE2GPa]	E= 2 GPa ; ν =0.49	G'Sell Jonas : σ_1 = 276MPa ; m =0.0663 ; h_g =35
Si[R0]	E=150 GPa ; ν =0.23	Parfaitement plastique : σ_1 = 4.4 GPa
Si[R1]	E=200 GPa ; ν =0.23	Parfaitement plastique : σ_1 = 4.4 GPa

BIBLIOGRAPHIE

1. **J.L.Bucaille.** *Simulation numérique de l'indentation et de la rayure des verres organique.* s.l. : Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.
2. **C.Combeaud.** *in situ chechanical study on organique coated glasses - Coated properties and roles.* Sophia Antipolis : Confidential, 2008.
3. **M.MAYA.** *Cours de mécanique des milieux continus.* s.l. : E.N.S.A.M, 08-09.
4. *Platicité en mise en forme.* **E.Felder.** Sophia Antipolis : Technique de l'ingénieur, 2007-2008.
5. **E.Felder.** Mechanical analysis of the indentation of polymers Elasto-viscoplastic approach.
6. Computer code FORGE. [En ligne] <http://www.transvalor.com>.
7. **P-O.BOUCHARD.** *Contribution à la modélisation numérique en mécanique de la rupture et structures multimatériaux.* Sophia Antipolis : Thèse doctorat E.N.S.M.P, 2000.
8. **J.-L.Chenot, R.H.Wagoner.** *Metal forming analysis.* s.l. : Cambridge University Press, 2001.
9. **E.Felder.** *Essais de Dureté : approche théorique.* Sophia Antipolis : s.n.