

Traitement de courbes d'indentation instrumentée par décomposition orthogonale aux valeurs propres : application à l'identification des paramètres d'une loi de comportement hyperélastique

H. Tocqueville¹, J. Pepin¹, G. Le Quilliec¹

¹ Laboratoire de Mécanique Gabriel Lamé, Univ. Tours, Univ. Orléans, INSA CVL, 37200 Tours, {hugo.tocqueville, julie.pepin, guenhael.lequilliec}@univ-tours.fr

Résumé — Les présents travaux portent sur l'identification des paramètres C_{10} et C_{01} de la loi de comportement hyperélastique de Mooney-Rivlin à travers l'essai d'indentation instrumentée et la réduction de modèle. Une approche numérique faisant intervenir la décomposition orthogonale aux valeurs propres est appliquée pour identifier les paramètres à partir de courbes expérimentales d'indentation. Les résultats obtenus sur un caoutchouc naturel non chargé sont alors confrontés aux paramètres de la loi classiquement déterminés à partir d'essais macroscopiques.

Mots clés — POD, Identification, Élastomères, Indentation instrumentée

1 Introduction

Les matériaux élastomères présentent de multiples applications dans le cadre industriel allant de l'étanchéité à l'anti-vibratoire en passant par l'assemblage par collage. Leurs propriétés mécaniques spécifiques (*e.g.* hyperélasticité, viscoélasticité) en font des matériaux de choix pour des applications à la fois statiques et dynamiques. Elles nécessitent parfois que l'élastomère soit mis en œuvre au sein de structures complexes, sous forme de couche de faible épaisseur par exemple. Ainsi, l'étude du comportement de ces matériaux au travers d'essais mécaniques classiques est rendu difficile, notamment par l'impossibilité d'extraire des éprouvettes homogènes à partir des assemblages. Dans ces conditions, l'indentation instrumentée se présente comme une excellente alternative aux méthodes de caractérisation mécanique classiques. Dérivé des méthodes de mesure de dureté, son application à des matériaux au comportement élastique linéaire ou élasto-plastique est largement répandue [1]. Elle consiste à enfoncer une pointe de géométrie connue sur la surface libre d'un matériau. La force P , résultante de l'enfoncement h , est mesurée au cours de l'essai. La caractérisation est ainsi locale et peut-être considérée comme non-destructive dépendamment des dimensions de l'indent.

Le traitement classique d'Oliver & Pharr [2], basé sur la théorie du contact, fait le lien entre le module d'Young et les données mesurées en indentation. De par les hypothèses faites, d'élasticité linéaire et de petites perturbations, il ne peut être appliqué à l'étude des matériaux élastomères. Ainsi, l'identification de paramètres de modèles faisant intervenir des phénomènes plus complexes (*e.g.* hyperélasticité, viscoélasticité, effet Mullins) devient nécessaire pour représenter au mieux le comportement des élastomères étudiés.

C'est dans cet objectif que les travaux d'O. Ezzaamari *et al.* [3] ont démontré, à partir d'une étude essentiellement numérique, la possibilité d'identifier les paramètres de lois de comportement hyperélastique à partir d'essais d'indentation avec un indenteur sphérique. La méthode d'identification se base sur la décomposition orthogonale aux valeurs propres (POD), une méthode de réduction de modèle. Les présents travaux mettent en application les méthodologies développées pour l'étude d'un matériau élastomère, se confrontant ainsi à différents verrous expérimentaux. Dans un premier temps, l'état de surface de la zone indentée est un paramètre majeur à prendre en compte or, il est difficile de polir des élastomères pour contrôler ce dernier. De plus, des forces d'adhésion peuvent intervenir entre la pointe et le matériau. Enfin, les problématiques citées précédemment couplées à la faible rigidité des élastomères, peuvent amener à des incertitudes sur la détection du contact. Des solutions, à la fois numériques et expérimentales, sont alors proposées dans cette étude.

2 Matériaux et méthodes

2.1 Matériau d'étude

Le matériau étudié est un caoutchouc naturel non chargé (NR). Ce dernier a été choisi pour son comportement mécanique purement hyperélastique et quasi-incompressible, permettant ainsi, d'étudier un modèle simple et largement utilisé, le modèle de Mooney-Rivlin. De plus, l'absence de charges en fait un matériau homogène aux échelles étudiées, cas idéal pour l'indentation.

2.2 Protocoles expérimentaux

La partie expérimentale est divisée en deux approches. Tout d'abord, l'approche macroscopique a permis de caractériser de manière classique le comportement mécanique du matériau d'étude. Les résultats obtenus ont ainsi servi de référence pour l'approche locale par indentation instrumentée.

2.2.1 Essai macroscopique homogène

Afin de définir un type d'essai macroscopique homogène de référence, il faut s'assurer que les états de chargement soient comparables à l'essai d'indentation. Ainsi, par une étude numérique des invariants k_2 et k_3 du tenseur des déformations logarithmiques \mathbf{h} [4], les états de déformation induits en indentation ont pu être identifiés. Il a ainsi été établi que la zone la plus déformée (zone d'intérêt) située sous l'indent, dont l'intensité est caractérisée par le deuxième invariant k_2 , correspond à de la compression uniaxiale (*i.e.* $k_3 = -1$).

Les essais macroscopiques consistent alors en la compression uniaxiale de plots cylindriques. Le NR, étant uniquement disponible sous forme de plaques de 4,5 mm d'épaisseur, il était impossible d'obtenir des plots pleins. Les essais ont ainsi été effectués sur des empilements de cinq disques de diamètre $\Phi = 19$ mm prélevés dans les plaques, menant à une hauteur totale $h = 22,5$ mm. Cela est nécessaire, car l'essai de compression uniaxiale n'est pas des plus évident à mettre en place. En effet, du fait du frottement avec les plateaux de compression, un effet "tonneau" apparaît, rendant l'essai non-homogène et ainsi, non-représentatif. Son impact est d'autant moins important que le rapport h/Φ est élevé. Dans l'objectif de représenter au mieux l'essai d'indentation, les compressions uniaxiales ont été menées à une déformation maximale $\varepsilon = 20\%$ et ce, à une vitesse de déformation initiale $\dot{\varepsilon}_0 = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

2.2.2 Essai d'indentation

Les mesures par indentation ont été menées au moyen d'un indenteur Hysitron TI 980 (Bruker). Le caoutchouc naturel a été testé avec une pointe sphérido-conique de rayon $R = 100 \mu\text{m}$ et d'angle $\alpha = 60^\circ$. Comme cela a été mentionné, l'état de surface est un paramètre majeur à prendre en compte. Ainsi, les indentations ont été effectuées sur une surface obtenue après découpe avec une lame de rasoir neuve. L'état de surface résultant a été mesuré par interférométrie en lumière blanche, menant à une rugosité moyennes $R_a = 0,11 \mu\text{m}$. Le protocole d'indentation consiste en une charge atteignant une profondeur d'indentation de $75 \mu\text{m}$, puis une décharge. La vitesse de déplacement de la pointe est de $2,5 \mu\text{m.s}^{-1}$. La détection du contact entre l'indent et la surface du matériau s'obtient à l'aide d'une pré-charge de $250 \mu\text{N}$ (minimum autorisé par l'équipement). Cette dernière permet d'établir l'origine de la courbe, *i.e.* le point $h = 0 \mu\text{m}$. Cependant, l'élastomère étudié étant souple ($E \sim 2 \text{ MPa}$), cette force permet d'atteindre des profondeurs d'indentation non-négligeables. Ainsi, afin d'obtenir des courbes d'indentation complètes, nécessaires pour une partie de l'identification, un retour de $5 \mu\text{m}$ est appliqué en amont de la charge. Le protocole a été appliqué vingt-et-une fois, les courbes obtenues étant présentées sur la Figure 1.

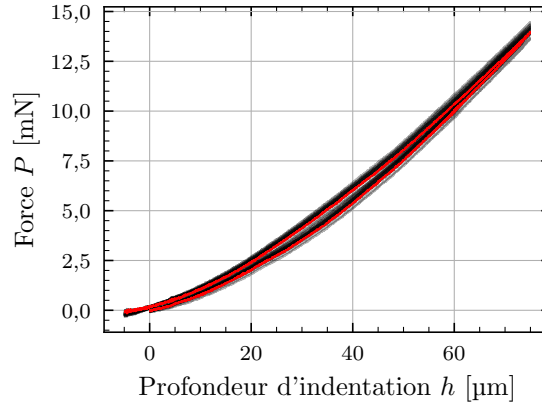


FIGURE 1 – Courbes d’indentation expérimentales. La courbe en rouge est une courbe expérimentale mise en évidence pour rendre compte de son allure.

2.3 Identification par réduction de modèle

L’objectif des travaux présentés est d’identifier, à partir de la phase de charge de l’essai d’indentation, les paramètres C_{10} et C_{01} du modèle de Mooney-Rivlin, qui exprime l’énergie de déformation W comme suit,

$$W = C_{10}(I_1 - 3) + C_{01}(I_2 - 3) \quad (1)$$

avec I_1 et I_2 les deux premiers invariants du tenseur de déformation de Cauchy-Green gauche.

La première étape de la méthode d’identification est d’établir un plan d’expériences composé de n points, faisant varier ces deux paramètres dans un domaine représentatif du comportement à identifier. De ce fait, pour des raisons de stabilité, C_{10} ainsi que la somme des deux paramètres doivent être positifs. Enfin, le module à l’origine peut-être relié aux C_{ij} , tel que $E = 6(C_{10} + C_{01})$. Dans cette étude, ce dernier est défini entre 0,6 MPa, et 6 MPa. La Figure 2(a) présente le plan d’expériences, chaque point étant un jeu de paramètres appliqué dans un calcul par éléments finis représentatif de l’essai d’indentation. Ainsi, n courbes d’indentation sont générées et sont illustrées sur la Figure 2(b). Il est important de noter que dans la partie inférieure du plan d’expériences, *i.e.* où $C_{01} < 0$ MPa, la stabilité du modèle n’est pas garantie [5]. Ainsi, les points en transparence correspondent à des couples de paramètres qui n’ont pas permis la convergence du calcul par éléments finis et sont donc ignorés.

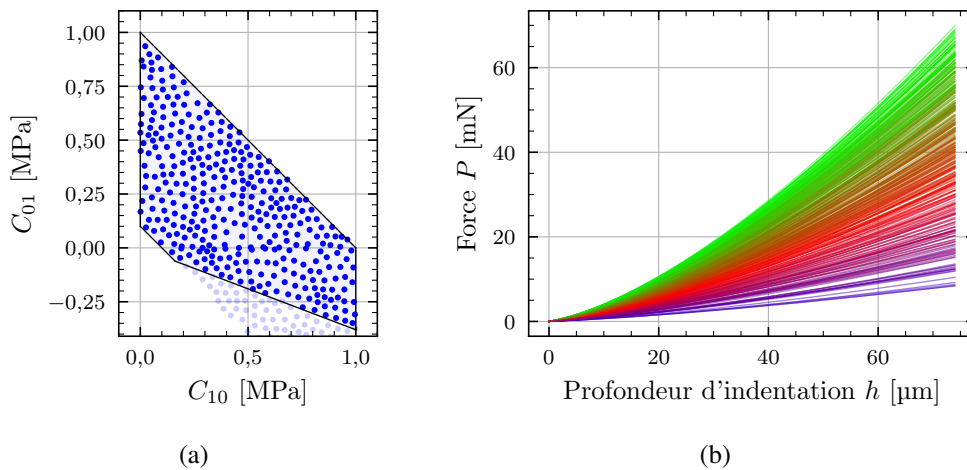


FIGURE 2 – (a) Plan d’expériences faisant varier les paramètres du modèle à identifier. (b) Courbes d’indentation générées à partir du plan d’expériences et du modèle par éléments finis.

2.3.1 Décomposition orthogonale aux valeurs propres

La décomposition orthogonale aux valeurs propres ou POD¹ est une méthode de réduction de modèle ici utilisée pour traiter les courbes d'indentation. Pour cela, ces dernières sont discrétisées de manière régulière selon l'axe de la profondeur d'indentation, de façon à définir des vecteurs appelés clichés, $s_i(\xi_i) = (P_1^i, P_2^i, \dots, P_m^i)^T$ dépendant du couple de paramètres $\xi_i = (C_{10}^i, C_{01}^i)$, avec $i \in [1, n]$. Ces vecteurs sont ensuite mis sous la forme d'une matrice des clichés centrée, \mathbf{S} de taille $m \times n$, telle que :

$$\mathbf{S} = (s_1 - \bar{s}, s_2 - \bar{s}, \dots, s_n - \bar{s}), \quad \bar{s} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n s_i$$

L'application de la POD repose sur sa capacité à mettre en évidence les phénomènes d'intérêt (*i.e.* la dépendance des courbes d'indentation aux paramètres du modèle de Mooney-Rivlin), en garantissant que l'approximation (2) à l'ordre N d'un cliché s_i , soit la meilleure au sens des moindres carrés $\forall N \leq n$.

$$s_i \approx \bar{s} + \sum_{k=1}^N \alpha_k^i \phi_k \quad (2)$$

La POD permet de définir les vecteurs ϕ_k , appelés modes POD, ainsi que les coefficients de projection α_k^i . Les vecteurs ϕ_k sont les vecteurs propres de la matrice de covariance, \mathbf{C} :

$$\mathbf{C} = \mathbf{S}\mathbf{S}^T$$

Ils forment une base orthogonale, appelée base POD. Chaque cliché s_i peut y être projeté, en calculant les coefficients de projection α_k^i associés grâce à la relation suivante :

$$\alpha_k^i(\xi_i) = \phi_k^T (s_i(\xi_i) - \bar{s})$$

Il est ainsi possible de projeter les courbes d'indentation expérimentales dans la base POD, *i.e.* calculer les coefficients α_k^{exp} .

Par construction, la dépendance des courbes d'indentation aux paramètres C_{10} et C_{01} est retranscrite par les premiers modes. De ce fait, une représentation graphique des données dans les trois premières dimensions de l'espace POD permet d'obtenir plusieurs informations, comme illustrée sur la Figure 3. Ainsi, les coefficients de projection $\alpha_k, k = (1, 2, 3)$ peuvent être assimilés à des coordonnées, chaque cliché étant représenté par un point.

2.3.2 Interpolation et identification

Le krigeage, un outil d'interpolation spatiale issue de la géostatistique [6], est appliqué pour interpoler, dans l'espace POD, les données issues des courbes numériques de la Figure 2(b). Ainsi, il est possible d'obtenir des coefficients de projection, pour l'ensemble des couples de paramètres ξ , compris dans les limites du plan d'expériences établi initialement. Cela se traduit par l'obtention d'une surface de réponse continue, \mathcal{M} , représentée en pointillé sur la Figure 3. Il est important de noter que la surface de réponse possède deux dimensions, démontrant alors que les courbes d'indentation sont bel et bien dépendantes des deux paramètres C_{10} et C_{01} , certifiant l'unicité de l'identification. Après projection des points expérimentaux dans l'espace POD (points noirs sur la Figure 3), ceux-ci apparaissent dispersés et fortement éloignés de la surface de réponse pour certains.

Le couple de paramètres ξ_{exp} , correspondant à une courbe expérimentale, est celui qui minimise le carré de la distance euclidienne entre la surface de réponse et le point expérimental.

$$\min \left(\sum_{k=1}^n (\alpha_k^{\text{exp}} - \alpha_k^{\text{proj}}(\xi_{\text{exp}}))^2 \right), \quad \alpha_k^{\text{proj}} \in \mathcal{M}$$

1. Proper Orthogonal Decomposition

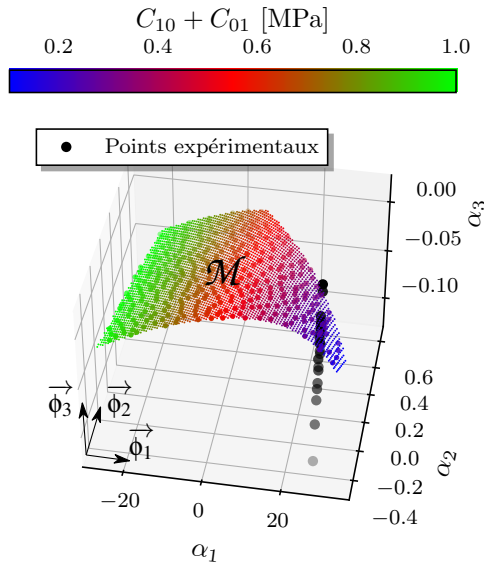


FIGURE 3 – Représentation des courbes d’indentation numériques et expérimentales dans les trois premières dimensions de l’espace POD. La surface de réponse \mathcal{M} issue de l’interpolation des données numériques est illustrée en pointillé.

3 Résultats

Le développement présenté précédemment a permis d’identifier des paramètres pour chaque courbe expérimentale. Les résultats sont présentés dans le plan C_{10} , C_{01} (Figure 4) et y sont comparés aux paramètres obtenus classiquement à partir de l’essai macroscopique de compression uniaxiale. La première observation est la forte dispersion des identifications. En effet, il n’est pas possible d’extraire un couple de paramètres unique. Certains points expérimentaux sont projetés sur les limites de la surface de réponse, mettant en question leur validité. Il apparaît cependant, que les couples identifiés suivent une droite sur laquelle la somme des paramètres est constante (ligne pointillée). Comme cela a été introduit précédemment, cette dernière est proportionnelle au module d’Young du matériau. Par conséquent, les résultats sont cohérents avec la rigidité du NR caractérisée macroscopiquement (résultat représenté par une croix sur la Figure 4). Cependant, la dépendance aux deux paramètres C_{10} et C_{01} est assez faible, rendant l’impact de la dispersion expérimentale important.

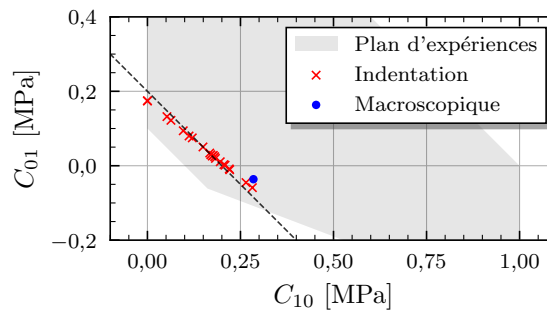


FIGURE 4 – Résultats d’identification représentés dans le plan C_{10} , C_{01} . Les limites du plan d’expériences sont représentés par la zone grise.

La dispersion expérimentale est principalement due à l'état de surface. Son impact s'illustre notamment sur la pré-charge de 250 μN . En effet, le NR étant souple, les profondeurs atteintes, faisant office d'origine de la courbe, sont variables et dépendantes de la rugosité. La solution proposée ici consiste à déplacer artificiellement l'origine des courbes d'indentation en un point moins impacté par la rugosité, c'est-à-dire, à une profondeur d'indentation importante. Ainsi, cela se traduit par le déplacement de l'origine pour qu'elle corresponde à une charge élevée ($P_0 = 13,5 \text{ mN}$). Ce traitement est appliqué sur l'ensemble des courbes du plan d'expériences, ainsi que sur les courbes expérimentales. Cela justifie l'application du protocole permettant d'obtenir une courbe d'indentation complète (*i.e.* comprenant la partie précédant la pré-charge réelle). De la même manière que précédemment, il est possible d'identifier des couples de paramètres ξ_{exp} pour chaque courbe d'indentation. Ces derniers sont représentés sur la Figure 5.

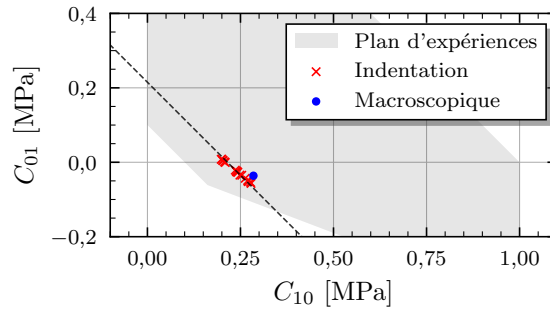


FIGURE 5 – Résultats d'identification obtenus suite au déplacement de l'origine des courbes d'indentations.

La dispersion apparaît bien moins importante, mettant ainsi en évidence la validité du déplacement d'origine. Afin de comparer le comportement mécanique obtenu aux différentes échelles, l'équation (3) permet de définir la contrainte nominale Π , en fonction de l'élongation λ , pour chaque couple de paramètres identifié précédemment. Ainsi, les courbes obtenues sont confrontées à la courbe de compression uniaxiale expérimentale sur la Figure 6.

$$\Pi = 2(1 - \lambda^{-3})(\lambda C_{10} + C_{01}), \quad \lambda = 1 + \varepsilon \quad (3)$$

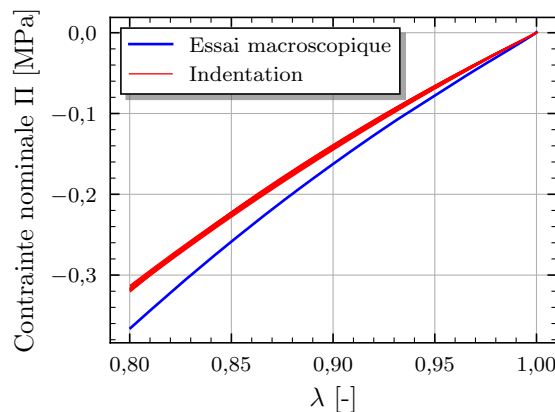


FIGURE 6 – Comparaison entre la courbe de compression uniaxiale macroscopique (en bleu) et équivalentes aux couples de paramètres identifiés par indentation.

Bien que les couples de paramètres identifiés présentent une certaine dispersion, cette dernière n'a que peu d'impact sur les courbes de compressions équivalentes. Cela traduit le fait que la dépendance aux deux paramètres du modèle de Mooney-Rivlin reste assez faible, et que l'allure des courbes d'indentation et de compression uniaxiale est principalement dirigée par leur somme (*i.e.* le module d'Young). Cela rejoint l'observation faite précédemment. Enfin, les courbes issues de l'identification présentent un comportement plus souple que celui observé macroscopiquement. Cela est probablement dû à l'effet "tonneau" apparaissant lors des essais de compression, qui engendre une surestimation de la contrainte.

4 Conclusions et perspectives

Les présents travaux démontrent la possibilité d'identifier les paramètres C_{10} et C_{01} de la loi de comportement de Mooney-Rivlin et ce, à partir d'essais d'indentation sur élastomères. L'application de la décomposition aux valeurs propres dans le procédé d'identification renseigne sur la dépendance bijective de la courbe d'indentation aux paramètres du modèle et démontre, par extension, la possibilité d'identifier des couples de paramètres uniques à partir d'une courbe expérimentale. De plus, la confrontation avec des essais de compression uniaxiale illustre une cohérence entre le comportement mécanique observé à l'échelle de l'indentation et celui observé à l'échelle macroscopique. Cependant, l'étude se confronte à quelques problématiques. En effet, le modèle de Mooney-Rivlin est appliqué pour des taux de déformation de l'ordre de 20 %, ce qui est assez faible pour extraire une forte dépendance à ses paramètres. Ainsi, la dispersion qui, d'un point de vue expérimental est faible, engendre une dispersion importante sur les résultats d'identification. Le déplacement de l'origine des courbes d'indentation a permis de limiter cela de manière numérique. Une autre possibilité serait de diminuer cette dispersion en travaillant sur la méthode de mise en œuvre des échantillons. Enfin, une étude plus approfondie des essais macroscopiques permettra d'établir la validité de la méthode présentée ici. L'objectif étant, par la suite, de caractériser des comportements mécaniques plus complexes, en s'intéressant notamment à la visco-hyperélasticité que présentent beaucoup d'élastomères industriels.

Références

- [1] A. C. Fischer-Cripps. *Nanoindentation*. Springer New York, 2011.
- [2] W. C. Oliver and G. M. Pharr. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation : Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research*, 19(1) :3–20, 2004.
- [3] O. Ezzaamari, G. Le Quilliec, F. Lacroix, and S. Méo. Numerical investigation of the identifiability of elastomer mechanical properties by nano-indentation and shape-manifold approach. *Rubber Chemistry and Technology*, 94(2) :376–392, 2021.
- [4] J. Diani and P. Gilormini. Combining the logarithmic strain and the full-network model for a better understanding of the hyperelastic behavior of rubber-like materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 53(11) :2579–2596, 2005.
- [5] S. Hartmann and P. Neff. Polyconvexity of generalized polynomial-type hyperelastic strain energy functions for near-incompressibility. *International Journal of Solids and Structures*, 40(11) :2767–2791, 2003.
- [6] D. G. Krige. A statistical approach to some basic mine valuation problems on the Witwatersrand. *Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy*, 52(6) :119–139, 1951.