

Non-unicité des propriétés viscoélastiques déterminées par nanoindentation conique. Cas du polypropylène

M.C. Barick^a, Y. Gaillard^a, A. Lejeune^a, F. Richard^a, F. Amiot^a

^aUniv. Bourgogne Franche-Comté, Institut FEMTO-ST, CNRS/UFC/ENSMM/UTBM,
Département Mécanique Appliquée, 25000 Besançon (France)

mohamed-cheikh.barick@femto-st.fr

Résumé

L'objectif de cet article est d'étudier la non-unicité des propriétés viscoélastiques (VE) du polypropylène déterminées par nanoindentation conique lors d'un essai de charge-décharge à vitesse d'indentation $|\dot{h}|$ constante. Un essai a été réalisé sur un échantillon de polypropylène pour une vitesse d'environ 1000 nm/min. Sur ces données expérimentales, il s'avère qu'il est possible de recalibrer presque parfaitement un modèle numérique de l'essai intégrant un comportement VE à 4 paramètres (E, c_1, ν, η) . Cependant, l'exploration numérique montre qu'il existe plusieurs quasi-solutions. Ces données de charge-décharge sont donc insuffisantes pour identifier les 4 paramètres. Il s'avère cependant envisageable d'identifier (E, c_1, η) si le coefficient de Poisson ν est connu. Une analyse d'identifiabilité paramétrique basée sur le conditionnement du problème inverse montre une grande sensibilité de la solution du problème inverse à la force d'indentation. En quantifiant l'identifiabilité en fonction des données prises en compte, cette analyse met de plus en lumière que l'information pertinente est contenue dans la décharge.

Abstract

The aim of this paper is to study the non-uniqueness of the viscoelastic properties (VE) of polypropylene determined by conical nanoindentation during a load-unload test at a constant indentation rate $|\dot{h}|$. A test was performed on a polypropylene sample at a rate about 1000 nm/min. It is found that a numerical model of the test integrating a VE behavior with 4 parameters (E, c_1, ν, η) can be calibrated using these experimental data. However, the numerical investigation shows several quasi-solutions. These load-unload data are therefore not sufficient to identify the 4 parameters. However, it is possible to identify (E, c_1, η) if the Poisson's ratio is known. A parametric identifiability analysis based on the conditioning of the inverse problem shows a high sensitivity of the solution of the inverse problem to the indentation force. By quantifying the identifiability as a function of the data, this analysis further highlights that the relevant information is contained in the unload part.

Mots clefs : viscoélasticité, nanoindentation, polymère, pointe conique, identifiabilité, unicité.

1 Introduction

La nanoindentation est une technique très utilisée dans le domaine de la caractérisation mécanique des matériaux à l'échelle submicrométrique [1-4]. De nombreux polymères présentant un comportement viscoélastique, il est nécessaire de développer une méthode d'analyse des données temporelles de nanoindentation permettant d'extraire des propriétés viscoélastiques intrinsèques. Basées sur les travaux de quelques pionniers du contact viscoélastique [5-8], des méthodes de caractérisation viscoélastiques par nanoindentation ont récemment été proposées [9-13] mais de nombreuses questions demeurent. Par exemple, la complexité de l'analyse des données lorsque les matériaux exhibent un comportement visqueux pose la question fondamentale de l'unicité des propriétés déterminées par une analyse de l'évolution temporelle de la force d'indentation $P(t)$ et du déplacement de l'indenteur $h(t)$. Comme en élastoplasticité, ce problème de non-unicité pourrait être provoqué par une grande sensibilité aux erreurs de mesure [14]. Cette question est peu abordée en présence de phénomènes visqueux (viscoélastique et/ou viscoplastique, ...) [15]. L'objectif de cette étude est de statuer sur l'unicité des propriétés mécaniques déterminées par nanoindentation conique lors d'un essai de charge-décharge à vitesse d'indentation $|\dot{h}|$ constante et de quantifier la richesse des données utilisées pour l'identification paramétrique.

2 Matériels et méthodes

2.1 Matériau et comportement viscoélastique

Un échantillon de polypropylène (PP301440) de dimensions $(150 \times 150 \times 0,5)$ mm³ fourni par l'entreprise Goodfellow a été utilisé pour cette étude. Une loi viscoélastique linéaire isotrope à coefficient de Poisson constant [16] est choisie pour modéliser le comportement du matériau. L'énergie libre massique de Helmholtz ψ [17] s'exprime :

$$\psi = \frac{1}{2\rho} \boldsymbol{\varepsilon}^e : \mathbf{C} : \boldsymbol{\varepsilon}^e + \frac{1}{2\rho} \boldsymbol{\alpha}^{\text{an}} : \mathbf{C}^{\text{an}} : \boldsymbol{\alpha}^{\text{an}} \quad (1)$$

Où $\boldsymbol{\varepsilon}^e$ est le tenseur des déformations élastiques, $\boldsymbol{\alpha}^{\text{an}}$ est le tenseur des variables internes représentant les phénomènes anélastiques, ρ est la masse volumique, $\mathbf{C}(E, \nu)$ et $\mathbf{C}^{\text{an}}(c_1, \nu)$ sont les tenseurs des rigidités élastiques et anélastiques. E, ν, c_1 sont respectivement le module d'Young, le coefficient de Poisson et le module d'anélasticité. Les lois d'états dérivent de ce potentiel :

$$\boldsymbol{\sigma} = \rho \frac{\partial \psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}^e} \quad \text{et} \quad \mathbf{X}^{\text{an}} = \rho \frac{\partial \psi}{\partial \boldsymbol{\alpha}^{\text{an}}} \quad (2)$$

Où $\boldsymbol{\sigma}$ est le tenseur des contraintes de Cauchy et \mathbf{X}^{an} est le tenseur des contraintes anélastiques.

Le potentiel de dissipation Ω est donné par l'expression suivante [17] :

$$\Omega = \frac{E}{2\eta} (\boldsymbol{\sigma} - \mathbf{X}^{\text{an}}) : \mathbf{S} : (\boldsymbol{\sigma} - \mathbf{X}^{\text{an}}) \quad (3)$$

Où η est le coefficient de viscosité et $\mathbf{S} = \mathbf{C}^{-1}$ est le tenseur des souplesses élastiques. Les dérivées de ce potentiel Ω fournissent les évolutions des variables internes :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\text{an}} = \frac{\partial \Omega}{\partial \boldsymbol{\sigma}} \quad \text{et} \quad \dot{\boldsymbol{\alpha}}^{\text{an}} = - \frac{\partial \Omega}{\partial \mathbf{X}^{\text{an}}} \quad (4)$$

Où $\boldsymbol{\varepsilon}^{\text{an}}$ est la déformation anélastique et la déformation totale $\boldsymbol{\varepsilon}$ est la somme de deux déformations élastique et anélastique $\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}^e + \boldsymbol{\varepsilon}^{\text{an}}$.

Cette loi de comportement viscoélastique linéaire à coefficient de Poisson constant est pilotée par 4 paramètres qui définissent le vecteur des paramètres matériau $\theta = {}^T(E, c_1, \nu, \eta)$.

2.2 Dispositif expérimental et conditions d'essai

L'essai de nanoindentation a été réalisé avec un Ultra-Nanoindenteur (UNHT) équipé d'une pointe Berkovich. Ce dispositif permet d'asservir la force jusqu'à 50 mN ($\pm 0,1 \mu\text{N}$) et le déplacement jusqu'à 40 μm ($\pm 0,1 \text{ nm}$). L'essai est réalisé à température et degré d'hygrométrie ambiants est piloté en déplacement jusqu'à une valeur maximale $h_{max} \approx 550 \text{ nm}$. Il est constitué d'un cycle de charge-décharge. Une fois en contact, l'indenteur pénètre l'échantillon à une vitesse quasi-constante d'environ 1000 nm/min jusqu'à atteindre la valeur h_{max} , puis amorce la phase décharge avec la même vitesse (Figure 1).

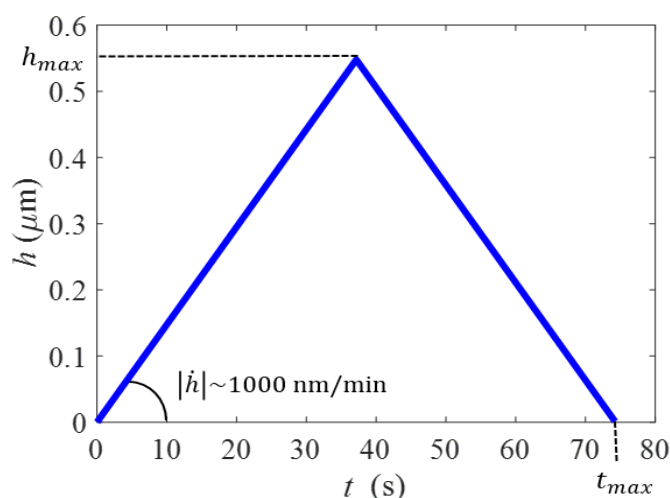


Figure 1. Déplacement imposé au cours du temps $h(t)$.

2.3 Modélisation de l'essai

Le modèle est un modèle éléments finis (EF) élaboré à l'aide du logiciel ANSYS (Figure 2). Ce modèle 2D-axisymétrique permet de simuler l'indentation conique viscoélastique en grandes déformations. La pointe conique est supposée indéformable et de demi angle au sommet égal à $70,3^\circ$. Cette géométrie présente une fonction d'aire équivalente à celle de la pointe Berkovich utilisée expérimentalement [18]. Le coefficient de frottement entre la pointe et l'échantillon est pris égal à 0,2. Des éléments quadrangles linéaires à 4 nœuds (Q4 PLAN182) ont été utilisés. La taille de l'échantillon modélisé est 60 fois plus grande que le déplacement maximal h_{max} . La zone directement située sous l'indenteur est plus finement maillée que le reste de l'échantillon sur une longueur 8 fois plus grande que le déplacement de l'indenteur, ce qui permet de modéliser au mieux le contact et d'augmenter la précision sur le résultat de la simulation. Le maillage est progressivement plus grossier en s'éloignant de la zone indentée, permettant de diminuer le nombre d'éléments et donc de réduire les temps de calculs. Le modèle comporte environ 20000 éléments. Les nœuds appartenant à la surface inférieure de la partie de l'échantillon modélisée sont encastés.

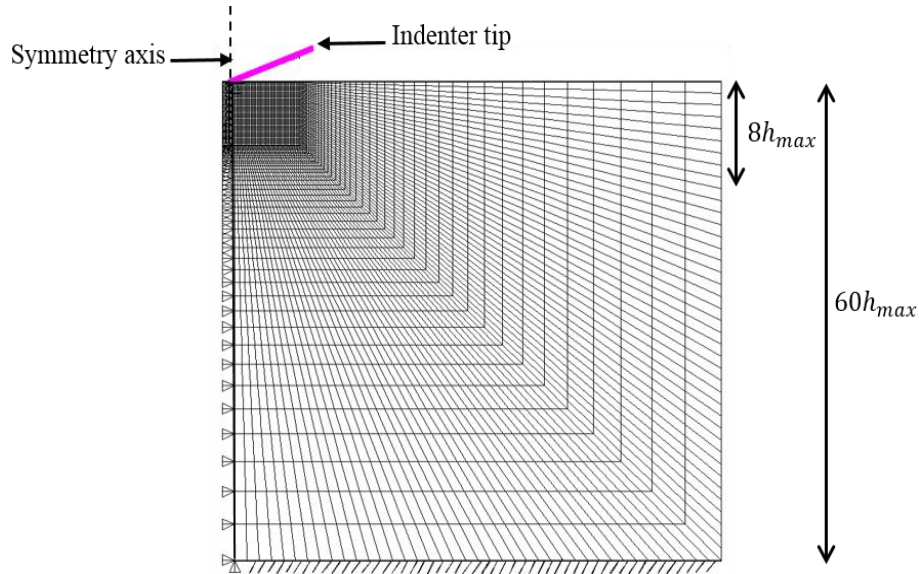


Figure 2. Schéma du maillage et conditions aux limites du modèle 2D-axisymétrique de l'essai de nanoindentation.

2.4 Estimation paramétrique par recalage du modèle de l'essai

Le recalage du modèle de l'essai sur les données expérimentales permet d'estimer un ou des vecteur-paramètres $\hat{\boldsymbol{\theta}}$ qui minimisent l'écart entre les observations $P(t; \boldsymbol{\theta})$ issues du modèle de l'essai et les données $P^{exp}(t)$ issues de l'expérimental. Le problème inverse peut se reformuler en un problème de minimisation d'une fonction coût ω représentant une distance entre le modèle et l'expérience :

$$\hat{\boldsymbol{\theta}} = \underset{\boldsymbol{\theta}}{\operatorname{argmin}} \omega(P(t; \boldsymbol{\theta}), P^{exp}(t)) \quad (5)$$

La fonction coût ω est minimisée par une technique d'optimisation locale basée sur l'algorithme de Levenberg-Marquard [19], [20] à l'aide du logiciel MIC2M [21]. Elle peut s'exprimer en supposant une incertitude absolue constante sur chaque mesure de force [22] :

$$\omega(\boldsymbol{\theta}) = \frac{1}{2T} \sum_{k=1}^T \left(\frac{P_k(\boldsymbol{\theta}) - P_k^{exp}}{P_{max}^{exp}} \right)^2 \quad (6)$$

$T = 1000$ est le nombre d'observations temporelles de la force $P_k(\boldsymbol{\theta}) = P(t_k; \boldsymbol{\theta})$ échantillonnée à fréquence constante et P_{max}^{exp} la valeur maximale de la force d'indentation expérimentale.

Les incertitudes relatives sur les valeurs des paramètres obtenues s'obtiennent à partir de l'équation :

$$\frac{\Delta\theta_i}{\theta_i} = \sqrt{2\omega[\bar{\mathbf{H}}^{-1}]_{ii}} \quad i = 1, \dots, 4 \quad (7)$$

Où $\bar{\mathbf{H}}$ est une matrice pseudo-hessienne sans dimension qui dépend de la sensibilité de la force $P(t; \boldsymbol{\theta})$ aux paramètres matériau. Les composantes de $\bar{\mathbf{H}}$ s'écrivent [23-24] :

$$\bar{H}_{ij} = \frac{1}{T P_{max}^2} \sum_{k=1}^T \left. \frac{\partial P_k(\boldsymbol{\theta})}{\partial \theta_i} \right|_{\hat{\boldsymbol{\theta}}} \left. \frac{\partial P_k(\boldsymbol{\theta})}{\partial \theta_j} \right|_{\hat{\boldsymbol{\theta}}} \quad i, j = 1, \dots, 4 \quad (8)$$

2.5 Analyse d'identifiabilité paramétrique

L'objectif de cette analyse est de quantifier le caractère plus ou moins bien posé du problème d'identification des paramètres de la loi VE par un indice d'identifiabilité basé sur le conditionnement du problème inverse. Cet indice I est défini par [23-24] :

$$I = \log_{10} \left(\frac{\lambda_{max}}{\lambda_{min}} \right) \quad (9)$$

Où λ_{max} et λ_{min} sont respectivement la valeur propre maximale et minimale de la matrice $\bar{\mathbf{H}}$ au point de calcul $\boldsymbol{\theta}$ considéré.

Plus l'indice est élevé et moins les paramètres sont identifiables. Lorsque l'indice est inférieur à 2 on a un bon conditionnement du problème inverse et lorsqu'il est supérieur à 3 on a un mauvais conditionnement (l'identification est impossible). Ces valeurs d'indice correspondent à des rapports entre les incertitudes relatives sur deux paramètres estimés pouvant atteindre 10 ($I = 2$) et 30 ($I = 3$). Pour un indice entre 2 et 3 les paramètres sont difficilement identifiables [25].

Cet indice est calculé en différents $\boldsymbol{\theta}$ pour les 11 combinaisons de paramètres (6 couples, 4 triplets et 1 quadruplet) et en fonction des données considérées (charge-décharge, charge uniquement, décharge uniquement). Ceci permet de faire un classement des combinaisons potentiellement identifiables et d'analyser le caractère global de ce classement. On utilise pour ce faire des matrices pseudo-hessiennes (équation 8) réduites associées aux combinaisons.

3 Résultats et discussion

Dans cette partie on présente les résultats des recalages du modèle en terme de valeurs de paramètres et d'incertitudes. Ensuite l'indice d'identifiabilité I est calculé pour toutes les combinaisons de paramètres et en fonction des données prises en compte.

3.1 Recalage de modèle de l'essai

Plusieurs recalages ont été effectués en utilisant les données expérimentales de l'essai de nanoindentation (Figure 4). A partir d'une recherche bibliographique sur les propriétés mécaniques du polypropylène, trois points de départ $\boldsymbol{\theta}^{(01)}$, $\boldsymbol{\theta}^{(02)}$ et $\boldsymbol{\theta}^{(03)}$ ont été choisis pour l'algorithme de minimisation (Tableau 1). La Figure 3 montre l'évolution des paramètres lors des itérations de l'algorithme. On remarque que les paramètres E , c_1 et η tendent vers les mêmes valeurs quelque soit le point de départ de l'algorithme. Par contre, les valeurs du coefficient de Poisson ν sont multiples et l'incertitude sur ces valeurs est très importante. Les valeurs de la fonction ω sont quasiment identiques dans les trois cas et sont très faibles. Il y a donc non unicité de la solution. La Figure 4 illustre graphiquement que les solutions obtenues génèrent presque la même force $P(t)$ que celle obtenue expérimentalement pour les 3 cas.

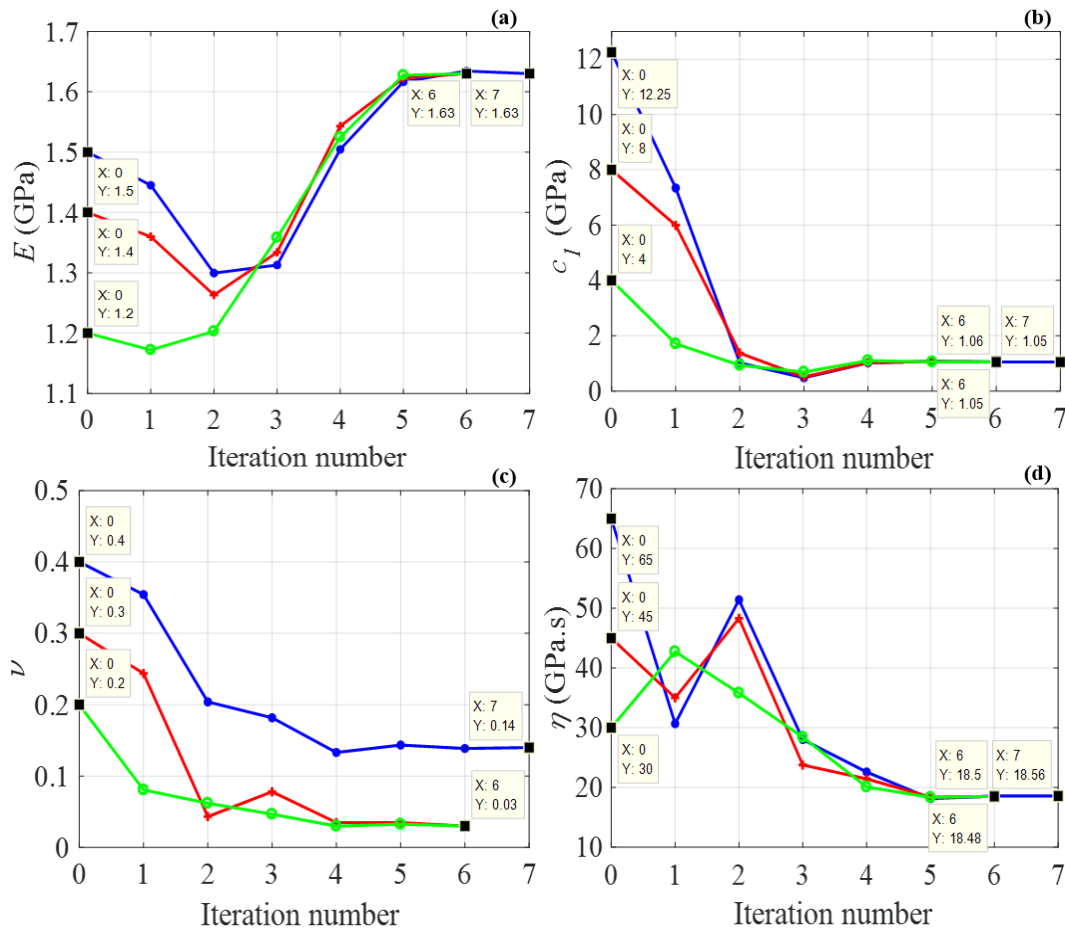


Figure 3. Evolution des paramètres E , c_1 , ν et η lors des recalages pour les trois points de départ de l'algorithme $\hat{\theta}^{(01)}$, $\hat{\theta}^{(02)}$ et $\hat{\theta}^{(03)}$.

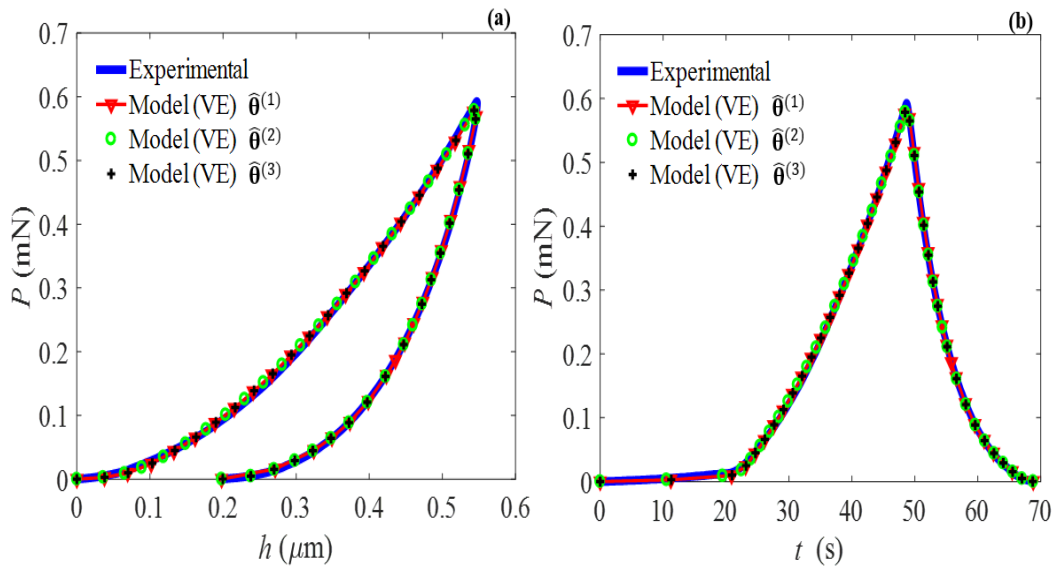


Figure 4. Courbe d'indentation expérimentale et simulations VE pour les 3 cas.

Tableau 1. Paramètres estimés pour les 3 points de départ avec les incertitudes (d'après l'équation (7)).

Paramètre	E (GPa)	c_1 (GPa)	ν	η (GPa.s)	$\omega(\hat{\theta})$
$\theta^{(01)}$	1,50	12,25	0,4	65	
$\hat{\theta}^{(1)}$	1,63	1,05	0,13	18,56	$1,25 \cdot 10^{-5}$
$\Delta\theta^{(1)}$ (%)	6,52	5,94	90,49	14,86	
$\theta^{(02)}$	1,40	8	0,3	45	
$\hat{\theta}^{(2)}$	1,63	1,05	0,03	18,48	$1,24 \cdot 10^{-5}$
$\Delta\theta^{(2)}$ (%)	6,49	5,57	136,95	14,80	
$\theta^{(03)}$	1,20	4	0,2	30	
$\hat{\theta}^{(3)}$	1,63	1,06	0,03	18,50	$1,24 \cdot 10^{-5}$
$\Delta\theta^{(3)}$ (%)	6,51	5,59	137,77	14,81	

Des recalages ont été ensuite réalisés en fixant un paramètre. On considère deux cas particuliers en plus du cas précédent $\theta^{(01)}$ à 4 paramètres libres. Dans le premier cas le module d'Young E est fixé à 1,50 GPa et les 3 paramètres ν , c_1 et η sont estimés. Dans le second cas la valeur du coefficient de Poisson ν est fixée à 0,4 et E , c_1 et η sont estimés. La Figure 5 montre que les valeurs obtenues sont multiples à l'exception du paramètres c_1 .

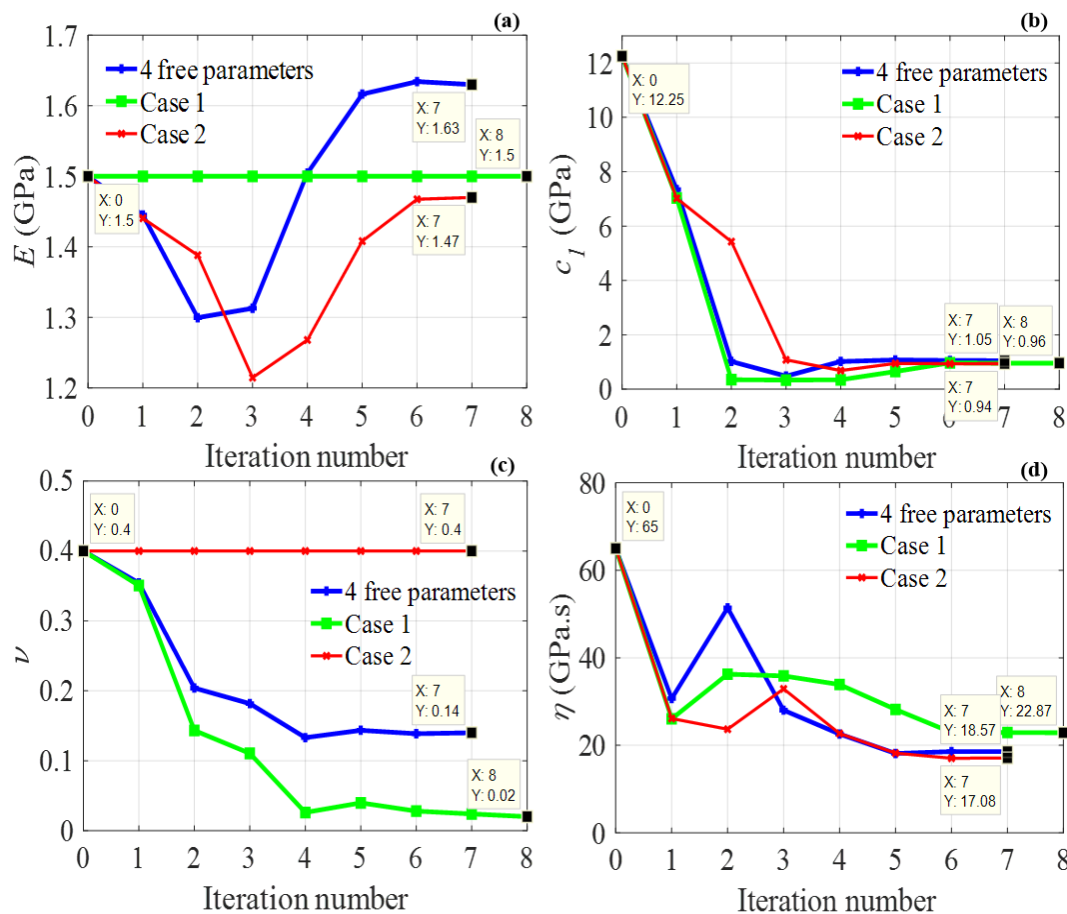


Figure 5. Evolution des paramètres E , c_1 , ν et η lors des recalages pour les 2 cas. Comparaison avec un cas à 4 paramètres libres pour le point de départ $\theta^{(01)}$.

Les paramètres estimés à l'issu des recalages sont présentés dans le Tableau 2 et les simulations réalisées à l'aide de ces valeurs sont confrontées à l'expérimental à la Figure 6.

Tableau 2. Paramètres estimés pour les deux cas particuliers.

Paramètre	E (GPa)	c_1 (GPa)	ν	η (GPa.s)	$\omega(\hat{\theta})$
Cas 1	1,50 (fixé)	0,96	0,02	22,87	$3,27 \cdot 10^{-5}$
Cas 2	1,47	0,94	0,4 (fixé)	17,08	$1,31 \cdot 10^{-5}$

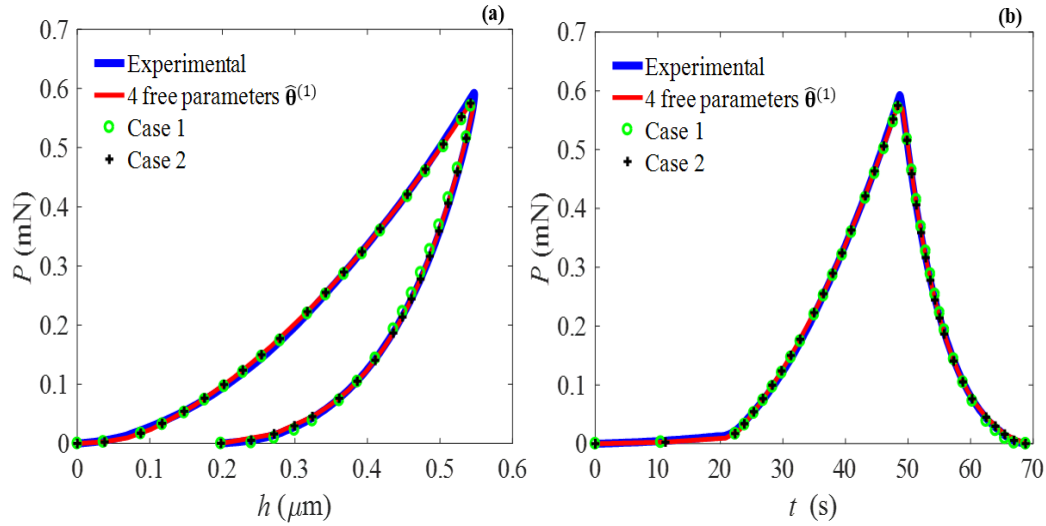


Figure 6. Courbe expérimentale et simulations VE pour les 3 cas.

Dans tous les cas, les simulations réalisées sont très proches des évolutions expérimentales (Figure 6). Tous les jeux de paramètres peuvent donc être considérés comme quasi-solutions du problème inverse.

3.2 Analyse d'identifiabilité paramétrique

La Figure 7 illustre les sensibilités de la force d'indentation aux paramètres matériau pour la solution $\hat{\theta}^{(1)}$. Le manque de sensibilité pour le coefficient de Poisson est flagrant et est source de difficulté potentielle d'inversion du modèle.

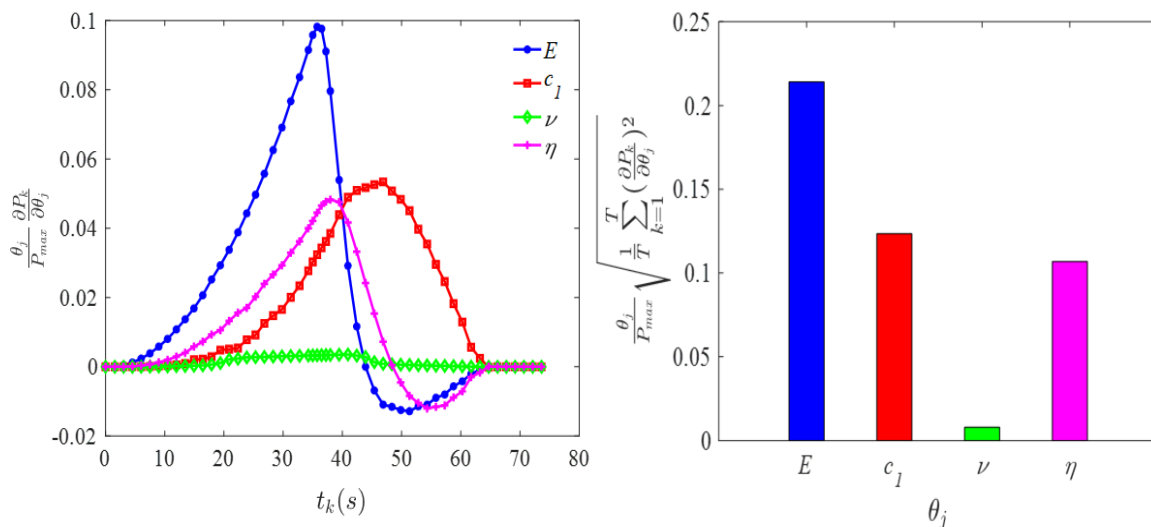


Figure 7. Sensibilités du modèle de l'essai aux paramètres matériau pour $\theta = \hat{\theta}^{(1)}$.

Le Tableau 3 récapitule les valeurs de l'indice d'identifiabilité I en $\hat{\theta}^{(1)}$ calculé à partir de l'équation (9) pour les 11 combinaisons possibles de paramètres en fonction des données considérées (charge-décharge, charge uniquement, décharge uniquement).

Tableau 3. Indice d'identifiabilité I pour toutes les combinaisons de paramètres pour la solution $\hat{\theta}^{(1)}$.

Combinaison	Charge-Décharge	Charge	Décharge
E, c_1	0,6	2,3	0,3
c_1, η	0,6	2,1	0,7
E, η	1,5	3,0	1,0
E, c_1, η	1,8	3,5	1,4
c_1, ν	2,5	2,1	3,0
ν, η	2,5	2,5	2,5
c_1, ν, η	2,8	2,6	3,1
E, ν	3,1	3,3	2,6
E, c_1, ν	3,2	3,3	3,1
E, ν, η	3,2	3,3	2,9
E, c_1, ν, η	3,3	3,5	3,2

Les calculs ont également été effectués pour les deux autres solutions ($\hat{\theta}^{(2)}$ et $\hat{\theta}^{(3)}$). Dans tous les cas, la valeur de l'indice pour la combinaison à 4 paramètres est supérieure à 3. L'identification des quatre paramètres matériau est donc impossible.

D'une manière générale la présence du coefficient de Poisson dans une combinaison génère un mauvais conditionnement du problème d'identification paramétrique comme on pouvait s'y attendre à la vue de la Figure 7. Il est cependant envisageable d'identifier 4 combinaisons de paramètres à partir des données charge-décharge, mais également en considérant uniquement la décharge ($I < 2$).

La valeur de l'indice $I(E, c_1, \eta)$ est supérieure à 3 lorsque seule la charge est considérée et inférieur à 2 dès que la décharge est considérée. L'identification des 3 paramètres (E, c_1, η) est donc envisageable à partir du moment où la décharge est prise en compte et sous réserve bien sûr d'une incertitude de mesure expérimentale raisonnable (ce qui est le cas avec notre dispositif). Pour cette combinaison de paramètres (E, c_1, η), si on considère uniquement la décharge ($I = 1,4$), l'identifiabilité est meilleure que lorsqu'on considère charge et décharge ($I = 1,8$). L'information pertinente est donc dans la décharge. Par conséquent, pour effectuer un recalage du modèle lorsque le coefficient de Poisson est connu, il est préférable de ne considérer dans l'équation (6) que la décharge.

4 Conclusion et perspectives

Un essai de nanoindentation conique en charge-décharge a été réalisé à vitesse constante (~ 1000 nm/min) pour déterminer les propriétés viscoélastiques du polypropylène. Les recalages d'un modèle EF 2D-axisymétrique de l'essai sur ces données expérimentales mènent à des solutions multiples pour les valeurs des 4 paramètres (E, c_1, ν, η) d'une loi de comportement viscoélastique. L'identification des 4 paramètres à partir de l'essai considéré est impossible mais il est envisageable d'identifier E, c_1, η si le coefficient de Poisson est connu. L'analyse d'identifiabilité a permis de quantifier par un indice scalaire basé sur le conditionnement le caractère mal posé du problème inverse et a montré que l'information pertinente est dans la décharge. Pour identifier (E, c_1, η), il est donc préférable de ne considérer que la décharge.

Pour mieux poser le problème, nous envisageons d'utiliser simultanément les données de plusieurs essais réalisés à des vitesses d'indentation différentes et de quantifier l'enrichissement du contenu informatif par l'indice I afin d'assurer a priori (avant recalage) une extraction fiable des propriétés viscoélastiques pour ce type de matériau à température et degré d'hygrométrie ambiants.

Références

- [1] C. Y. Zhang, Y. W. Zhang, K. Y. Zeng, et L. Shen, Nanoindentation of polymers with a sharp indenter, *J. Mater. Res.*, 20, 1597–1605, 2005.
- [2] A. C. Fischer-Cripps, A simple phenomenological approach to nanoindentation creep, *Mater. Sci. Eng. A*, 385, 74–82, 2004.
- [3] M. R. VanLandingham, Review of instrumented indentation, *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.*, 108, 249–265, 2003.
- [4] B. J. Briscoe, L. Fiori, et E. Pelillo, Nano-indentation of polymeric surfaces, *J. Phys. Appl. Phys.*, 31, 2395, 1998.
- [5] E. H. Lee, Stress analysis in visco-elastic bodies, *Q. Appl. Math.*, 183–190, 1955.
- [6] J. R. M. Radok, Visco-elastic stress analysis, *Q. Appl. Math.*, 15, 198–202, 1957.
- [7] E. H. Lee et J. R. M. Radok, The contact problem for viscoelastic bodies, *J. Appl. Mech.*, 27, 438–444, 1960.
- [8] G. A. Graham, The contact problem in the linear theory of viscoelasticity, *Int. J. Eng. Sci.*, 3, 27–46, 1965.
- [9] C. Y. Zhang, Y. W. Zhang, K. Y. Zeng, et L. Shen, Characterization of mechanical properties of polymers by nanoindentation tests, *Philos. Mag.*, 86, 4487–4506, 2006.
- [10] M. Vandamme et F.-J. Ulm, Viscoelastic solutions for conical indentation, *Int. J. Solids Struct.*, 43, 3142–3165, 2006.
- [11] C.-K. Liu, S. Lee, L.-P. Sung, et T. Nguyen, Load-displacement relations for nanoindentation of viscoelastic materials, *J. Appl. Phys.*, 100, 033503, 2006.
- [12] Y.-T. Cheng et C.-M. Cheng, Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements, *Mater. Sci. Eng. R.*, 44, 91–149, 2004.
- [13] L. Cheng, X. Xia, W. Yu, L. E. Scriven, et W. W. Gerberich, Flat-punch indentation of viscoelastic material, *J. Polym. Sci. Part B Polym. Phys.*, 38, 10–22, 2000.
- [14] J. K. Phadikar, T. A. Bogetti, et A. M. Karlsson, On the uniqueness and sensitivity of indentation testing of isotropic materials, *Int. J. Solids Struct.*, 50, 3242–3253, 2013.
- [15] A. Constantinescu et N. Tardieu, On the identification of elastoviscoplastic constitutive laws from indentation tests, *Inverse Probl. Eng.*, 9, 19–44, 2001.
- [16] H. Lu, B. Wang, J. Ma, G. Huang, et H. Viswanathan, Measurement of creep compliance of solid polymers by nanoindentation, *Mech. Time-Depend. Mater.*, 7, 189–207, 2003.
- [17] J. Lemaitre et J. L. Chaboche, *Mechanics of solid materials*. Cambridge university press, 1994.
- [18] A. C. Fischer-Cripps, *Nanoindentation*. 2011. Springer.
- [19] K. Levenberg, A method for the solution of certain non-linear problems in least squares, *Q. Appl. Math.*, 2, 164–168, 1944.
- [20] D. W. Marquardt, An algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters, *J. Soc. Ind. Appl. Math.*, 11, 431–441, 1963.
- [21] F. Richard, MIC2M, <http://mic2m.univ-fcomte.fr>, 1999.

-
- [22] M. Qasmi, P. Delobelle, F. Richard, C. Brun, et M. Fromm, Viscoelastic mechanical properties determined by nanoindentation tests and its numerical modelling of polypropylene modified by He⁺ particle implantation and e⁻ irradiation, *Prog. Org. Coat.*, 51, 195–204, 2004.
- [23] F. Richard, M. Villars, et S. Thibaud, Viscoelastic modeling and quantitative experimental characterization of normal and osteoarthritic human articular cartilage using indentation, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, 24, 41-52, 2013.
- [24] M.-J. Pac, S. Giljean, C. Rousselot, F. Richard, et P. Delobelle, Microstructural and elasto-plastic material parameters identification by inverse finite elements method of Ti(1- x) AlxN (0 < x < 1), *Thin Solid Films*, 569, 81–92, 2014.
- [25] Gujarati, D.N, *Basic econometrics*, 2 nd. New York: McGraw-Hill, 1988.