

Propriétés mécaniques de surface : influence de la rugosité et comparaison avec les propriétés volumiques – Application aux élastomères chargés réticulés

G. Petitet et J.L. Loubet

Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes, Ecole Centrale de Lyon, 69 131 Ecully, France

Reçu le 7 Septembre 2003 – Version finale acceptée le 18 Mai 2004

Résumé : Cet article propose d'une part d'évaluer l'impact de la rugosité sur la mesure des propriétés rhéologiques de surface par la technique de nano-indentation et d'autre part d'établir une relation entre les propriétés élastiques obtenues par les caractérisations volumiques et surfaciques. Les résultats trouvés sont appliqués aux élastomères chargés réticulés, dont la formulation est proche de celle des pneumatiques, et à l'usure. Celle-ci a été réalisée sur un dispositif spécifique de laboratoire. La théorie présentée permet de justifier les apparentes variations des cartographies de propriétés mécaniques de surface par l'effet des rugosités et de leurs courbures. Les différents essais montrent par ailleurs que les propriétés mécaniques de surface de l'élastomère étudié n'évoluent plus au cours de l'usure après leur accommodation. Grâce à l'homogénéité du matériau testé à l'échelle investiguée, une relation est établie entre les grandeurs issues d'essais impliquant la surface du matériau et des caractérisations volumiques.

Mots clefs : élastomère, pneumatique, nano-indentation, rhéologie, propriétés dynamiques

1. Introduction

La connaissance de la rhéologie de la surface des matériaux et de son évolution revêt une grande importance en tribologie. En effet, les propriétés mécaniques interviennent de manière explicite même dans les lois d'usure les plus simples comme, par exemple, dans la loi d'Archard [1] pour laquelle le module d'Young et la dureté apparaissent. L'enlèvement de matière se produisant à des échelles faibles – dans la plupart des cas inférieure à 100 μm –, il est nécessaire de disposer de moyens expérimentaux capables de mesurer la rhéologie du matériau usé à une telle échelle. La nano-indentation instrumentée est une technique appropriée pour avoir accès au comportement mécanique local du matériau. Cette méthode de caractérisation a débuté dans les années 80 [2-3]. Elle permet de caractériser mécaniquement les surfaces des matériaux avec des profondeurs de pénétration de quelques dixièmes à quelques dizaines de micromètres. Cependant, l'analyse des données fournies nécessite d'évaluer précisément la surface de contact. Lorsque la surface testée est parfaitement plane, la surface de contact se déduit de considérations géométriques simples pour un matériau visco-élastique, or les surfaces usées sont souvent très accidentées ce qui influe parfois

fortement sur la réponse mesurée. Cet article propose ainsi d'en quantifier l'impact pour la détermination de l'évolution des propriétés mécaniques d'un élastomère chargé réticulé usé par un dispositif de laboratoire. Il est également effectué une comparaison entre les résultats issus d'expériences de nano-indentation et divers essais de caractérisation volumique.

2. Moyens expérimentaux

Le caoutchouc testé est un styrène-butadiène (SBR 1500) qui contient, pour 100 g d'élastomère, 50 g de noir de carbone (N234) et des additifs (5 g de ZnO, 2 g d'acide stéarique, 1 g de 6PPD, 1.2 g de soufre et 1.2 g de CBS). Les mesures effectuées sur un rhéomètre montrent que l'élastomère ainsi obtenu à sa transition vitreuse à la température de -36°C et un module d'Young sur le plateau caoutchouteux de 12 MPa à une fréquence de 1 Hz et pour une déformation de 0.1 %. Le matériau est supposé incompressible dans le domaine d'étude : le coefficient de Poisson, ν , est égal à $\frac{1}{2}$, donc $E' = 3.G'$ où E' est le module de restitution et G' le module de cisaillement réel. Les notations courantes de la viscoélasticité des matériaux seront utilisées, ainsi $\tan \delta$ représente la tangente de l'angle de perte,

soit : $\tan \delta = \frac{E''}{E'}$, où E'' est le module de perte.

Les expériences de nano-indentation ont été réalisées sur des échantillons d'élastomère chargé réticulé ayant subi des essais d'usure et de frottement sur une machine de laboratoire : un tribomètre rotatif. Ce système expérimental entraîne en rotation une éprouvette en caoutchouc qui vient frotter périodiquement contre une bille en acier (de diamètre 25.4 mm) sur laquelle peut être appliquée une force normale variable [4]. La vitesse de glissement imposée est de 10 mm/s.

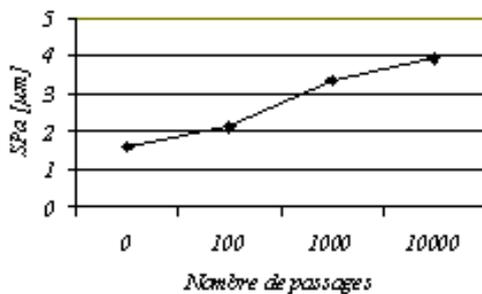


Figure 1 : Evolution de la rugosité, SPa, en fonction du nombre de passages de l'indenteur du tribomètre rotatif pour une force normale de 33.3 N, une vitesse de glissement de 10 mm/s et à température et hygrométrie ambiantes.

Ce dispositif provoque une usure par perte de masse de l'échantillon en élastomère et par conséquent une évolution de la rugosité de celui-ci – rugosité finale SPa¹ de l'ordre de 3 µm –. Les quatre échantillons analysés ont subi respectivement 0, 100, 1000 et 10000 passages de l'indenteur (Figure 1, Figure 2 et Figure 3) sous une force normale de 33.3 N. La rugosité de la surface augmente avec le nombre de passages à cause de l'usure générée par le frotteur (Figure 1).

Les figures 2 et 3 montrent les morphologies des surfaces du caoutchouc. La figure 2 n'est pas très différente de la surface initiale, tandis que la figure 3 présente des trous à sa surface, appelés cratères, caractéristiques de l'usure douce [4].

Le nano-indenteur mesure en continu la raideur du contact, il permet d'obtenir l'évolution du déplacement en fonction de la force normale P imposée. Le chargement est exponentiellement croissant avec le temps de 0 à 1.5 mN ($\dot{P}/P = 0,1 s^{-1}$).

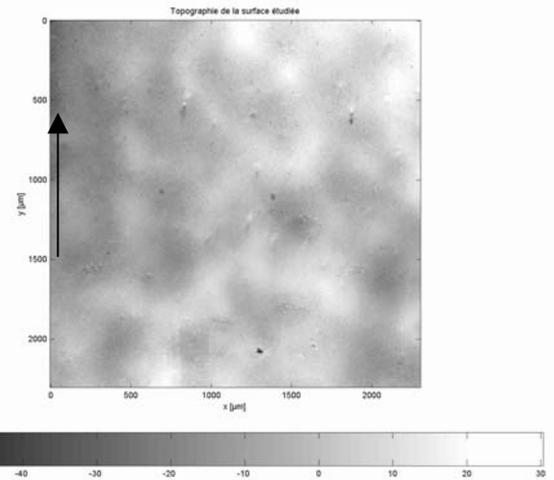


Figure 2 : Topographie de la surface étudiée par nano-indentation. La surface a été usée par 100 passages de l'indenteur du tribomètre rotatif. L'image a été obtenue avec un interféromètre optique. Le pas d'échantillonnage dans les directions x et y est de l'ordre de 3 µm. Le cartouche horizontal donne la correspondance entre les couleurs et les altitudes mesurées en micromètres. SPa = 2.13 µm. La flèche représente la direction de l'indenteur sur la surface en supposant l'élastomère fixe.

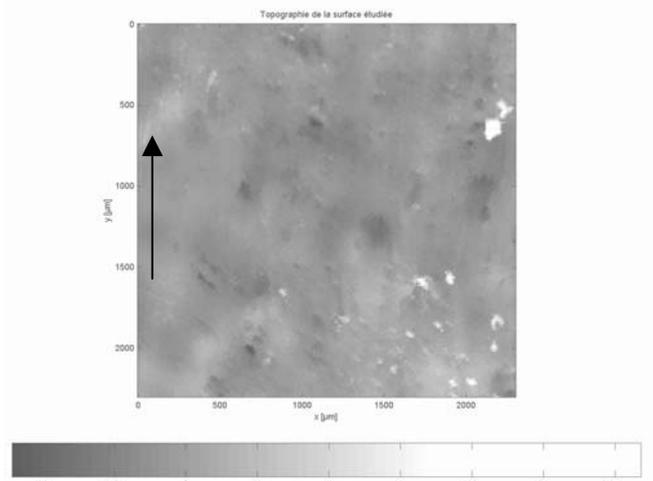


Figure 3 : Topographie de la surface étudiée par nano-indentation. La surface a été usée par 1000 passages de l'indenteur du tribomètre rotatif. L'image a été obtenue avec un interféromètre optique. Le pas d'échantillonnage dans les directions x et y est de l'ordre de 3 µm. Le cartouche horizontal donne la correspondance entre les couleurs et les altitudes mesurées en micromètre. SPa = 3.34 µm. La flèche représente la direction de l'indenteur sur la surface en supposant l'élastomère fixe.

L'indenteur est une pyramide en diamant de type Berkovich. La profondeur maximale de pénétration est de l'ordre de 10 µm. Pour simplifier les calculs, la pyramide est assimilée à un cône, dit équivalent. Il est obtenu en déterminant le demi-angle au sommet du cône déplaçant le même volume de matière et ayant la même surface de contact avec l'échantillon testé que l'indenteur réel utilisé. Pour un indenteur

¹ Le SPa correspond en 3D au Ra en 2D.

Berkovich, le cône équivalent possède un demi-angle au sommet de 70.3° ². Ainsi, dans notre cas, le diamètre équivalent de contact est voisin de $50 \mu\text{m}$. Une sur-oscillation de l'indenteur est appliquée. Elle possède une fréquence de 32 Hz et une amplitude de 16 nm. Pour une surface plane, connaissant la géométrie de l'indenteur, des grandeurs telles que la dureté, le module de cisaillement réel ou la tangente de l'angle de perte du matériau peuvent être déterminés pour toute valeur de l'enfoncement [5] et [6]. Le module de cisaillement réel est en particulier obtenu à partir de la raideur mesurée directement par l'appareil :

$$S = 6G'a_h, \text{ pour } \nu = 0.5$$

La tangente de l'angle de perte est quant à elle déterminée par la mesure de l'amortissement, $C\omega$:

$$\tan \delta = C\omega / S$$

Sur chaque surface usée sont effectués 23 séries de 23 essais alignés et espacés de $100 \mu\text{m}$, chaque série étant décalée de la précédente de $100 \mu\text{m}$, ce qui représente un total de 529 essais – pour un temps d'expérience de 10 jours –. Les cartographies des propriétés mécaniques seront comparées à la topographie de la surface et aux altitudes détectées, avant essai, par le nano-indenteur.

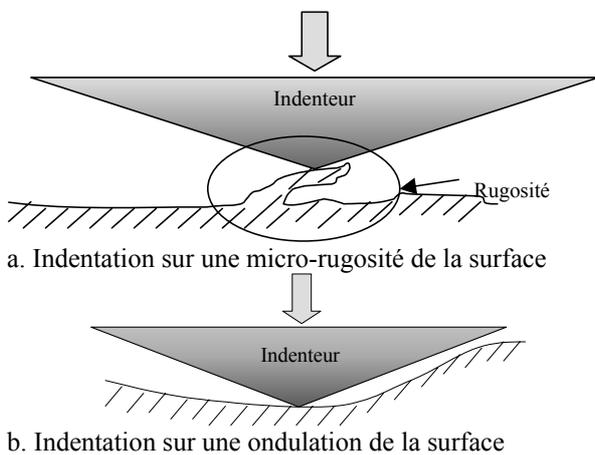


Figure 4: Représentation schématique d'une indentation sur une surface rugueuse. La micro-rugosité et l'ondulation de la surface peuvent induire une erreur dans la détermination des propriétés mécaniques.

Il est inutile d'effectuer des indentations plus rapprochées puisque les propriétés mesurées représentent une moyenne dans un volume

sphérique dont le diamètre est de l'ordre de 10 fois le diamètre équivalent de l'indentation. Ainsi, les propriétés mécaniques obtenues représentent principalement situées à l'intérieur de cette sphère d'intégration.

3. Résultats et interprétations

3.1 Propriétés mécaniques de surface et topographie

Aspect théorique

La rugosité peut influencer la détermination des propriétés mécaniques à plusieurs niveaux :

- Micro-rugosité : si l'indenteur entre en contact avec une micro-rugosité flexible (Figure 4a.), la raideur mesurée correspond à celle de la rugosité en série avec celle du contact : si on appelle S_{app} la raideur mesurée, K_c la raideur du contact et K_r celle de la rugosité, on a la relation :

$$1/S_{app} = 1/K_c + 1/K_r$$

- Ondulation : si l'indenteur s'enfonce dans une zone dont le rayon de courbure n'est pas très grand devant le rayon de contact, l'aire de contact calculée est surestimée ou sous-évaluée par rapport à l'aire réelle. Si on indente une bosse, $a_h < h \cdot \tan \alpha$, où α est le demi-angle au sommet du cône équivalent à l'indenteur, tandis que si on indente un creux $a_h > h \cdot \tan \alpha$. Comme la raideur de contact est proportionnelle au produit du rayon de contact par le module, dans le cas d'une bosse, le module sera sous-estimé et, dans le cas d'un creux, il sera surestimé.

L'effet de la rugosité s'observe aussi sur la concavité de la courbe d'évolution de la raideur en fonction du déplacement, $S = f(h)$, pour un indenteur sans défaut de forme et un matériau aux propriétés mécaniques homogènes. Si la courbe est une droite, la surface indentée est plane et si elle est concave – respectivement convexe –, la surface indentée est en forme de bosse – respectivement présente un creux – (Figure 5).

Si on fait l'hypothèse que les variations des propriétés mécaniques sont négligeables devant tous les autres paramètres, une estimation de la raideur de contact, dans le cas d'un contact entre un cône et une surface de faible courbure, peut être réalisée.

La surface de l'échantillon est supposée approchée par une expression de la forme :

$$z = A_1 x^2 + B_2 y^2,$$

$A_1 = 1/(2R_2')$ et $B_2 = 1/(2R_2'')$, où R_2' et R_2'' sont

² Pour un indenteur coin de cube ou TCC, le cône équivalent possède un demi-angle au sommet de 42.28° .

les rayons de courbure principale de l'échantillon à l'origine [7].

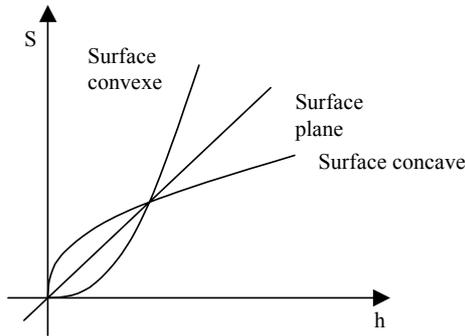


Figure 5 : Effet de la concavité de la surface sur la concavité de la mesure de la raideur de contact en fonction de l'enfoncement, h.

Le rayon de courbure conjugué, R^* , est alors défini par : $1/R^* = 1/(2R_1) + 1/(2R_2)$

Désormais, le problème devient en première approximation celui du contact d'un cône sur une sphère de rayon R^* .

Dans le cas d'un contact cône / sphère, sur la frontière du contact, le déplacement d'un point du cône a pour expression (Figure 6) :

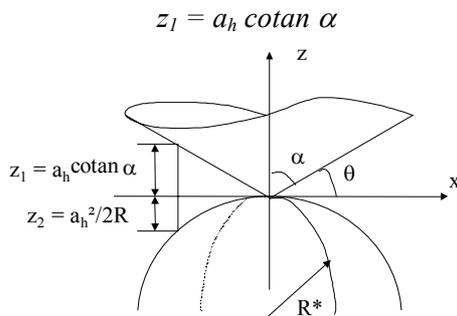


Figure 6 : Représentation non déformée d'un contact entre un cône et une sphère de rayon R^* . α est le demi angle au sommet du cône.

Le déplacement d'un point de la surface :

$$z_2 = a_h^2/R^*$$

Le déplacement total est donc :

$$h = a_h \cotan \alpha + a_h^2/R^*$$

En faisant un développement limité d'ordre 2 et l'hypothèse que $\frac{4h}{R \cotan^2 \alpha} \ll 1$, on obtient :

$$a_h \approx \frac{h}{\cotan \alpha} \frac{R^* \cotan \alpha}{2} \left(\frac{h}{R^* \cotan^2 \alpha} \right)^2$$

Comme $S = 2.E'a_h$:

$$S = 2E' \left(\frac{h}{\cotan \alpha} \frac{R^* \cotan \alpha}{2} \left(\frac{h}{R^* \cotan^2 \alpha} \right)^2 \right),$$

dans le cas d'un contact cône / sphère.

Dans le cas d'un contact cône / plan, le rayon de contact, a_h^{plan} , est : $a_h^{plan} = \frac{h}{\cotan \alpha}$.

Soit la fonction $f(\alpha, h, R) = \frac{\cotan \alpha}{2} \left(\frac{h}{R^* \cotan^2 \alpha} \right)$.

Dans le domaine investigué $f(\alpha, h, R) \geq 0$.

Le rayon du contact cône / sphère devient alors :

$$a_h = a_h^{plan} + R.f(\alpha, h, R).$$

On retrouve alors :

- si $R > 0$, $a_h > a_h^{plan}$

- si $R < 0$, $a_h < a_h^{plan}$

Application aux élastomères

Les propriétés mécaniques mesurées sont représentées sous deux formes. La première indique la répartition statistique de la propriété étudiée et la seconde établit la distribution spatiale de la propriété afin de pouvoir la comparer à la topographie de surface. Pour cette dernière représentation, entre chaque point de mesure, les valeurs sont interpolées. Les relevés topographiques correspondent exactement aux zones d'essai (Figure 7 et 8).

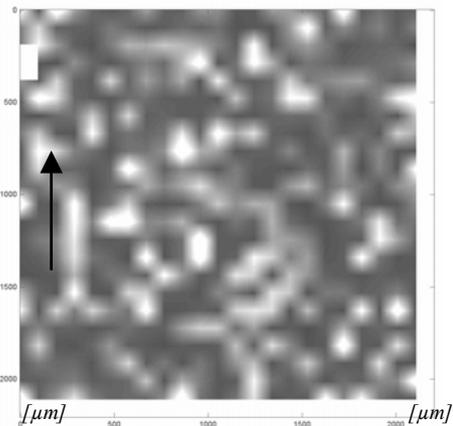


Figure 7 : Relief de l'échantillon mesuré par l'indenteur lors de la détection de la surface. En chaque point où l'indentation va être réalisée, la surface de l'échantillon est détectée par rapport à un référentiel absolue lié à la machine. L'ensemble de ces mesures permet d'évaluer le relief de la surface. La surface a été usée par 100 passages de l'indenteur du tribomètre rotatif.

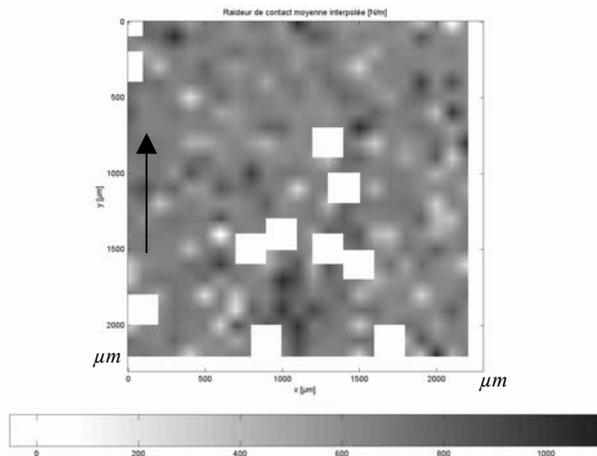


Figure 8 : Cartographie de la raideur de contact de la surface usée. La surface a été usée par 100 passages de l'indenteur du tribomètre rotatif.

Les valeurs moyennes et les écarts types du module de restitution et de la tangente de l'angle de perte figurent dans le Tableau 1. Les écarts entre les moyennes des essais pour 100 et 1000 passages sur le tribomètre sont relativement faibles : de 5% pour le module de restitution et de 13% pour le $\tan \delta$. Cependant, les Figures 9 et 12, représentant la répartition statistique des modules de restitution, montrent une grande dispersion des mesures. Celle-ci est plus importante pour le matériau le plus usé des deux (1000 passages), or, celui-ci possède également la plus grande rugosité. Le matériau étant homogène à l'échelle étudiée, pour un enfoncement donné, cette observation est due à l'effet de la rugosité.

Nombre de passages	G' [MPa]		$\tan \delta$	
	G'_{moyen}	$\sigma_{G'}$	$\tan \delta_{moyen}$	$\sigma_{\tan \delta}$
100 (28°C)	7,3	2,1	0,16	0,03
1000 (25°C)	7,7	3,5	0,18	0,012

Tableau 1 : Valeurs moyennes et écarts types, σ , du module de restitution et de la tangente de l'angle de perte pour les essais sur 100 et 1000 passages. Les résultats sont obtenus par nano-indentation entre 2 et 8 μm d'enfoncement. L'indenteur utilisé est de type Berkovich. La suroscillation de l'indenteur a une fréquence de 32 Hz et une amplitude de 16 nm. La vitesse de chargement est telle que $\dot{P}/P = 0,1 \text{ s}^{-1}$. La température de début d'essai est de l'ordre de 28°C pour 100 passages et 25°C pour 1000 passages.

Les images topographiques du module de restitution (non présentées) possèdent les mêmes variations que la rugosité : les zones de haut

module correspondent à celles en creux et celles de bas module aux bosses. Malheureusement, les essais ont échoué dans les zones de grande rugosité du fait de la difficulté d'indenter de manière fiable ces surfaces.

La cartographie en raideur de contact (Figure 8) indique, comme précédemment, une corrélation entre la raideur et la rugosité tout en ôtant l'effet d'une éventuelle mauvaise estimation de l'aire réelle de contact, cette image plus contrastée suggère que le rayon de contact est mal évalué sur les parties rugueuses et démontre le caractère approché de notre modèle théorique qui donne le sens de variation, mais ne peut prévoir la variation exacte.

Les Figures 11 et 14 représentent les répartitions statistiques de la raideur de contact moyennée entre 2 et 8 μm et à 6 μm de pénétration. L'écart type de la mesure diminue avec l'enfoncement. On observe un resserrement du spectre des raideurs autour de la valeur vers laquelle tend la raideur. Or, au cours de l'enfoncement, la rugosité de la surface s'efface. Ainsi, l'évolution de la raideur de contact est bien sensible à la rugosité et les propriétés surfaciques sont les mêmes que celles au cœur du matériau.

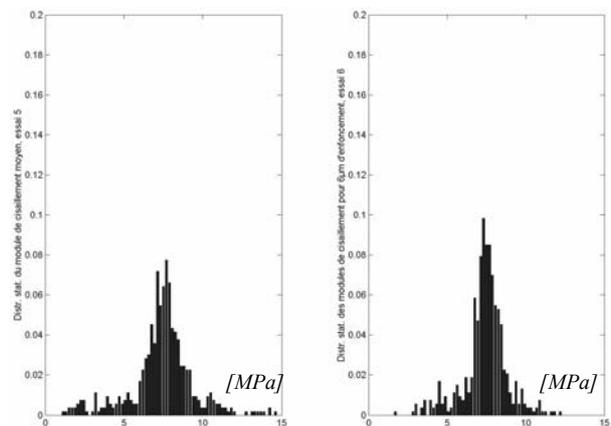


Figure 9 : Distribution statistique des modules de cisaillement. Le premier graphique donne la distribution statistique moyenne calculée entre 2 et 8 μm d'enfoncement, tandis que le deuxième donne la distribution statistique à 6 μm d'enfoncement. L'axe des ordonnées est adimensionné par le nombre total d'essais, i.e. 529. L'indenteur utilisé est de type Berkovich. La vitesse de chargement est de la forme $\dot{P}/P = 0,1 \text{ s}^{-1}$. La température d'essai de l'ordre de 28°C. La surface a été usée par 100 passages de l'indenteur du tribomètre rotatif.

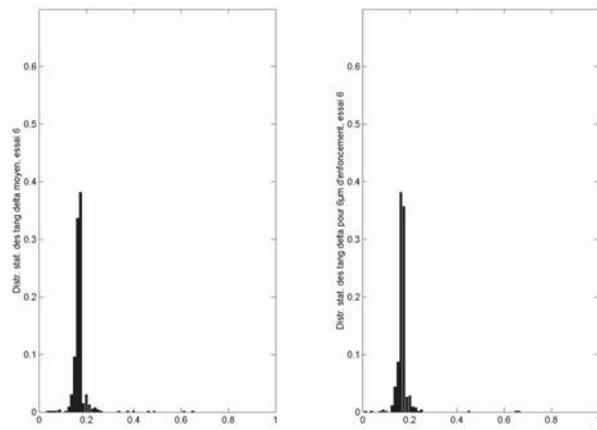


Figure 10 : Distribution statistique des tangentes de l'angle de perte. Le premier graphique donne la distribution statistique moyenne calcul e entre 2 et 8 μm d'enfoncement, tandis que le deuxi me donne la distribution statistique   6 μm d'enfoncement. L'axe des ordonn es est adimensionn e par le nombre total d'essais (m mes conditions d'essai que pour la figure 9).

A contrario, la cartographie et la r epartition statistique du $\tan \delta$ (Figures 10 et 13) est homog ene. Or le $\tan \delta$ mesur e par l'appareil est en grande partie affranchi de l'effet de la rugosit e, puisqu'il d etermine cette grandeur de la mani re suivante :

$$\tan \delta = C\omega / S$$

Dans cette formule, l'aire de contact n'intervient pas et $C\omega$ et S sont affect es de la m me mani re par la rugosit e, donc leur rapport amoindrit son effet. Ainsi la mesure du $\tan \delta$ permet d'obtenir une image des propri et es m caniques d corr el e de la rugosit e. Ces fluctuations sont du bruit issu de la mesure.

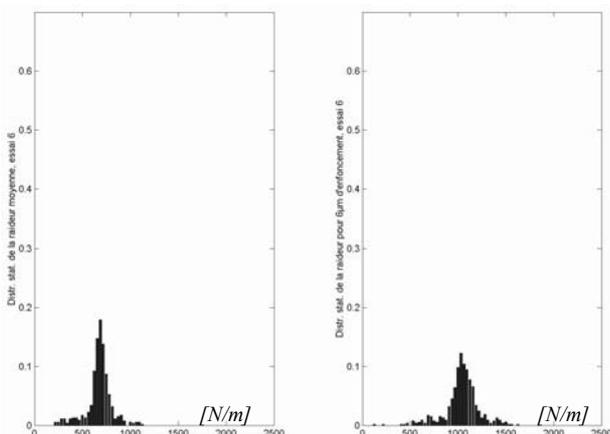


Figure 11 : Distribution statistique des raideurs de contact. Le premier graphique donne la distribution statistique moyenne calcul e entre 2 et 8 μm d'enfoncement, tandis que le deuxi me donne la distribution statistique   6 μm d'enfoncement. L'axe des ordonn es est adimensionn e par le nombre total d'essais (m mes conditions d'essai que pour la figure 9).

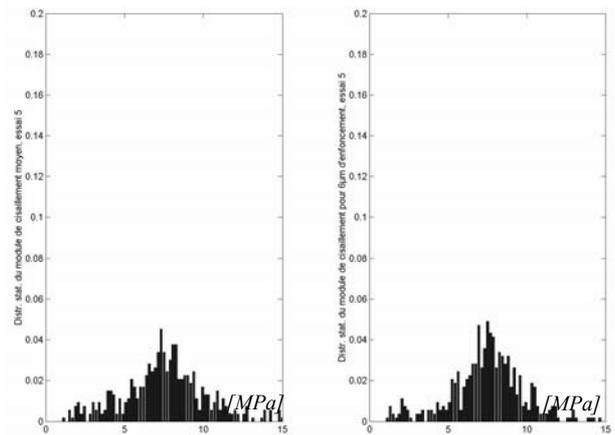


Figure 12 : Distribution statistique des modules de cisaillement. Le premier graphique donne la distribution statistique moyenne calcul e entre 2 et 8 μm d'enfoncement, tandis que le deuxi me donne la distribution statistique   6 μm d'enfoncement. L'axe des ordonn es est adimensionn e par le nombre total d'essais, i.e. 529. L'indenteur utilis e est de type Berkovich. La vitesse de chargement est de la forme $\dot{P}/P=0,1\text{ s}^{-1}$. La temp rature d'essai de l'ordre de 25 C. La surface a  t e us e par 1000 passages de l'indenteur du tribom tre rotatif.

Remarques :

1. A l'heure actuelle, une correction de la raideur par la courbure de la surface indent e n'est malheureusement pas possible car celle-ci n ecessiterait d' tre capable de conna tre avec une pr ecision, pour l'instant non r ealisable, la localisation des indentations.
2. En s'int ressant maintenant   l'effet du frottement sur les propri et es m caniques, on constate qu'apr es quelques passages, les propri et es m caniques de surface n' voluent plus (Figure 15). Leur l g ere diminution au cours des premiers passages est due   l'accommodation du mat riau par l'effet Mullins [8-10].

En conclusion, l'ensemble des observations effectu es permet de lier et d'expliquer les apparentes variations des propri et es m caniques observ es   la rugosit e de surface.

3.2 Relation indentation et caract erisations volumiques pour un mat riau  lastique

La comparaison entre les r esultats donn es par la nano-indentation et les caract erisations volumiques permet de d eterminer, *a posteriori*, le niveau de d eformation induit par les essais de nano-indentation. A l' chelle test e par les essais de nano-indentation, le mat riau peut  tre

considéré comme homogène.

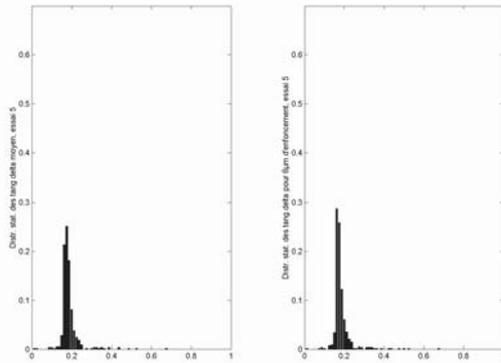


Figure 13 : Distribution statistique des tangentes de l'angle de perte. Le premier graphique donne la distribution statistique moyenne calculée entre 2 et 8 μm d'enfoncement, tandis que le deuxième donne la distribution statistique à 6 μm d'enfoncement. L'axe des ordonnées est adimensionné par le nombre total d'essais (mêmes conditions d'essai que pour la figure 12).

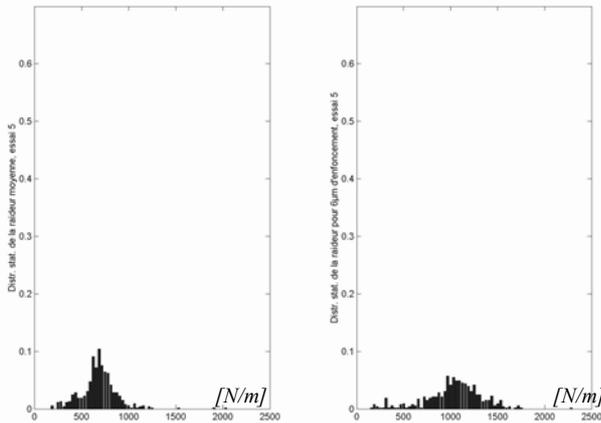


Figure 14 : Distribution statistique des raideurs de contact. Le premier graphique donne la distribution statistique moyenne calculée entre 2 et 8 μm d'enfoncement, tandis que le deuxième donne la distribution statistique à 6 μm d'enfoncement. L'axe des ordonnées est adimensionné par le nombre total d'essais (mêmes conditions d'essai que pour la figure 12).

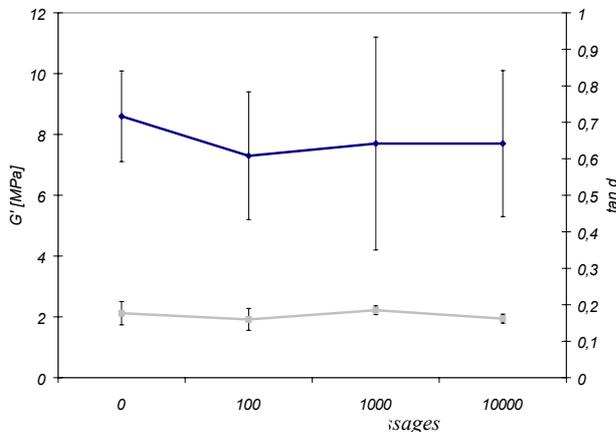


Figure 15 : Evolution des propriétés mécaniques - module de restitution (en haut) et $\tan \delta$ (en bas) - avec le nombre de passages, à 32 Hz et 0.3% de déformation pour le

matériau. L'indenteur utilisé est de type Berkovich. La vitesse de chargement est de la forme $\dot{P}/P = 0,1\text{s}^{-1}$. La température des essais est comprise entre 25 et 28°C. Après accommodations du matériau pendant les premiers cycles de sollicitations, les propriétés mécaniques de surfaces n'évoluent plus.

Aspect théorique

Dans, cette partie des relations entre les propriétés mécaniques mesurées par nano-indentation et des caractérisations volumiques vont être établies pour un matériau élastique.

En indentation, la relation liant la raideur aux propriétés du matériau et au rayon de contact, a ,

$$\text{est la suivante : } S = \frac{dF_n}{dh} = 2 \frac{E'}{1-\nu^2} a, [5]$$

Cas de l'indenteur conique :

Le demi-angle au sommet du cône réalisant l'indentation est la seule dimension caractéristique du problème d'un cône indentant un milieu semi-infini.

Ainsi : $\varepsilon = k \cdot \cotan \alpha$, où k est une constante

Quel que soit l'enfoncement, le niveau de déformation appliqué est donc constant.

$$\text{Pour un indenteur conique : } a = \frac{\pi}{2} h \tan \theta$$

$$\text{Par conséquent : } F_n = \frac{\pi}{2} \frac{E'}{(1-\nu^2)} a^2 \cotan \alpha$$

Donc, la pression de contact est :

$$\frac{F_n}{\pi a^2} = \frac{1}{2k(1-\nu^2)} E' \varepsilon$$

Cas de l'indenteur sphérique :

Pour un indenteur sphérique, la déformation appliquée au matériau testé change au cours de l'enfoncement car : $\varepsilon = a/4R$

Ici, il est donc important de connaître la relation liant le module élastique à la déformation.

Si on considère que E' ne dépend que de la déformation dans la plage de sollicitation, E' est approximé par la fonction : $E' = E'_0 \varepsilon^n$ où E'_0 et n sont deux constantes du matériau testé.

$$\text{Pour un indenteur conique : } h = \frac{a^2}{R}$$

Par conséquent,
$$F_n = \frac{256 E'_0 R^2}{(1-\nu^2)(n+3)} \left(\frac{a}{4R} \right)^{n+3}$$

Donc la pression de contact est :

$$\frac{F_n}{\pi a^2} = \frac{16 E'_0}{\pi (1-\nu^2)(n+3)} \varepsilon^{n+1}$$

Pour les indenters coniques comme sphériques, une relation est obtenue entre la pression moyenne de contact et la déformation. En traction uni-axiale, la formule d'Young simplifiée donne une relation analogue :

La contrainte étant le rapport entre la force appliquée et la section de l'éprouvette.

Application aux élastomères

La Figure 16 donne l'évolution du module de cisaillement réel en fonction de la déformation. Il est obtenu en regroupant des résultats trouvés par différentes caractérisations donnant accès à différents niveau de déformation :

- la caractérisation de l'équivalence temps-température (WLF) : cet essai permet de construire les courbes maîtresse de l'équivalence temps-température à effectuant des tests à différentes températures et fréquences de sollicitation. L'intérêt de cet essai pour l'étude présentée ici est d'appliquées de très faibles niveau de déformation en traction est une éprouvette : la déformation est de 10^{-3} ;
- la caractérisation du comportement dynamique en fonction de la température pour différentes charges imposées. Ces essais réalisés en cisaillement simple donnent accès à des déformations comprises entre 10^{-2} et 10^{-1} ;
- les essais de fatigue. Ces essais sont réalisés en cisaillement simple. Le niveau de déformation est de 10^{-1} à $3 \cdot 10^{-1}$;

L'approximation par une loi puissance de la variation du module de cisaillement réel (Figure 16) donne :

- pour l'indenteur Berkovich une déformation associée de 0.3% pour $G' = 7.9 \text{ MPa}$;
- pour l'indenteur TCC une déformation associée de 0.5% pour $G' = 6.9 \text{ MPa}$.

Ces déformations sont cohérentes avec celles obtenues en réalisant une approximation linéaire entre les deux points de plus faible déformation pour la tangente de l'angle de perte :

- pour l'indenteur Berkovich une déformation associée de 0.3% pour $\tan \delta = 0.17$;
- pour l'indenteur TCC une déformation associée

de 0.6% pour $\tan \delta = 0.21$.

L'écart entre la valeur de la tangente de l'angle de perte fournie par la caractérisation de l'équivalence temps-température (≈ 0.14) et celle fournie par les autres moyens (≈ 0.25) ne trouve pas d'explication (Figure 16).

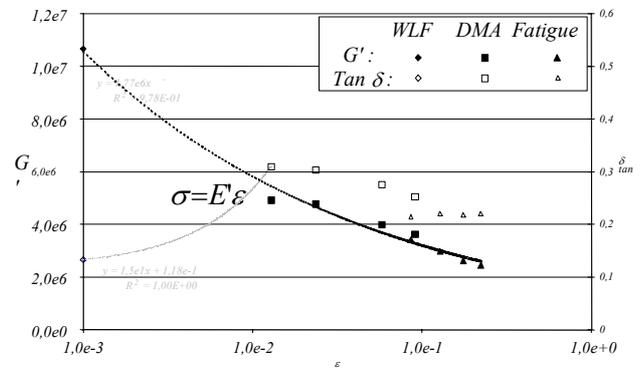


Figure 16 : Evolution du module de cisaillement réel et de la tangente de l'angle de perte en fonction de la déformation à 25°C et 10 Hz pour différents essais de caractérisation mécanique : caractérisation de l'équivalence temps-température (sur rhéomètre), caractérisation dynamique (DMA) (sur une machine de cisaillement simple), caractérisation en fatigue (sur une machine de cisaillement simple) à faible nombre de passages.

Ainsi, la constante, k , liant la déformation à la géométrie d'indenteur conique pour les élastomères est la suivante :

- pour l'indenteur Berkovich : $k \approx 8 \times 10^{-3}$
 - pour l'indenteur TCC : $k \approx 5 \times 10^{-3}$
- k sera pris égal à 6.5×10^{-3} .

Donc pour un indenteur sphérique :
$$\frac{F_n}{\pi a^2} \approx 100 E' \varepsilon$$

Dans de cas des matériaux élasto-plastiques, k est de l'ordre de 0.2 [7]. Cette valeur peut se calculer analytiquement en se plaçant sur la limite élasto-plastique [5].

Pour le matériau testé, sur la plage 0 à 30% de déformation de la courbe de traction :

$$\sigma = 7 \times 10^6 \varepsilon^{0.7}$$

D'où : $\frac{F_n}{\pi a^2} \approx 2.5 \cdot E' \varepsilon$ ($\nu \approx 0.5$), pour un indenteur sphérique

Les essais d'indentation avec des indenters coniques ou sphériques peuvent donc être comparés aux essais de traction uni-axiale en divisant la pression moyenne de contact par respectivement 65 et 2 pour le matériau étudié. Ainsi, la relation suivante, analogue à celle en traction, est obtenue :

$$\sigma_{eq} = E' \varepsilon$$

où σ_{eq} est la contrainte équivalente : $\sigma_{eq} = \frac{1}{\kappa} \frac{F_n}{\pi a^2}$,

- $\kappa = 2.5$ pour une sphère sur le matériau étudié
- $\kappa = 100$ pour un cône

Le niveau de déformation des différents essais d'indentation étant déterminé, ils sont à nouveau comparés aux essais de caractérisation volumique, en particulier, aux essais de traction et de frottement sur le tribomètre. En effet, des essais de frottement et d'usure sur le tribomètre ont été réalisés sous différents chargements donc à différents niveaux de déformation. De plus, la largeur de la trace d'usure pour chaque expérience donne une évaluation du rayon de contact nécessaire à l'application des formules démontrées plus haut. Il règne une incertitude assez importante sur la valeur exacte du rayon de contact – jusqu'à 20% pour les faibles chargements–.

Le Figure 17 compare un essai de traction uni-axiale aux essais de nano-indentation ou aux essais de frottement réalisés sur le tribomètre. Pour tous les résultats, la température d'essai est de l'ordre de 25°C. Cependant, les fréquences de sollicitation sont différentes :

- 0.06 Hz pour l'essai de traction ;
- 32 Hz pour les essais de nano-indentation ;

La température de transition vitreuse du matériau étant de -36°C, on fait l'hypothèse que les modules ne changent pas d'ordre de grandeur à 25°C et aux fréquences de sollicitation considérées.

Ainsi, le Figure 17 montre que les différents résultats sont cohérents entre eux. Les essais d'indentation et de frottement suivent la courbe de traction uni-axiale. Il est donc possible de comparer les résultats d'indentation à ceux de traction en utilisant les coefficients trouvés précédemment.

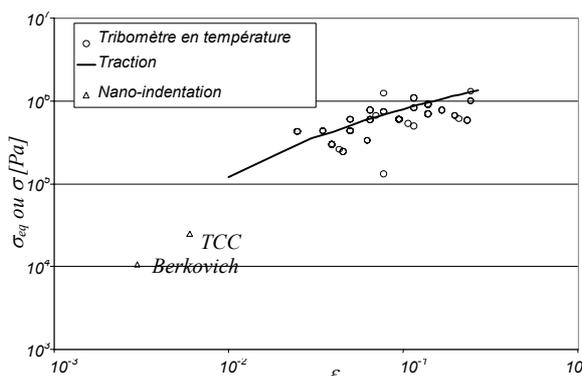


Figure 17 : Comparaison d'un essai de traction uni-axiale avec les essais de nano-indentation et de frottement effectués sur le tribomètre en température. En abscisse, figure la déformation et en ordonnée la contrainte ou la contrainte équivalente. La température est de 25°C, mais les fréquences de sollicitation sont différentes pour les essais : pour la traction uni-axiale la fréquence est de l'ordre de 0.06 Hz, 32 Hz pour les essais de nano-indentation et entre 0.1 et 1 Hz sur le tribomètre.

4. Conclusion

Deux méthodes d'analyse des essais de caractérisation des matériaux à partir de leur surface ont été présentées. La première permet de mieux comprendre la dispersion des résultats obtenus lorsque les essais sont réalisés sur des surfaces rugueuses. La courbure de celles-ci influe fortement les propriétés élastiques mesurées. Il est donc particulièrement important de considérer les autres grandeurs issues de la nano-indentation lorsque les essais sont effectués sur de telles surfaces. L'article propose des voies de compréhension à partir de la réalisation de cartes de propriétés mécaniques. Elles pourraient aussi se révéler intéressantes pour les matériaux hétérogènes. L'analyse du cas d'un élastomère chargé réticulé montre par ailleurs, qu'après une courte accommodation, leurs propriétés mécaniques n'évoluent plus à l'échelle investiguée (de l'ordre de 100 μm). Ce résultat est particulièrement important pour l'étude de l'usure des élastomères. Afin, une relation permet d'établir un lien entre les propriétés élastiques obtenues par des caractérisations volumiques et celles fournies par les tests impliquant les surfaces.

Références

- [1] J.F. Archard, "Contact and rubbing of flat surfaces", *Journal of Applied Physics*, **24**, pp 981 – 988, 1953.
- [2] J. B. Pethica, R. Hutchings et W. C. Oliver, *Philosophical Magazine*, **A48**, (4), pp 593-606, 1983.
- [3] J.-L. Loubet, J. M. Georges, O. Marchesini et G. Meille, "Vickers indentation Curves of Magnesium Oxide (MgO)", *Journal of Tribology*, (106), pp 43-48, 1984.
- [4] G. Petitet, "Contribution à la compréhension des mécanismes élémentaires d'usure douce des élastomères chargés réticulés", *Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes, Mécanique*, N° d'ordre 2003/07 (thèse), 2003.

[5] L. Odoni, "Propriétés mécaniques et effets d'échelle", Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes, Mécanique, N° d'ordre 1999/17 (thèse), 1998.

[6] P. Bertrand-Lambotte, "Sur les mécanismes de rayure des vernis de finition automobile", Ecole Centrale de Lyon, Mécanique, N° d'ordre 2001/28 (thèse), 2001.

[7] K. L. Johnson, "Contact mechanics", Cambridge University Press, Cambridge, G.B., 1994.

[8] L. Mullins, "Effet of stretching on the properties of

rubber", Journal of Rubber Research, **16**, pp 275-289, 1947.

[9] L. Mullins, "Softening of rubber by deformation", Rubber Chemistry and Technology, **42**, pp 339-362, 1969.

[10] L. Mullins et N. Tobin, "Theoretical model for the elastic behavior of filler-reinforced vulcanized rubbers", Rubber Chemistry and Technology, **30**, pp 551-571, 1957.