

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
17 février 2005 (17.02.2005)

PCT

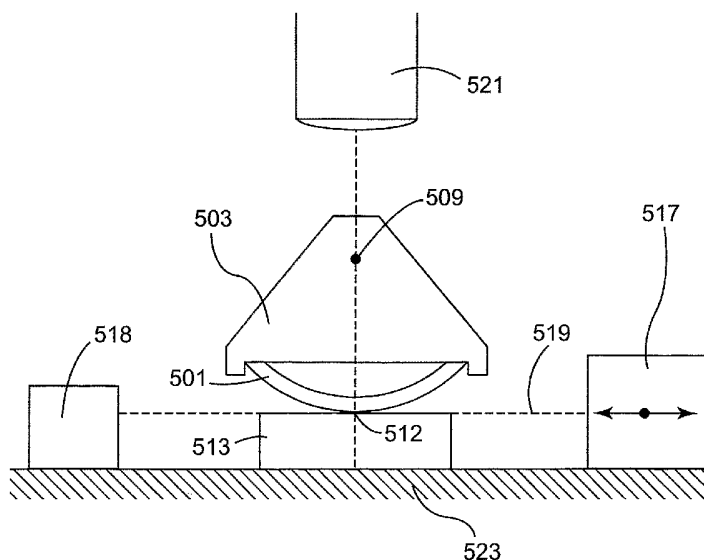
(10) Numéro de publication internationale
WO 2005/015172 A1

- (51) Classification internationale des brevets⁷ : **G01N 19/04**, 19/02
(21) Numéro de la demande internationale : PCT/FR2004/001639
(22) Date de dépôt international : 28 juin 2004 (28.06.2004)
(25) Langue de dépôt : français
(26) Langue de publication : français
(30) Données relatives à la priorité : 0308317 8 juillet 2003 (08.07.2003) FR
(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : **CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE** [FR/FR]; 3, rue Michel Ange, F-75794 Paris (FR).
(72) Inventeurs; et
(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : **CRETTON, Costantino** [IT/FR]; 7, rue des Arènes, F-75005 Paris (FR). **SERGOT, Philippe** [FR/FR]; 37, rue Pascal, F-75013 Paris (FR). **CHATEAUMINOIS, Antoine** [FR/FR]; 12, rue de la Chaise, F-75007 Paris (FR).
(74) Mandataires : **JACQUARD, Philippe** etc.; Cabinet ORES, 36, rue de St Petersburg, F-75008 Paris (FR).
(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH,

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: METHOD FOR MEASURING TRIBOLOGICAL AND RHEOLOGICAL PROPERTIES OF MATERIALS, AND DEVICE FOR IMPLEMENTING SAID METHOD

(54) Titre : PROCEDE DE MESURE DE PROPRIETES TRIBOLOGIQUES ET RHEOLOGIQUES DE MATERIAUX ET DISPOSITIF PERMETTANT SA MISE EN OEUVRE



(57) Abstract: The invention relates to a method for measuring at least one rheological, tribological or adhesion property of materials in the form of thin films or solid samples, and to a device for implementing said method. According to the inventive method, a portion of a rigid sphere (501) is brought into contact with a sample (513); a normal effort P is applied to the point of contact (512); said portion of the rigid sphere (501) is subjected to a pivoting movement about an axis (509) through the centre (511) thereof; the instantaneous tangential force Q(t) exerted by said portion of sphere (501) is measured at the point of contact (512); and the rheological, tribological and/or adhesion property sought is obtained from values of the normal effort P and the instantaneous tangential force Q(t).

[Suite sur la page suivante]

WO 2005/015172 A1



PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) **États désignés** (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasién (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

- avec rapport de recherche internationale
- avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

(57) Abrégé : La présente invention concerne un procédé pour la mesure d'au moins une propriété rhéologique, tribologique ou d'adhérence de matériaux sous forme de films minces ou d'échantillons massifs, et un dispositif pour la mise en œuvre dudit procédé. Ledit procédé comporte la mise en contact d'une portion de sphère rigide (501) avec un échantillon (513) ; l'application d'un effort normal P au niveau du contact (512) ; l'imposition à ladite portion de sphère rigide (501) d'un mouvement de pivotement autour d'un axe (509) passant par son centre (511) ; la mesure de la force tangentielle instantanée Q(t) exercée par ladite portion de sphère (501) au niveau de la région de contact (512) et l'obtention de la propriété rhéologique, tribologique et/ou d'adhérence recherchée à partir des valeurs dudit effort normal P et de ladite force tangentielle instantanée Q(t).

**PROCEDE DE MESURE DE PROPRIETES TRIBOLOGIQUES ET
RHEOLOGIQUES DE MATERIAUX ET DISPOSITIF PERMETTANT SA
MISE EN ŒUVRE.**

La présente invention concerne un procédé pour mesurer le
5 coefficient de frottement (plus précisément, sa composante dite « adhésive »),
les propriétés viscoélastiques (module viscoélastique, tangente de l'angle de
perte) et/ou les propriétés d'adhérence de matériaux, et plus particulièrement
de polymères, aussi bien sous forme d'échantillons massifs que de film mince
(épaisseur h comprise entre 5 et 100 μm environ).

10 La présente invention concerne également un dispositif,
dénommé tribo-rhéomètre à sphère oscillante (TSO), convenant à la mise en
œuvre dudit procédé.

Le principal domaine d'application de la présente invention
concerne la caractérisation des propriétés mécaniques des films polymères,
15 avec deux débouchés principaux :

- les peintures et vernis
- les adhésifs mous.

Actuellement, les mesures de coefficient de frottement
(tribologiques) sont effectuées en imposant un mouvement de glissement
20 linéaire relatif entre l'échantillon à caractériser et une sphère rigide ou un
poinçon ayant une extrémité hémisphérique, et exerçant un effort normal
connu sur la surface dudit échantillon. La mesure du rapport entre la force
tangentielle, Q , mesurée dans le plan du contact et l'effort normal imposé, P ,
permet alors d'obtenir une valeur du coefficient de frottement $\mu = Q/P$.
25 Cependant, la valeur de μ ainsi mesurée intègre deux effets, à savoir le
cisaillement de l'interface (composante adhésive du frottement) et la
déformation de l'échantillon (composante de déformation). Du point de vue de
la caractérisation des propriétés des surfaces, en général seulement la
composante adhésive présente un intérêt. Cette composante ne peut
30 cependant être extraite des mesures de frottement effectuées selon les
techniques connues de l'art antérieur qu'en ayant recours à des modèles de
frottement dont la validité n'est pas toujours assurée.

Les propriétés rhéologiques (module viscoélastique complexe
et tangente de l'angle de perte) peuvent être mesurées, pour des échantillons
35 massifs, par des viscoélasticimètres conventionnels, mais aucune technique
standard, utilisant des appareils commerciaux, ne s'applique aux films minces.

Des mesures viscoélastiques peuvent parfois être réalisées par traction sur des films, mais à condition de pouvoir obtenir ceux-ci sous forme libre (non liée à un substrat), et donc de négliger le rôle, souvent important, joué par les interactions physico-chimiques à l'interface entre le film et le substrat au cours de la réticulation ou de la formation du film. La fragilité ou le trop faible module de certains films minces sous forme libre limitent par ailleurs la faisabilité de ces mesures. Certaines caractérisations peuvent être effectuées grâce à des appareils de nano-indentation, récemment mis sur le marché, à des appareils de mesure de forces de surfaces (SFA) ou à des microscopes à force atomique (AFM), mais ces mesures sont coûteuses et d'interprétation parfois difficile, nécessitent du personnel hautement spécialisé et ne peuvent pas être effectuées dans une large plage de température. En conclusion, aucune technique connue de l'art antérieur ne permet aujourd'hui de mesurer d'une façon simple et dans une large plage de température les propriétés rhéologiques de films minces (5-100 μm) fixés à un substrat.

Les essais d'adhérence sur adhésifs mous sont généralement effectués dans des configurations de pelage (arrachement d'une bande déposée sur un plan rigide), de « probe-tack » (arrachement d'un poinçon cylindrique dont l'extrémité plane est en contact avec l'adhésif à caractériser) ou de cisaillement à force imposée. Aucune technique connue de l'art antérieur ne permet de faire des études de rupture dans un mode de sollicitation en cisaillement à déplacement imposé.

Un but de la présente invention est de pallier les inconvénients précités en proposant un procédé de mesure qui, dans un de ses modes de réalisation, permet d'avoir directement accès à la composante adhésive du frottement et dans un autre mode de réalisation, permet de déterminer les propriétés rhéologiques d'échantillons massifs ou sous forme de films minces et d'adhésifs mous, et cela dans une large plage de température.

Un autre but de la présente invention est de proposer un dispositif de mise en oeuvre dudit procédé qui soit peu coûteux et qui soit utilisable même en milieu industriel, par des opérateurs non spécialisés et dans une large plage de température.

Au moins un des objets précités est atteint à l'aide d'un procédé pour la mesure d'au moins une propriété rhéologique, tribologique ou d'adhérence de matériaux, comportant:

i. la mise en contact mécanique d'une portion de sphère rigide avec une région plane de contact d'un échantillon à caractériser dudit matériau;

5 ii. l'application d'un effort normal P ayant une valeur donnée au niveau du contact entre ladite portion de sphère et ladite région plane dudit échantillon, ledit effort normal P étant maintenu pendant toute la durée de la mesure;

10 iii. l'imposition à ladite portion de sphère d'un mouvement de pivotement d'amplitude maximale, dite débattement, X_0 autour d'un axe passant par le centre de ladite sphère rigide, et parallèle à ladite région plane dudit échantillon ;

iv. une mesure de la force tangentielle instantanée $Q(t)$ exercée par ladite portion de sphère au niveau de la région de contact; et

15 v. l'obtention de la propriété rhéologique, tribologique et/ou d'adhérence recherchée à partir des valeurs dudit effort normal P et de ladite force tangentielle instantanée $Q(t)$ et éventuellement des dimensions de la région de contact.

Avantageusement, ledit échantillon est stationnaire par rapport au centre de ladite sphère rigide.

20 Avantageusement, ledit pivotement $X(t)$ de ladite portion de sphère constitue une oscillation périodique.

Dans un mode particulier de réalisation du procédé, adapté à la mesure d'au moins une propriété tribologique de matériaux, ledit pivotement de ladite portion de sphère présente un débattement X_0 suffisamment important pour qu'un glissement soit induit à l'interface entre ladite portion de sphère et ladite région plane de contact.

Dans ce cas, ledit pivotement $X(t)$ de ladite portion de sphère est avantageusement effectué à vitesse V constante en valeur absolue.

30 Dans ces conditions, le coefficient de frottement μ_v correspondant à ladite vitesse V , est obtenu par l'équation $\mu_v = Q/P$.

Dans un autre mode particulier de réalisation du procédé, adapté à la mesure d'au moins une propriété rhéologique de matériaux, ledit pivotement de ladite portion de sphère présente un débattement X_0 suffisamment petit pour que le contact entre ladite portion de sphère et ladite région plane de contact soit non-glissant.

Dans ce cas, ledit pivotement $X(t)$ de ladite portion de sphère suit avantageusement une loi temporelle sensiblement sinusoïdale.

Dans ces conditions, la propriété rhéologique mesurée est avantageusement l'angle de perte δ , défini comme le déphasage entre le déplacement $X(t)$ et la force tangentielle instantanée $Q(t)$, qui suit également une loi temporelle sensiblement sinusoïdale.

Une deuxième propriété rhéologique mesurée est avantageusement le module viscoélastique complexe, qui est obtenu par l'équation $G^* = |G^*| \cdot e^{i\delta}$ où $|G^*|$ est un nombre réel qui dépend de la géométrie du contact et du rapport entre la valeur maximale Q_0 de ladite force tangentielle instantanée $Q(t)$ et le débattement X_0 .

Avantageusement, ledit procédé est mis en oeuvre dans des conditions de température et d'humidité contrôlées.

Dans un mode de réalisation de l'invention, l'échantillon à caractériser est constitué d'un matériau polymère.

La présente invention concerne également un dispositif susceptible d'être utilisé pour la mise en oeuvre d'un tel procédé, caractérisé en ce qu'il comporte :

- i. une portion de sphère rigide en contact avec une région plane de contact d'un échantillon à caractériser ;
- ii. un dispositif d'application d'une force permettant d'appliquer un effort normal P au niveau du contact entre ladite portion de sphère et ladite région plane de contact;
- iii. des pivots qui relient ladite portion de sphère à une structure portante, lui permettant de pivoter autour d'un axe de pivot qui passe par le centre de ladite sphère rigide et est parallèle à ladite région plane de contact ;
- iv. un actionneur susceptible d'imposer à ladite portion de sphère un mouvement de pivotement autour dudit axe de pivot ; et
- v. un dispositif de mesure d'une force permettant de mesurer la force tangentielle $Q(t)$ et l'effort normal P exercée par ladite portion de sphère au niveau de la région de contact.

Avantageusement, ledit échantillon est stationnaire par rapport au centre de ladite sphère rigide.

Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, lesdits pivots sont constitués par des lames métalliques verticales, disposées dans un même plan vertical, perpendiculaire à ladite région plane de contact et

passant par le centre de ladite sphère et flexibles de manière à permettre ledit mouvement de pivotement de ladite portion de sphère.

Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, ledit effort normal P est transmis à ladite portion de sphère par l'intermédiaire desdits pivots.

Avantageusement, ledit effort normal P est appliqué à ladite structure portante et transmis à ladite portion de sphère par lesdites lames métalliques verticales, qui sont sollicitées en traction.

Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, ledit actionneur comporte un moyen pour produire un mouvement linéaire alternatif qui est transmis au point de ladite portion de sphère qui est en contact direct avec ledit échantillon par l'intermédiaire d'un élément de transmission du mouvement.

Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, ledit élément de transmission du mouvement est constitué par des lames métalliques horizontales situées dans un même plan horizontal parallèle à ladite région plane de contact, qui relie ledit actionneur à ladite portion de sphère.

Avantageusement, lesdites lames métalliques horizontales sont situées dans le même plan horizontal que ladite région plane de contact.

Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, ledit actionneur comporte un actionneur piézoélectrique.

Selon un autre mode de réalisation de l'invention, ledit actionneur comporte un moteur électrique.

Avantageusement, ledit actionneur est contrôlé par une boucle d'asservissement.

Selon un mode de réalisation de l'invention, ledit dispositif de mesure d'une force permettant de mesurer la force tangentielle $Q(t)$ et l'effort normal P comporte au moins un capteur piézoélectrique. Alternativement, il comporte au moins une jauge de contrainte.

Avantageusement, le dispositif de mise en œuvre du procédé de mesure objet de la présente invention comporte un système optique pour observer et mesurer l'aire de ladite région plane de contact.

Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, ledit système optique voit ladite région plane de contact à travers ladite portion de sphère, qui est réalisée en matériau transparent. Alternativement il voit ladite

région plane de contact à travers ledit échantillon, qui est transparent, et à travers un support, également transparent, sur lequel ledit échantillon est fixé.

Avantageusement, le dispositif de mise en œuvre du procédé de mesure objet de la présente invention est placé à l'intérieur d'une enceinte thermique afin d'effectuer des mesures dans des conditions contrôlées de température et humidité.

D'autres caractéristiques, détails et avantages de l'invention ressortiront à la lecture de la description faite en référence aux dessins annexés, donnés à titre d'exemple.

Les figures 1A et 1B montrent le principe général de l'invention.

La figure 2 montre les paramètres de fonctionnement de la présente invention et des techniques de mesure de propriétés tribologiques et rhéologiques connues de l'art antérieur.

Les figures 3A-3E se réfèrent à un premier mode de réalisation dudit procédé de mesure, dit « à grands débattements », adapté à la détermination de la composante adhésive du coefficient de frottement d'un échantillon.

La figure 4 se réfère à un deuxième mode de réalisation dudit procédé de mesure, dit « à petits débattements », adapté à la détermination des propriétés rhéologique d'un échantillon.

Les figures 5A et 5B montrent deux vues en coupe d'un mode particulier de réalisation d'un dispositif pour mettre en oeuvre le procédé de mesure, objet de la présente invention.

Les figures 6A et 6B mettent en évidence une correction qu'il faut apporter aux mesures brutes obtenues par le dispositif décrit en les figures 5A et 5B.

La figure 7 montre un dispositif selon la présente invention placé à l'intérieur d'une enceinte thermique, afin d'effectuer des mesures rhéologiques et/ou tribologiques dans des conditions contrôlées de température et humidité.

Les figures 1A et 1B montrent le principe général de l'invention. Une portion de sphère rigide 11 est en contact avec un échantillon plan 12 et exerce un effort normal P, typiquement compris dans une plage de 50 mN à 5 N, sur une zone de contact 13 dont l'aire est typiquement comprise entre 10^{-2} et 1 mm². Ladite portion de sphère rigide 11 est animée d'un

mouvement périodique de pivotement autour d'un axe 14, parallèle audit échantillon 12 et passant par le centre 15 de ladite sphère ; au contraire, l'échantillon est stationnaire dans le référentiel du laboratoire, et donc par rapport au centre 15 de ladite sphère. L'amplitude crête à crête dudit mouvement périodique de pivotement de la portion de sphère 11, dite débattement, est comprise entre 100 nm et 100 μ m et sa fréquence est comprise entre 10^{-3} et 50 Hz. On désigne par $X(t)$ le déplacement tangentiel du point 16 de la portion de sphère 11, initialement en contact avec l'échantillon 12 et par $Q(t)$ la force tangentielle exercée par ladite portion de sphère 11 sur ledit échantillon 12. En connaissant ledit déplacement $X(t)$ et ladite force tangentielle $Q(t)$ il est possible de déterminer les propriétés tribologiques ou rhéologiques dudit échantillon 12. Pour des raisons de clarté, en les figures 1A et 1B l'amplitude du déplacement $X(t)$ a été grandement exagérée.

Dans la figure 2, les rectangles montrent les plages de valeurs de l'amplitude du déplacement, de l'effort normal P et de la dimension de l'aire de contact pour le tribo-rhéomètre à sphère oscillante (TSO), objet de la présente invention, et pour d'autres dispositifs connus de l'art antérieur : tribomètres conventionnels et dispositifs nano-mécaniques (dispositifs de mesure de forces de surfaces SFA, microscopes à force atomique AFM, et dispositifs de nano-indentation). On voit clairement que le TSO se situe dans une région intermédiaire par rapport à ces deux familles d'instruments et jusqu'à présent inaccessible.

La figure 3A montre la dépendance temporelle du déplacement $X(t)$ imposé (courbe 31) et de la force tangentielle $Q(t)$ (courbe 32) mesurée dans le plan de contact pour des « grands débattements », c'est à dire dans le cas d'une mesure tribologique. Si lesdits débattements imposés à la portion de sphère 11 sont suffisamment importants (de quelques dizaines à quelques centaines de micromètres) un glissement est induit à l'interface portion de sphère-échantillon. Comme dans le cas des procédés de mesure des coefficients de frottement connus de l'art antérieur, la mesure du rapport entre la force tangentielle, Q , mesurée dans le plan du contact et l'effort normal imposé, P , permet alors d'obtenir une valeur du coefficient de frottement $\mu=Q/P$. Cependant, contrairement au cas des mesures conventionnelles, la nature du mouvement imposé à la portion de sphère 11 permet de s'affranchir de la contribution à la force de frottement due à la

déformation du substrat au cours de la phase de glissement. Le coefficient μ ainsi obtenu représente donc une mesure directe de la composante adhésive du frottement, sans qu'il soit nécessaire de faire recours à un modèle. Dans ce mode opératoire, le déplacement est effectué à vitesse $V = dX/dt = 2 X_0/T_0$ sensiblement constante en valeur absolue et dont la direction est inversée à intervalles réguliers $T_0/2$, de façon à constituer une forme d'onde triangulaire symétrique de période T_0 . La force tangentielle $Q=Q_0$ constante, et le coefficient de frottement dynamique à la vitesse V est donné par :

$$\mu_v = Q/P. \quad \text{(Equation 1)}$$

Quand la vitesse s'inverse ($T=T_0/4, 3T_0/4$), $Q(t)$ change de signe.

En général, la valeur dudit coefficient de frottement dynamique μ_v dépend de la vitesse V ; il est donc utile d'effectuer plusieurs mesures à des vitesses différentes.

La figure 3B est un agrandissement de la figure 3A qui montre ce qu'il se passe dans les premiers instants du mouvement de la portion de sphère (courbe 33). Initialement ($t=0$) le contact portion de sphère-échantillon n'est pas glissant : le mouvement relatif entre la sphère et l'échantillon induit uniquement une déformation de cisaillement de ce dernier (zone I et figure 3C). Dans le cas d'un matériau purement élastique, la force tangentielle $Q(t)$ dépend linéairement du déplacement $X(t)$; dans le cas d'un matériau viscoélastique, la réponse est non-linéaire. Au fur et à mesure que $X(t)$ augmente (zone II), des glissements commencent à se produire à la périphérie 34 de la zone de contact 13 entre la portion de sphère 11 et l'échantillon 12, alors qu'un contact non glissant est maintenu dans la partie centrale 35 de ladite zone de contact 13, comme illustré en la figure 3D. La dépendance de la force tangentielle de déplacement devient alors de plus en plus non linéaire, jusqu'au moment où le glissement se produit sur toute la zone de contact 13 (figure 3E) et $Q=Q_0$ constante (zone III). L'observation de ce comportement permet de déterminer si on est dans un régime de « grands » débattements, c'est à dire avec un contact glissant, ou bien dans un régime de « petits » débattement (contact non glissant).

La figure 4 montre la dépendance temporelle du déplacement $X(t)$ imposé (courbe 41) et de la force tangentielle $Q(t)$ (courbe 42), mesurée dans le plan de contact, pour des petits débattements, c'est à dire dans le cas d'une mesure rhéologique. Si les débattements imposés à la portion de

sphère 11 sont suffisamment petits (de quelques centaines de nanomètres à quelques micromètres) il est possible de se maintenir dans une situation de contact non glissant dans laquelle le mouvement relatif entre ladite portion de sphère 11 et l'échantillon 12 induit uniquement une déformation de cisaillement de ce dernier, comme dans le cas de la figure 3C. La dissipation d'énergie mécanique provient alors uniquement du caractère viscoélastique de l'échantillon 12, indépendamment de tout effet lié au frottement. Dans ce mode opératoire, le déplacement imposé suit une loi sinusoïdale, et l'information sur les propriétés rhéologiques de l'échantillon est contenue aussi bien dans l'amplitude que dans la phase de la force tangentielle $Q(t)$.

Pour un matériau viscoélastique linéaire, $X(t) = X_0 \cdot \sin(\omega t)$ et $Q(t) = Q_0 \cdot \sin(\omega t + \delta)$. Le module viscoélastique complexe est donné par :

$$G^* = G' + iG'' = |G^*| \cdot e^{i\delta} \quad (\text{Equation 2})$$

où δ est appelé angle de perte. Une grandeur couramment utilisée en rhéologie est la tangente de l'angle de perte

$$\tan(\delta) = G''/G' \quad (\text{Equation 3})$$

La détermination de $|G^*|$, et donc du module viscoélastique complexe, demande la connaissance de la géométrie du contact. Plus précisément, on peut distinguer deux cas :

- dans le cas d'un échantillon massif (épaisseur $\gg$ rayon de l'aire de contact) on peut calculer $|G^*|$ directement par l'expression :

$$|G^*| = \frac{Q_0}{X_0} \frac{2-\nu}{8a} \quad (\text{Equation 4})$$

où a est le rayon de l'aire de contact et ν le coefficient de Poisson à la fréquence considérée (voir l'article « Determination of viscoelastic moduli at a submicrometric scale », C. Basire et C. Fretigny, Journal of Applied Physics, 6, pages 323-329, (1999)) ;

- dans le cas d'un film mince, il est nécessaire de recourir à des modèles théoriques, tels que celui présenté dans l'article « Microdisplacements between two elastic bodies separated by a thin film of polystyrene », A. Tonck et al., Journal of Tribology 106, pages 35-42 (1984).

En général, $|G^*|$ et $\tan(\delta)$ varient en fonction de la fréquence ω de la sollicitation. Il est donc utile d'effectuer plusieurs mesures à des fréquences différentes. Alternativement, un déplacement non sinusoïdal peut

être utilisé : dans la mesure où le principe de superposition s'applique, cela permet, par l'intermédiaire d'une transformée de Fourier, de déterminer simultanément les propriétés rhéologiques de l'échantillon à plusieurs fréquences.

5 Ce mode de réalisation du procédé de mesure selon la présente invention nécessite que le mouvement de la portion de sphère 11 soit très précisément contrôlé, avec une incertitude de l'ordre du nanomètre, alors que l'effort normal P peut atteindre quelques Newtons. Le dispositif de mise en oeuvre dudit procédé doit par conséquent être aussi rigide que possible pour présenter des déformations très faibles et le pivotement de la
10 portion de sphère 11 doit s'effectuer sans jeu appréciable. Des exigences similaires, mais avec des contraintes moins strictes, se présentent aussi dans le cas des mesures à grands débattements.

Les figures 5A et 5B montrent deux vues en coupe selon deux
15 directions orthogonales d'un appareil susceptible de mettre en oeuvre lesdits procédés de mesure de propriétés tribologiques, rhéologiques et d'adhérence, grâce à une grande rigidité et à l'absence de jeu au niveau des pivots. Une portion de sphère rigide 501 est fixée à un élément de support 503 relié à une structure portante 505 par deux lames verticales de pivot 507 situées dans le même plan vertical. Ledit élément de support 503 et ladite structure portante
20 505 ne sont pas en contact direct, mais sont séparés d'un intervalle H qui vaut 1 mm environ. Le milieu dudit intervalle H se trouve sur la droite horizontale 509 qui contient le centre 511 de la sphère rigide à laquelle appartient la portion de sphère 501 et qui en constitue l'axe de pivot. Lesdites lames
25 verticales de pivot 507 sont des lames en acier inoxydable, dont l'épaisseur est de l'ordre de 0,1 mm. Un effort normal P connu, indiquée par des flèches sur la figure 5A, est appliqué à ladite structure portante 505 et transmis, par l'intermédiaire desdites lames verticales de pivot 507 audit élément de support 503 et donc à ladite portion de sphère 501, qui est en contact au point 512
30 avec un échantillon plan 513 du matériau à caractériser, situé sur un plan horizontal. Ceci a pour effet important que lesdites lames verticales de pivot 507 soient sollicitées en traction par l'effort normal P, afin d'en éviter le flambage. Deux lames horizontales 515 visibles en section sur la figure 5A, sont placées dans le même plan horizontal 516 que la surface dudit échantillon plan 513 et relient ledit élément de support 503 à un actionneur
35 517 susceptible de lui imposer un mouvement linéaire alternatif dans une

direction 519 orthogonale à celle définie par ledit axe de pivot 509. Ledit actionneur 517 est, par exemple, un actionneur piézoélectrique. Le fléchissement des lames verticales 507 permet à l'élément de support 503 d'effectuer un mouvement qui, pour des petits débattements, est équivalent
5 au premier ordre à un pivotement autour de l'axe 509. Pour que ce mouvement soit possible, les lames horizontales 515 doivent également fléchir en même temps qu'elles se déplacent dans le plan horizontal 516. Ledit actionneur 517 est contrôlé par une boucle d'asservissement de manière que le mouvement qu'il impose aux lames horizontales 515 suive précisément
10 une consigne, indépendamment des forces viscoélastiques ou de frottement engendrées au point de contact 512 entre la portion de sphère 501 et l'échantillon 513. Un dispositif de mesure de forces 518, tel qu'un capteur piézoélectrique, ou une jauge de contrainte, mesure la force tangentielle F appliquée par ledit actionneur 517. Comme ladite force F est appliquée dans
15 le même plan horizontal 516 que la surface de l'échantillon 513, il est évident qu'elle est égale à la force tangentielle Q exercée par la portion de sphère 501 sur l'échantillon 513, du moins si l'on néglige la dissipation introduite par les lames de pivot 507. Un autre dispositif de mesure de forces 520 mesure l'effort normal P . La connaissance de $Q(t)$ de P et de $X(t)$ permet de calculer
20 le module de frottement μ par l'équation 1, la tangente de l'angle de perte $\tan(\delta)$ par l'équation 3 ou le module viscoélastique complexe G^* par les équations 2,3 et 4.

Pour certaines applications, telles que la détermination du module viscoélastique complexe G^* , il est nécessaire de mesurer l'aire de
25 contact entre la portion de sphère 501 et l'échantillon 513. Pour cette raison, ladite portion de sphère 501 est réalisée en un matériau transparent, par exemple en verre, et un système optique 521 permet l'observation, et donc la mesure, de ladite aire de contact.

Bien entendu, il est possible d'envisager des nombreuses
30 variantes dudit appareil sans sortir du cadre de la présente invention. En particulier :

- le système de pivots décrit, utilisant les lames de pivot 507, présente une grande raideur et une absence presque totale de jeu, ce qui est important surtout pour le fonctionnement en régime rhéologique (petits
35 débattements). Pour certaines applications tribologiques, un pivot conventionnel peut également être adapté.

- Lesdites lames de pivot 507 peuvent être constituées de matériaux autres que l'acier inoxydable.
 - L'épaisseur desdites lames métalliques peut être différent de 0.1 mm.
- 5
- L'échantillon 513 peut n'être que localement plan.
 - La force F peut ne pas être appliquée dans le même plan horizontal 516 que la surface de l'échantillon 513 ; dans ce cas il y aura un effet de levier et F sera différente de Q .
- 10
- Pour des applications qui ne nécessitent pas la connaissance de l'aire de contact entre la portion de sphère 501 et l'échantillon 513, ladite portion de sphère 501 peut être constituée d'un matériau opaque, par exemple un métal ou un matériau céramique.
 - Ledit actionneur peut, par exemple, être constitué par un moteur électrique, particulièrement si des débattements relativement
- 15
- importants doivent être effectués.
 - L'observation de ladite aire de contact peut également s'effectuer à travers l'échantillon 513, si celui-ci, ainsi que son support 523, sont transparents.
 - Alternativement, un calibrage préalable, par exemple à
- 20
- l'aide d'une portion de sphère transparente, peut permettre de connaître ladite aire de contact en fonction de l'effort normal P .

La figure 6A montre l'effet de la raideur k des lames de pivot 507 et des lames horizontales 515 sur la force tangentielle $Q(t)$ mesurée pour des grands débattements. En effet, lesdites lames 507 et 515 se comportent

25

comme des ressorts et opposent une résistance à la flexion qui est, en première approximation, proportionnelle au déplacement tangentiel $X(t)$. Par conséquent, même en régime de contact glissant (zone III de la figure 3B) $Q(t)$ dépend linéairement de $X(t)$. En la figure 6A les courbes 61 et 62 représentent respectivement $X(t)$ et $Q(t)$ pour des lames 507 et 515 idéales

30

($k=0$), alors que la courbe 63 met en évidence le rôle de la raideur desdites lames 507 et 515. Pour une mesure précise du coefficient de frottement μ cet effet doit être pris en compte.

Pour des mesures rhéologiques (petits débattements), la raideur des lames 507 et 515 est importante, car elle permet de détecter

35

immédiatement un mauvais positionnement de la portion de sphère 501 sur l'échantillon 513, comportant une flexion desdites lames 507 et 515 à la

position de repos $x=0$. Dans ce cas, en effet, la courbe 66 de la figure 6B, qui représente $Q(t)$, présente une asymétrie par rapport à l'axe $Q=0$. Les courbes 64 et 65 représentent respectivement $X(t)$ et $Q(t)$ pour un positionnement correct de la portion de sphère. La raideur des lames 507 et 515 doit aussi
5 être pris en compte pour une détermination précise du module viscoélastique complexe.

Pour des raisons de clarté, en les figures 6A et 6B l'importance de l'effort dû à la raideur k des lames a été grandement exagérée.

10 Les propriétés rhéologiques, tribologiques et/ou d'adhérence des matériaux peuvent dépendre des conditions de température et humidité. Grâce à sa simplicité structurelle et à ses dimensions réduites, le tribo-rhéomètre à sphère oscillante peut être placé à l'intérieur d'une enceinte thermique 71, comme illustré par la figure 7.

REVENDEICATIONS

1. Procédé pour la mesure d'au moins une propriété rhéologique, tribologique ou d'adhérence d'au moins un matériau, caractérisé en ce qu'il comporte :
- 5 i. la mise en contact mécanique d'une portion de sphère rigide (11, 501), avec une région plane de contact (13, 512) d'un échantillon à caractériser (12, 513) dudit matériau ;
- 10 ii. l'application d'un effort normal P ayant une valeur donnée au niveau du contact (13, 512) entre ladite portion de sphère (11, 501) et ladite région plane (13, 512) dudit échantillon (12, 513), ledit effort normal P étant maintenu pendant toute la durée de la mesure;
- 15 iii. l'imposition à ladite portion de sphère (11, 501) d'un mouvement de pivotement d'amplitude maximale, dite débattement, X_0 autour d'un axe (14, 509) passant par le centre (15, 511) de ladite sphère rigide, et parallèle à ladite région plane (13, 512) dudit échantillon (12, 513) ;
- 20 iv. une mesure de la force tangentielle instantanée $Q(t)$ exercée par ladite portion de sphère (11, 501) au niveau de la région de contact (13, 512); et
- v. l'obtention de la propriété rhéologique, tribologique et/ou d'adhérence recherchée à partir des valeurs dudit effort normal P et de ladite force tangentielle instantanée $Q(t)$ et éventuellement des dimensions de la région de contact.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que
- 25 ledit échantillon (12, 513) est stationnaire par rapport au centre (15, 511) de ladite sphère rigide.
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que ledit pivotement $X(t)$ de ladite portion de sphère (11, 501) constitue une oscillation périodique.
- 30 4. Procédé pour la mesure d'au moins une propriété tribologique de matériaux selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que ledit pivotement de ladite portion de sphère (11, 501) présente un débattement X_0 suffisamment important pour qu'un glissement soit induit à l'interface entre ladite portion de sphère (11, 501) et ladite région
- 35 plane de contact (13, 512).

5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que ledit pivotement $X(t)$ de ladite portion de sphère (11, 501) est effectué à vitesse V constante en valeur absolue (31).

5 6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que la propriété tribologique mesurée est le coefficient de frottement μ_v correspondant à ladite vitesse V , qui est obtenu par l'équation $\mu_v = Q/P$.

7. Procédé pour la mesure d'au moins une propriété rhéologique de matériaux selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que ledit pivotement de ladite portion de sphère (11, 501) présente un débattement X_0 suffisamment petit pour que le contact entre ladite portion de sphère (11, 501) et ladite région plane de contact (13, 512) soit non-glissant.

8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que le déplacement $X(t)$ de ladite portion de sphère (11, 501) suit une loi temporelle sensiblement sinusoïdale (41).

9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que la propriété rhéologique mesurée est l'angle de perte δ , défini comme le déphasage entre le déplacement $X(t)$ et la force tangentielle instantanée $Q(t)$, qui suit également une loi temporelle sensiblement sinusoïdale.

10. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce qu'une deuxième propriété rhéologique mesurée est le module viscoélastique complexe, qui est obtenu par l'équation $G^* = |G^*| \cdot e^{i\delta}$ où $|G^*|$ est un nombre réel qui dépend de la géométrie du contact et du rapport entre la valeur maximale Q_0 de ladite force tangentielle instantanée $Q(t)$ et le débattement X_0 .

11. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il est mis en oeuvre dans des conditions de température et d'humidité contrôlées.

12. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que ledit matériau est un polymère.

13. Dispositif susceptible d'être utilisé pour la mise en oeuvre d'un procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comporte :

i. une portion de sphère rigide (501) en contact avec une région plane de contact (13, 512) d'un échantillon à caractériser (12, 513) ;

ii. un dispositif d'application d'une force (507) permettant d'appliquer un effort normal (P) au niveau du contact entre ladite portion de sphère (501) et ladite région plane de contact (13, 512) ;

5 iii. des pivots (507) qui relient ladite portion de sphère (501) à une structure portante (505), lui permettant de pivoter autour d'un axe de pivot (509) qui passe par le centre (511) de ladite sphère rigide (501) et est parallèle à ladite région plane de contact (13, 512) ;

iv. un actionneur (517) susceptible d'imposer à ladite portion de sphère un mouvement de pivotement autour dudit axe de pivot (509); et

10 v. des dispositifs de mesure de forces (518, 520) permettant de mesurer la force tangentielle (Q(t)) et l'effort normal (P) exercée par ladite portion de sphère (11, 501) au niveau de la région de contact (13, 512).

14. Dispositif selon la revendication 13, caractérisé en ce que ledit échantillon (12, 513) est stationnaire par rapport au centre (15, 511) de
15 ladite sphère rigide.

15. Dispositif selon la revendication 13 ou 14, caractérisé en ce que lesdits pivots (507) sont constitués par des lames métalliques verticales (507), disposées dans un même plan vertical, perpendiculaire à ladite région plane de contact (13, 512) et passant par le centre de ladite
20 sphère (501), et en ce que lesdites lames (507) sont flexibles de manière à permettre ledit mouvement de pivotement de ladite portion de sphère (501).

16. Dispositif selon l'une des revendications 13 à 15, caractérisé en ce que ledit effort normal (P) est transmis à ladite portion de sphère (501) par l'intermédiaire desdits pivots (507).

25 17. Dispositif selon les revendications 15 et 16 caractérisé en ce que ledit effort normal (P) est appliqué à ladite structure portante (505) et transmis à ladite portion de sphère (501) par lesdites lames métalliques verticales (507), qui sont sollicitées en traction.

18. Dispositif selon l'une des revendications 13 à 17, caractérisé en ce que ledit actionneur (517) comporte un moyen pour produire un mouvement linéaire alternatif qui est transmis au point de ladite portion de
30 sphère (501) qui est en contact direct avec ledit échantillon (513) par l'intermédiaire d'un élément de transmission du mouvement.

19. Dispositif selon la revendication 18, caractérisé en ce que
35 ledit élément de transmission du mouvement est constitué par des lames métalliques horizontales (515), situées dans un même plan horizontal (516)

parallèle à ladite région plane de contact (13, 512), qui relie ledit actionneur (517) à ladite portion de sphère (501)

20. Dispositif selon la revendication 19, caractérisé en ce que lesdites lames métalliques horizontales (515) sont situées dans le même plan horizontal que ladite région plane de contact (13, 512).

21. Dispositif selon l'une des revendications 13 à 20 caractérisé en ce que ledit actionneur (517) comporte un actionneur piézoélectrique.

22. Dispositif selon l'une des revendications 13 à 20 caractérisé en ce que ledit actionneur (517) comporte un moteur électrique.

23. Dispositif selon l'une des revendications 13 à 22 caractérisé en ce que ledit actionneur (517) est contrôlé par une boucle d'asservissement.

24. Dispositif selon l'une des revendications 13 à 23 caractérisé en ce que lesdits dispositifs de mesure de forces permettant de mesurer la force tangentielle ($Q(t)$) et l'effort normal (P) comportent au moins un capteur piézoélectrique.

25. Dispositif selon l'une des revendications 13 à 23 caractérisé en ce que lesdits dispositifs de mesure de forces permettant de mesurer la force tangentielle ($Q(t)$) et l'effort normal (P) comportent au moins une jauge de contrainte.

26. Dispositif selon l'une des revendications 13 à 25 caractérisé en ce qu'il comporte un système optique (521) pour observer et la mesurer l'aire de ladite région plane de contact (13, 512).

27. Dispositif selon la revendication 26 caractérisé en ce que ledit système optique (521) voit ladite région plane de contact (13, 512) à travers ladite portion de sphère (501), qui est réalisée en matériau transparent.

28. Dispositif selon la revendication 26 caractérisé en ce que ledit système optique (521) voit ladite région plane de contact (13, 512) à travers ledit échantillon (513), qui est transparent, et à travers un support (523), également transparent, sur lequel ledit échantillon (513) est fixé.

29. Dispositif selon l'une des revendications 13 à 28, caractérisé en ce qu'il est placé à l'intérieur d'une enceinte thermique afin d'effectuer des mesures dans des conditions contrôlées de température et humidité.

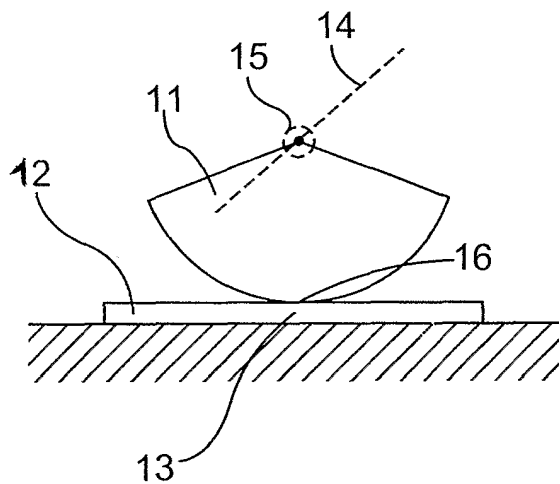


FIG. 1A

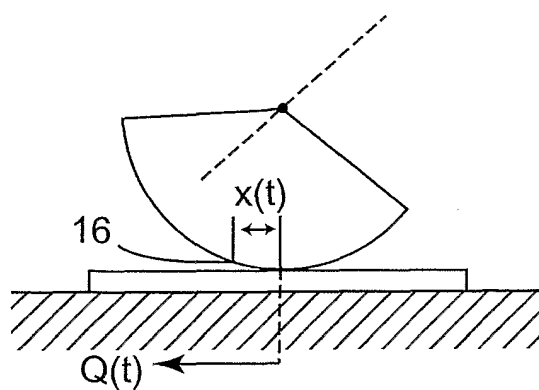


FIG. 1B

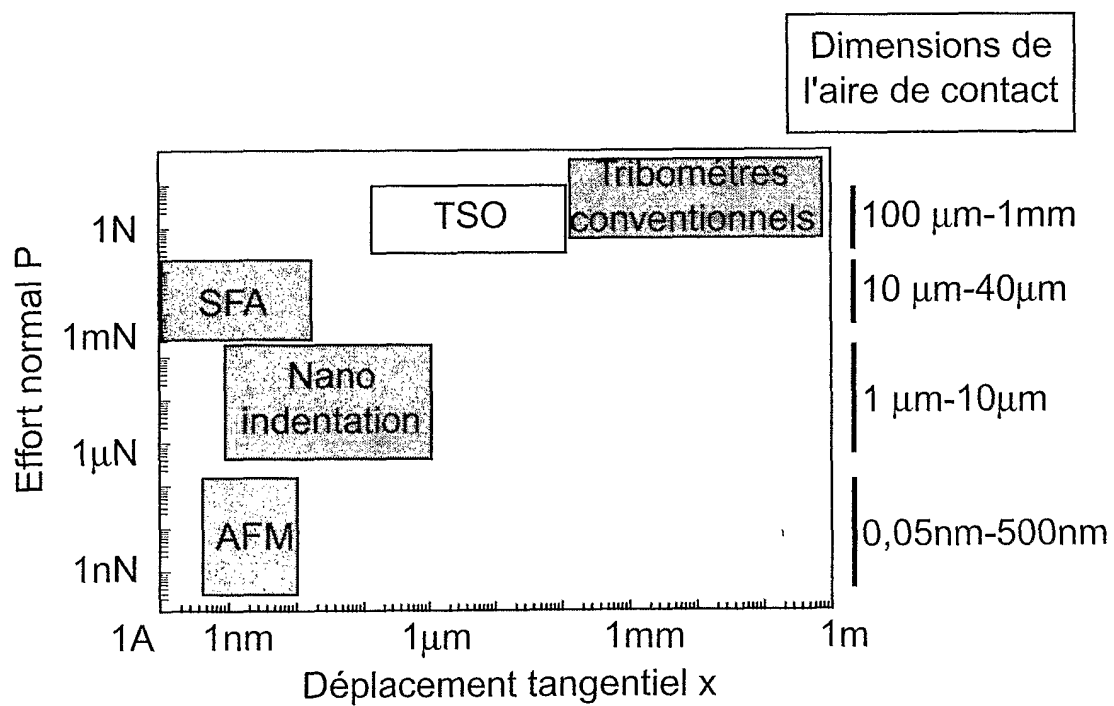
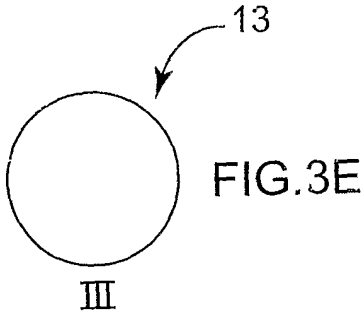
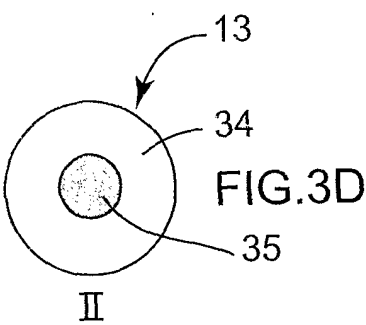
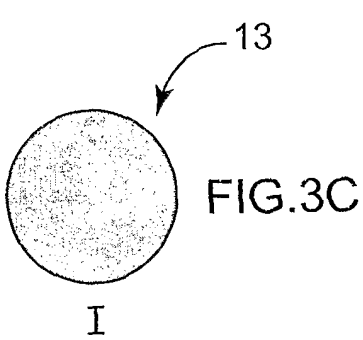
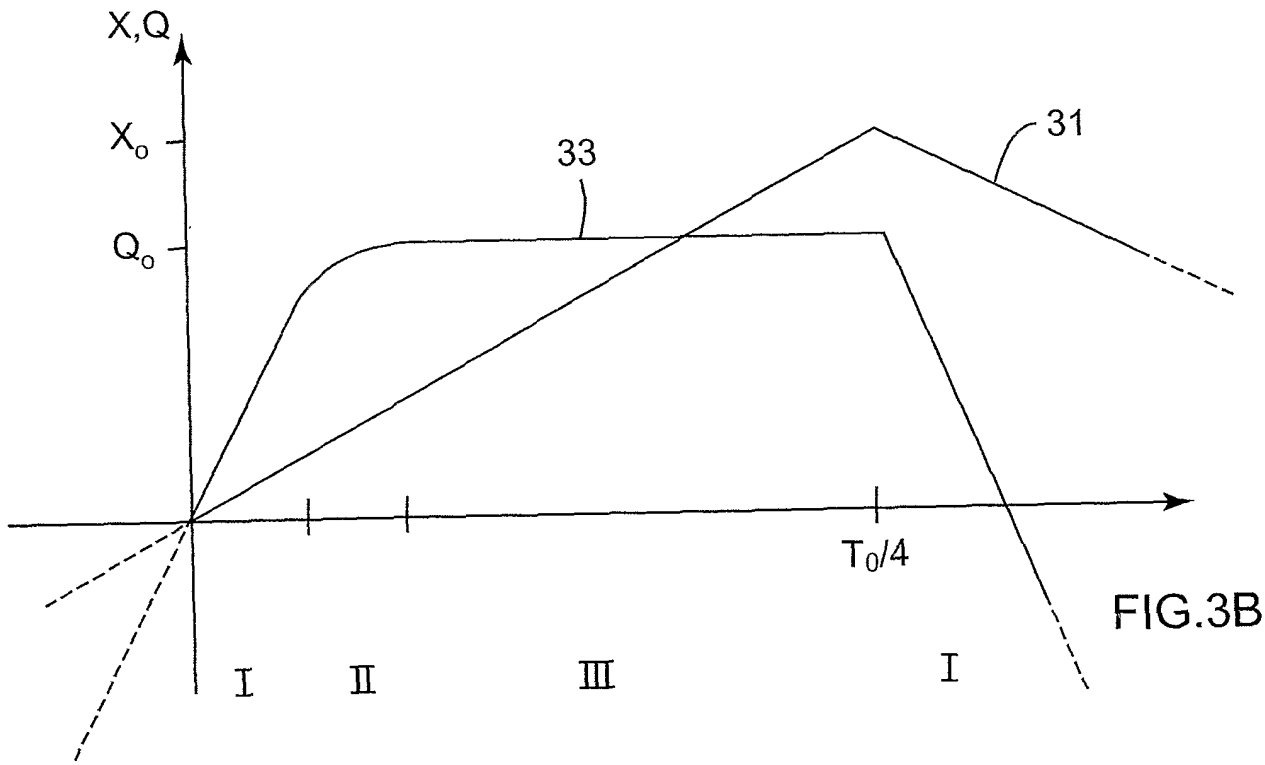
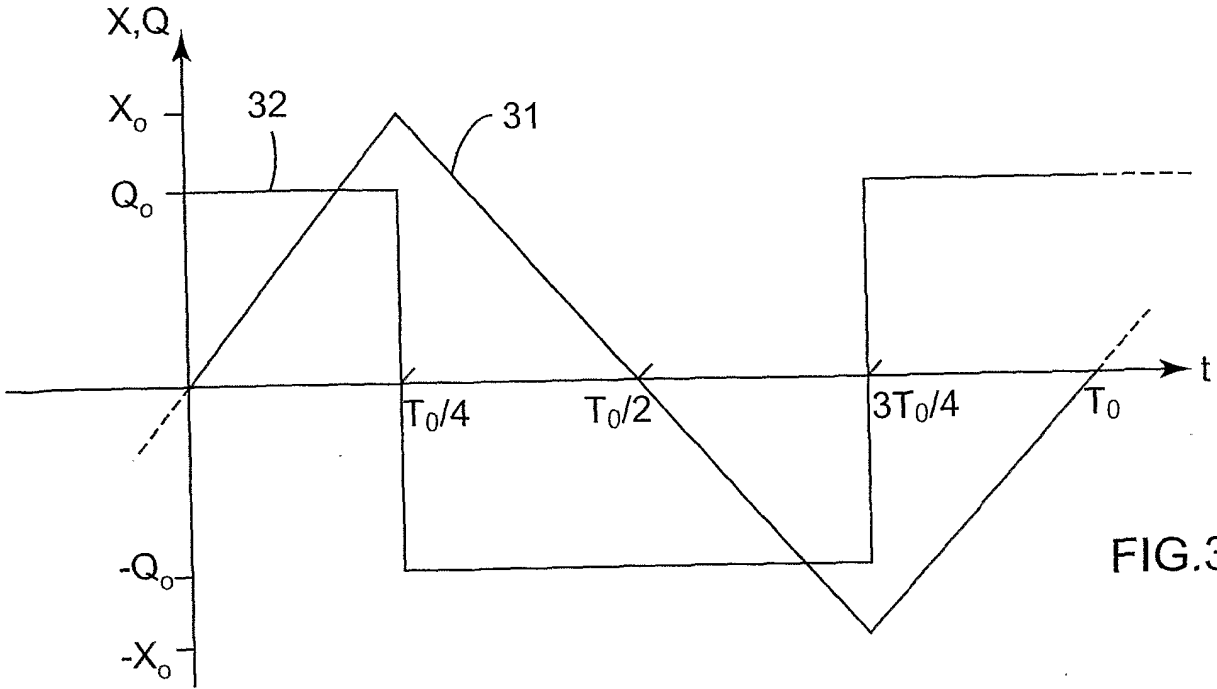


FIG. 2



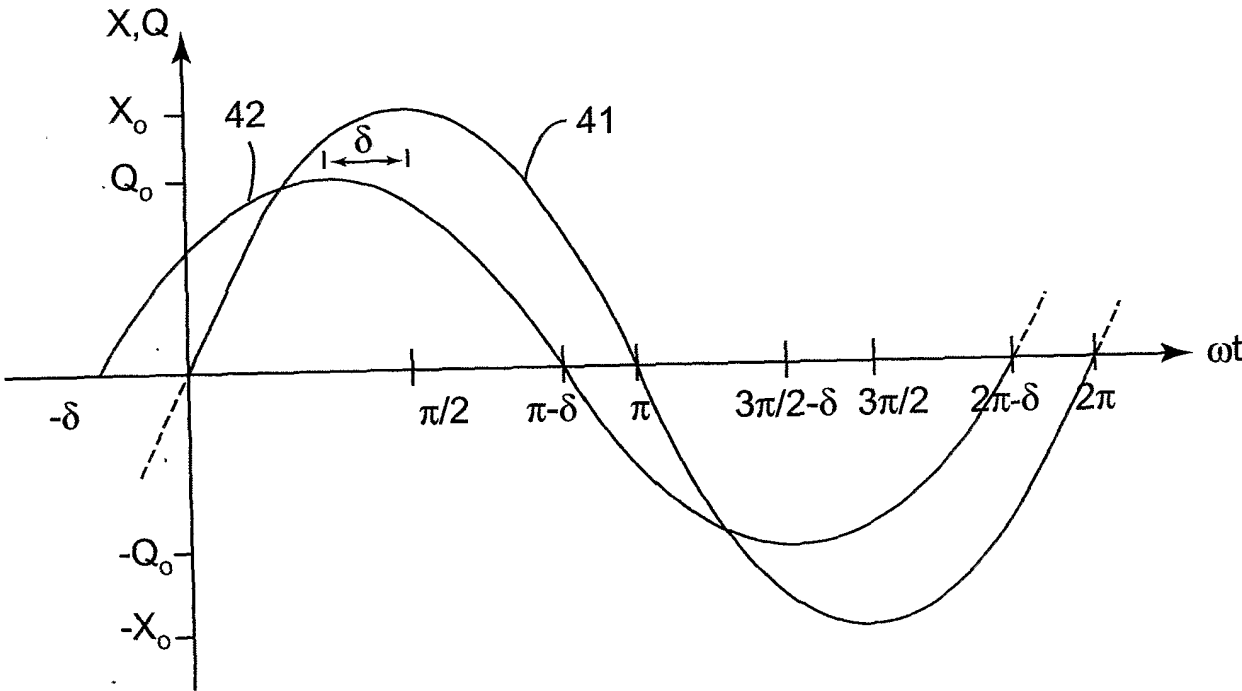
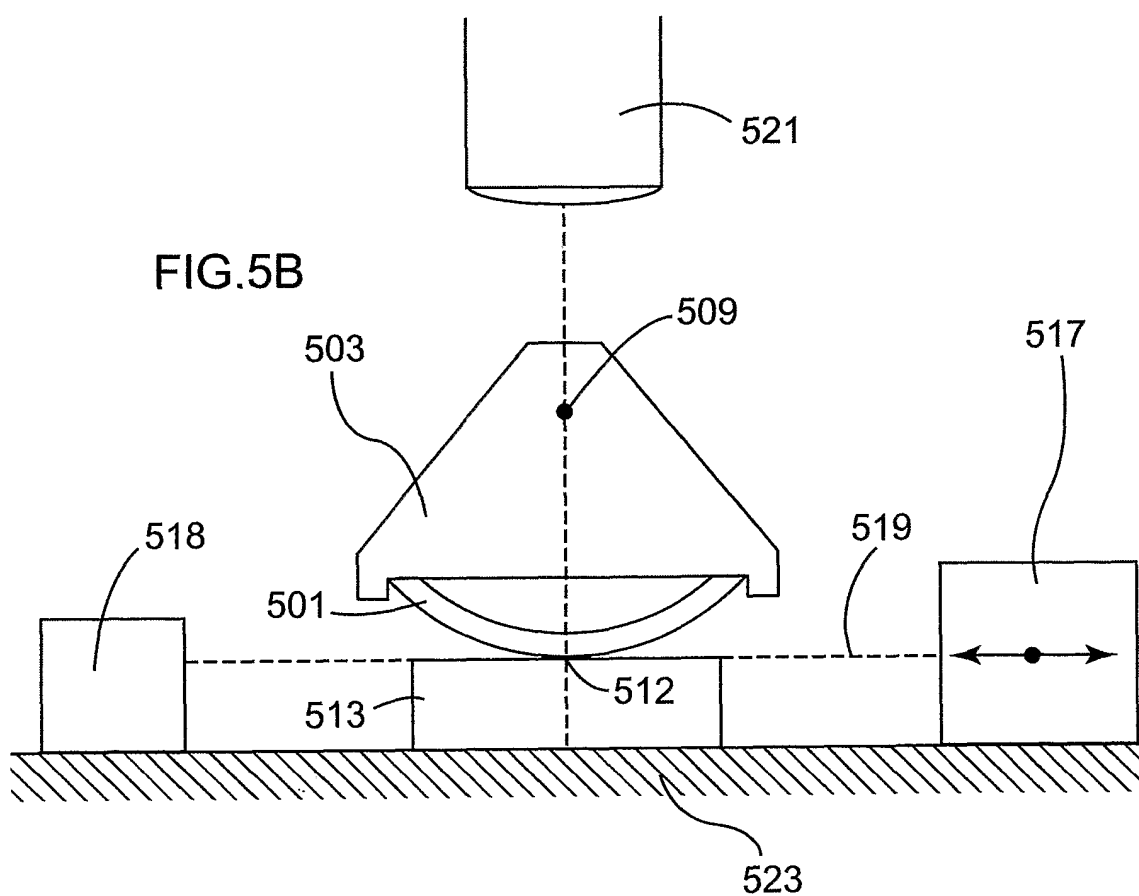
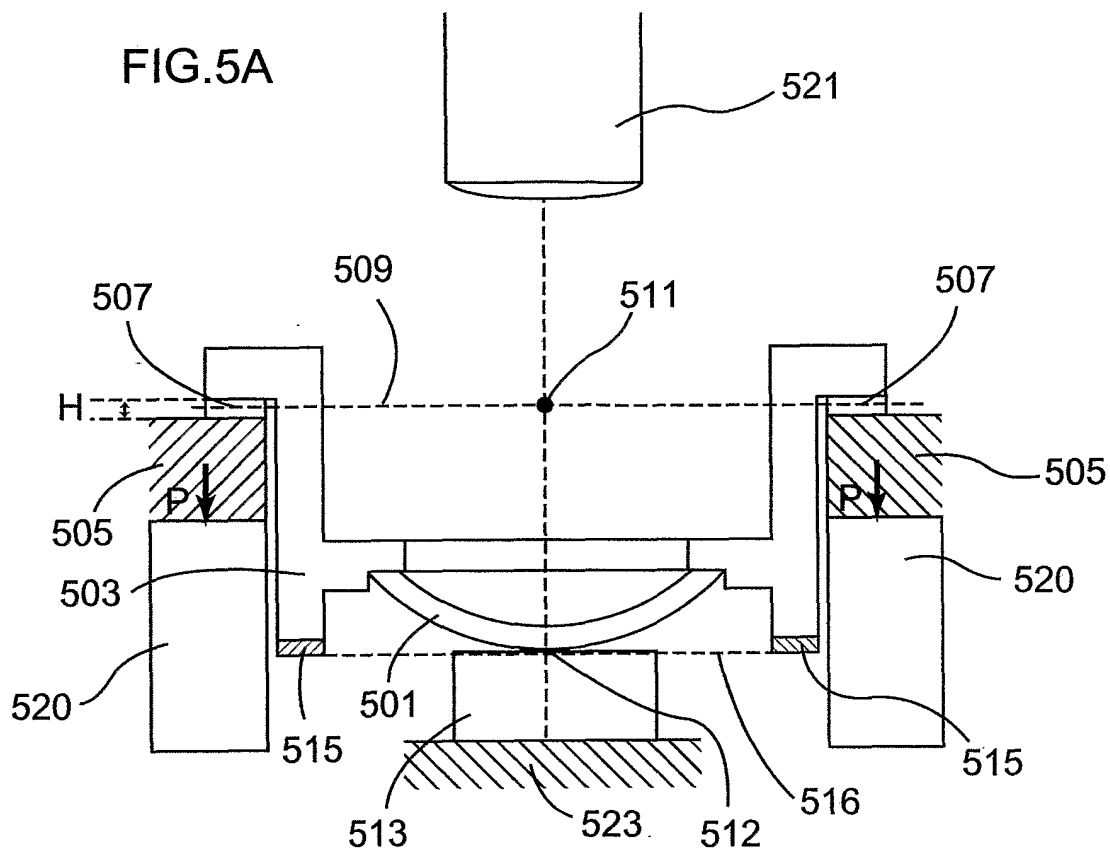


FIG.4



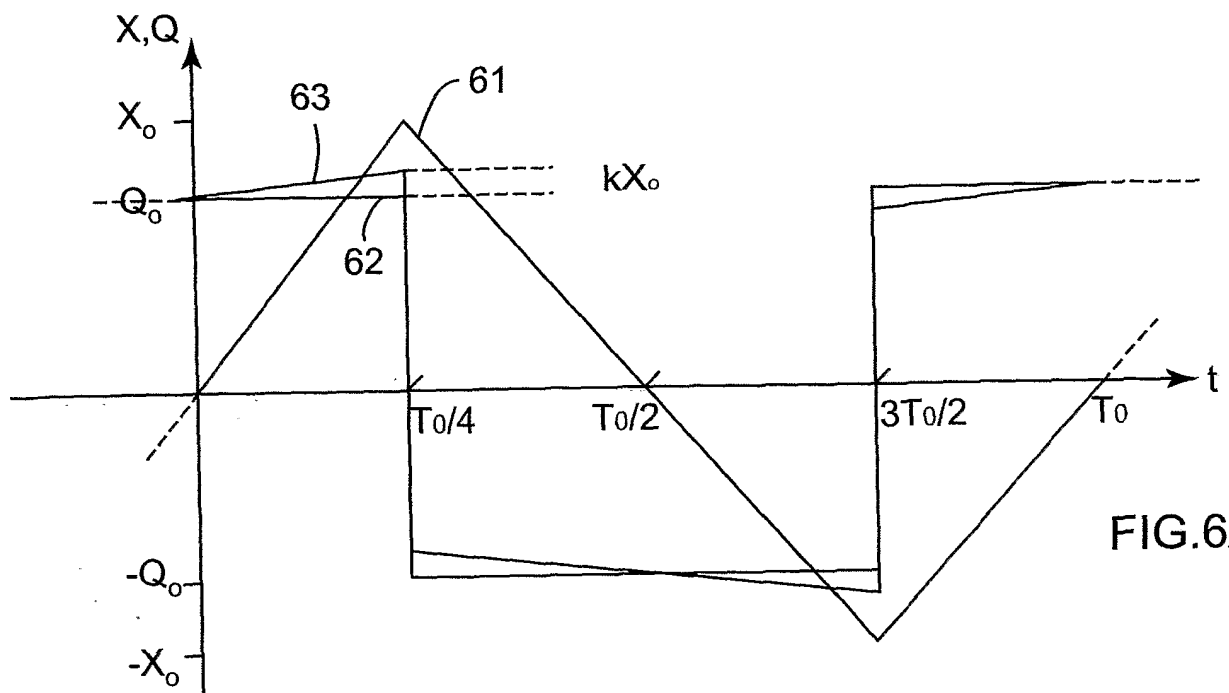


FIG. 6A

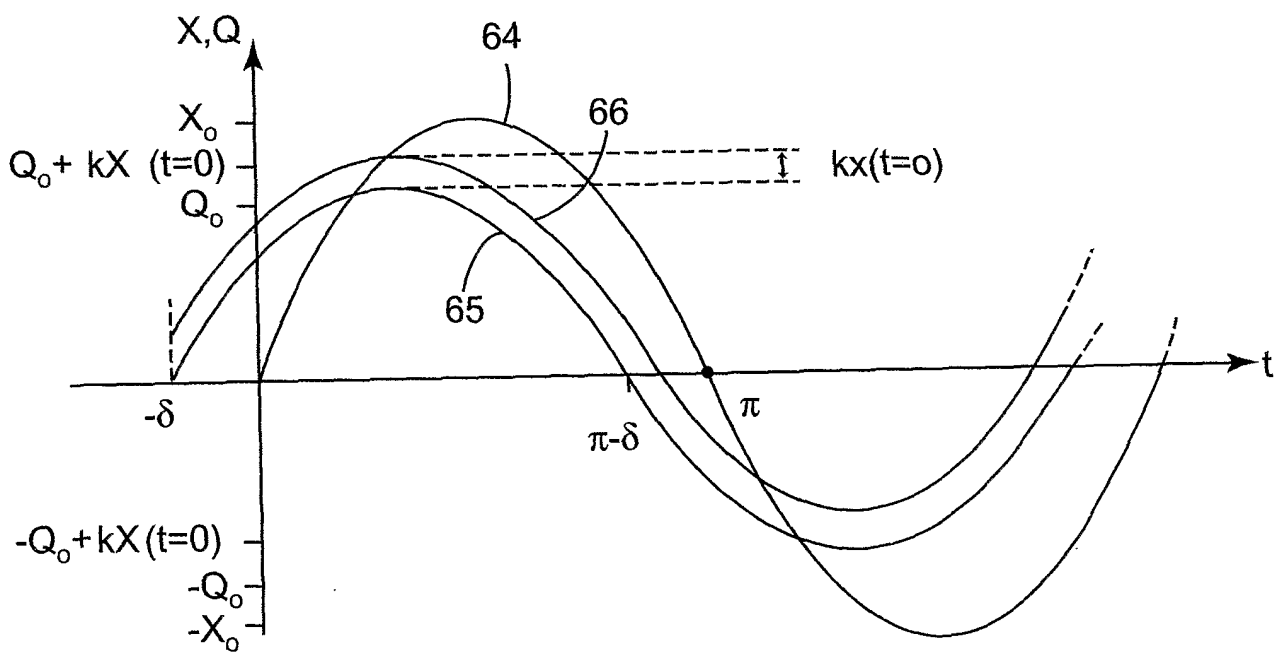


FIG. 6B

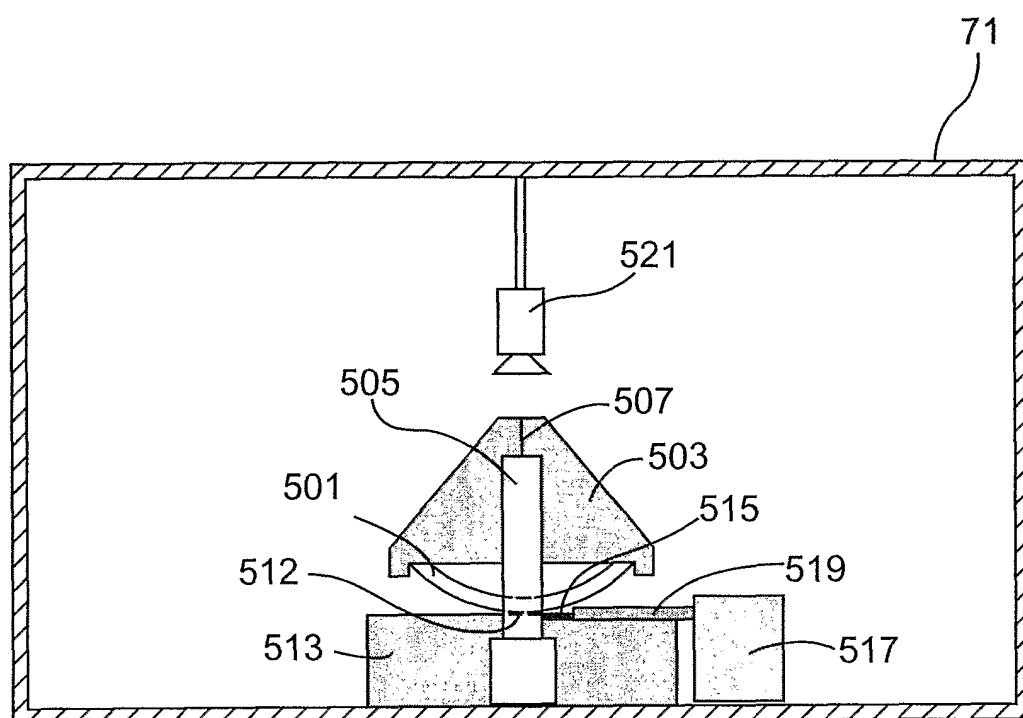


FIG.7

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

/FR2004/001639

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 G01N19/04 G01N19/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 G01N

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 5 679 883 A (WEDEVEN LAVERN D) 21 October 1997 (1997-10-21) column 15, line 55 - line 57 column 20, line 19 - column 21, line 20 column 16, line 34 - line 65	1,13
A	US 6 167 745 B1 (HAMER CLIVE ET AL) 2 January 2001 (2001-01-02) column 2, line 13 - line 22 column 5, line 33 - line 60; figures ----- -/--	1,13

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *&* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

14 December 2004

Date of mailing of the international search report

03/01/2005

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Hocquet, A

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

ational Application No
/FR2004/001639

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	SAITO S ET AL: "Analysis of micro-object operation based on the dynamics considering the adhesion under an SEM" PROCEEDINGS OF THE 2001 IEEE/RSJ INTERNATIONAL CONFERENCE ON INTELLIGENT ROBOTS AND SYSTEMS. (IROS 2001). MAUI, HAWAII, OCT. 29 - NOV. 3, 2001, IEEE/RSJ INTERNATIONAL CONFERENCE ON INTELLIGENT ROBOTS AND SYSTEMS, NEW YORK, NY: IEEE, US, vol. 1 OF 4, 29 October 2001 (2001-10-29), pages 1349-1357, XP010573762 ISBN: 0-7803-6612-3 paragraph '2.1.2! -----	1,13
A	"ACCURATE METHOD FOR SWORD HARDNESS TESTING" IBM TECHNICAL DISCLOSURE BULLETIN, IBM CORP. NEW YORK, US, vol. 32, no. 5B, 1 October 1989 (1989-10-01), pages 180-182, XP000049198 ISSN: 0018-8689 the whole document -----	1,13
A	US 1 608 655 A (GEISLER HERBERT EDWARD) 30 November 1926 (1926-11-30) page 1, line 22 - line 39 -----	1,13
A	FR 2 254 997 A (VYSKUMNY USTAV DOPRAVNY ZILINE) 11 July 1975 (1975-07-11) page 2, line 15 - line 32 page 4, line 16 - line 39 -----	1,13
A	US 3 129 580 A (FUREY MICHAEL J ET AL) 21 April 1964 (1964-04-21) claim 1 -----	1,13

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

FR2004/001639

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 5679883	A	21-10-1997	NONE	
US 6167745	B1	02-01-2001	GB 2328515 A	24-02-1999
US 1608655	A	30-11-1926	NONE	
FR 2254997	A	11-07-1975	FR 2254997 A5	11-07-1975
US 3129580	A	21-04-1964	NONE	

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No
/FR2004/001639

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 G01N19/04 G01N19/02

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
CIB 7 G01N

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	US 5 679 883 A (WEDEVEN LAVERN D) 21 octobre 1997 (1997-10-21) colonne 15, ligne 55 - ligne 57 colonne 20, ligne 19 - colonne 21, ligne 20 colonne 16, ligne 34 - ligne 65	1,13
A	US 6 167 745 B1 (HAMER CLIVE ET AL) 2 janvier 2001 (2001-01-02) colonne 2, ligne 13 - ligne 22 colonne 5, ligne 33 - ligne 60; figures ----- -/--	1,13

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

° Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- *T* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- *X* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- *Y* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- *&* document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

14 décembre 2004

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

03/01/2005

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Hocquet, A

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	SAITO S ET AL: "Analysis of micro-object operation based on the dynamics considering the adhesion under an SEM" PROCEEDINGS OF THE 2001 IEEE/RSJ INTERNATIONAL CONFERENCE ON INTELLIGENT ROBOTS AND SYSTEMS. (IROS 2001). MAUI, HAWAII, OCT. 29 - NOV. 3, 2001, IEEE/RSJ INTERNATIONAL CONFERENCE ON INTELLIGENT ROBOTS AND SYSTEMS, NEW YORK, NY: IEEE, US, vol. 1 OF 4, 29 octobre 2001 (2001-10-29), pages 1349-1357, XP010573762 ISBN: 0-7803-6612-3 alinéa '2.1.2! -----	1,13
A	"ACCURATE METHOD FOR SWARD HARDNESS TESTING" IBM TECHNICAL DISCLOSURE BULLETIN, IBM CORP. NEW YORK, US, vol. 32, no. 5B, 1 octobre 1989 (1989-10-01), pages 180-182, XP000049198 ISSN: 0018-8689 le document en entier -----	1,13
A	US 1 608 655 A (GEISLER HERBERT EDWARD) 30 novembre 1926 (1926-11-30) page 1, ligne 22 - ligne 39 -----	1,13
A	FR 2 254 997 A (VYSKUMNY USTAV DOPRAVNY ZILINE) 11 juillet 1975 (1975-07-11) page 2, ligne 15 - ligne 32 page 4, ligne 16 - ligne 39 -----	1,13
A	US 3 129 580 A (FUREY MICHAEL J ET AL) 21 avril 1964 (1964-04-21) revendication 1 -----	1,13

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

nde Internationale No
/FR2004/001639

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 5679883	A	21-10-1997	AUCUN	
US 6167745	B1	02-01-2001	GB 2328515 A	24-02-1999
US 1608655	A	30-11-1926	AUCUN	
FR 2254997	A	11-07-1975	FR 2254997 A5	11-07-1975
US 3129580	A	21-04-1964	AUCUN	