High Temperature Scanning Indentation (HTSI)

Compréhension des essais de nanoindentation lors des transformations physiques de matériaux métalliques à haute température

Ce manuscrit présente une étude des propriétés mécaniques des matériaux pendant un cycle thermique, en utilisant la nanoindentation instrumentée. Leurs variations avec la température peuvent être reliées avec l’état du matériau étudié.

Les travaux de recherche se concentrent sur la conception d'une nouvelle technique d'indentation pour mesurer les propriétés mécaniques des matériaux en température de manière quasi-continue. Les développements actuels donnent ainsi plus d'informations sur le comportement des matériaux en température, comparativement aux méthodes dites classiques.

La méthode High-Temperature Scanning Indentation (HTSI) a été mise en œuvre au cours de ce travail. Elle est basée sur un cycle d'indentation d'une seconde, appliqué tout au long du cycle thermique. Une telle technique in-situ permet de calculer les propriétés mécaniques de manière quasi-continue en température. Une expérience d'une journée (environ 1000 indentations) donne accès au module d'Young, à la dureté et aux propriétés de fluage de l'échantillon sur une grande échelle de température. A travers l'évolution de ces propriétés en fonction de la température, on peut étudier les modifications des matériaux.

Grâce à la méthode HTSI, les propriétés de fluage de monocristaux de CaF2 et d'argent polycristallin pur ont été étudiées en température. A partir de l'énergie d'activation du fluage et du volume d'activation, il devient possible de déterminer les mécanismes de déformation prenant place dans les échantillons en fonction de la température. De plus, avec l'équivalence entre le temps et la température, le comportement du matériau à différentes vitesses de déformation peut être anticipé.

Nous nous sommes également intéressés aux modifications de la microstructure des métaux en fonction de la température. Les variations des propriétés mécaniques du cuivre et de l'aluminium purs, initialement écrouis, au cours des cycles thermiques permettent de détecter deux phénomènes de restauration de leur microstructure : la restauration statique et la recristallisation. Un modèle analytique simple est proposé pour prédire les changements induits par ces phénomènes dans les matériaux. Il permet de caractériser la cinétique des phénomènes étudiés grâce à quelques expériences HTSI. On peut alors prédire la microstructure finale des matériaux quel que soit le cycle thermique appliqué.

Enfin, cette méthode d'analyse à l'échelle locale permet de caractériser les verres métalliques en couche mince (TFMG). Les variations des propriétés mécaniques permettent de déterminer les températures de transition caractéristiques du verre (transition vitreuse, transition fragile-ductile). Le comportement superplastique de la zone liquide surfondue peut également être étudié. Lorsque la température est suffisamment élevée, le processus de cristallisation du verre est observé. Grâce à des expériences complémentaires de diffraction des rayons X à haute température (HT-XRD), les changements des propriétés mécaniques peuvent être reliés aux mécanismes qui se produisent pendant la cristallisation.

Keywords: Nanoindentation, Haute-Température, Propriétés mécaniques, Fluage, Métaux, Cinétiques de restauration, Films minces, Verres métalliques

High Temperature Scanning Indentation (HTSI)

Understanding nanoindentation testing during physical transformations of metallic materials at high temperature

This manuscript presents an investigation of the mechanical properties of materials during a thermal cycle, using instrumented nanoindentation.

Following previous studies, the research focuses on designing a new indentation technique to measure the mechanical properties of materials with temperature quasi-continuously. The present developments give more information about the behavior of materials in temperature, along with its changes.

The High-Temperature Scanning Indentation (HTSI) method has been implemented during this work. It is based on a one-second indentation cycle applied all along the thermal cycle. Such an in-situ technique allows computing the mechanical properties quasi-continuously in temperature. A one-day experiment (approximately 1000 indents) gives access to the Young modulus, the hardness, and the creep properties of the specimen on a large temperature scale. Through the changes of those properties with temperature, one can study the modifications in the materials.

Thanks to the HTSI method, the creep properties of CaF2 single crystals and pure polycrystalline silver were investigated in temperature. From the creep activation energy and activation volume, it becomes possible to determine the deformation mechanisms taking place in the samples depending on temperature. Moreover, with the equivalence between time and temperature, the behavior of the material at different strain rates can be anticipated.

One can also focus on the microstructure modifications taking place in metals with temperature. The variations of the mechanical properties of pure deformed copper and aluminum during thermal cycles allow detecting two restoration phenomena: static recovery and recrystallization. A simple analytic model is proposed to predict the changes induced by those phenomena in the materials. It enables characterizing the kinetics of the studied phenomena thanks to a few HTSI experiments. One can then predict the final microstructure of the materials whatever the applied thermal cycle.

Finally, this local-scale analysis method allows characterizing thin film’s metallic glasses (TFMG). The variations in mechanical properties make it possible to determine the transition temperatures characteristic of the glass (glass transition, brittle-to-ductile transition). The superplastic behavior of the supercooled-liquid zone can also be studied. Once the temperature is high enough, the crystallization process of the glass is observed. With complimentary High-Temperature X-ray Diffraction (HT-XRD) experiments, the changes in mechanical properties may be linked with the mechanisms taking place during the crystallization.

Keywords: Nanoindentation, High-Temperature, Mechanical properties, Creep, Metals, Restoration kinetics, Thin-film, Metallic glass