

## Compte-rendu de la journée « micromécanique expérimentale & conditions extrêmes »

La prédiction de la durabilité des matériaux et des revêtements soumis à des sollicitations mécaniques de surface dépend étroitement de notre capacité à analyser leur comportement mécanique à l'échelle de quelques micromètres. Les **essais micromécaniques** comme la nanoindentation ou la compression de micro-piliers se sont imposés depuis une vingtaine d'années comme les essais de référence dans ce domaine. Ils sont à la base de nombreuses découvertes sur les effets de taille dans les matériaux, comme l'extraordinaire ductilité de matériaux fragiles aux petites échelles ou encore l'augmentation quasi-continue de la limite d'élasticité des métaux lorsque le volume sondé mécaniquement diminue.

Cependant la plupart de ces travaux se sont limités à des conditions de sollicitation relativement classiques, les éloignant de ce fait de nombreuses applications industrielles. Les importants progrès réalisés ces dernières années en matière d'instrumentation et de visualisation, notamment grâce aux essais micromécaniques *in situ* dans des microscopes électroniques, ouvrent la voie vers de nouveaux défis « expérimentaux » en lien avec les conditions extrêmes réelles, telles que les hautes températures, les hautes vitesses de déformation, les environnements agressifs, les effets d'irradiation, ...

Le Groupe d'Indentation Multi-Echelle de la SF2M a organisé **le 30 mars 2023** au FIAP Jean Monet à Paris une journée scientifique dédiée aux **essais micromécaniques in situ en conditions extrêmes**. Son objectif était de faire le point sur les derniers développements micromécaniques dans ce domaine, que ce soit du point de vue académique ou guidé par l'application. Cette journée a réuni **environ 80 participants** en présentiel et quelques-uns à distance en raison de difficultés de transport.



Après une introduction rapide de la journée, la parole a été donnée à Thomas Pardoën (UC-Louvain). Celui-ci avait la lourde tâche de lancer la journée avec un exposé intitulé « quel essai micromécanique pour quelle échelle ». Thomas Pardoën nous a ainsi amené à réfléchir sur les différentes propriétés mécaniques mesurables à travers les différents essais micromécaniques existants actuellement et cela à différentes échelles, sans oublier les effets d'environnement. A travers cet exposé, il

apparaissait assez nettement qu'il était judicieux de multiplier/varier les essais plutôt que de rechercher celui permettant de tout mesurer à la fois. En effet la réalisation et l'interprétation de la plupart des essais micromécaniques restent des challenges en raison de leur complexité, sans oublier leur coût intrinsèque. Il convient donc de bien choisir/dimensionner l'essai permettant de mesurer la propriété recherchée et de répéter la mesure. La suite de l'exposé était consacrée aux « lab-on-chips » permettant à la fois de concevoir des essais micromécaniques représentatifs de certaines sollicitations (traction/cisaillement/fissuration) en environnement contrôlé et de les multiplier un grand nombre de

fois afin d'obtenir une statistique suffisante. Enfin Thomas Pardoën a terminé son exposé sur les promesses offertes par la corrélation d'images numériques dans le domaine des essais micromécaniques.

Le second exposé de la journée, intitulé « Micro-géodynamique : au croisement des échelles de temps et d'espace », a été donné par Patrick Cordier (UMET, Univ Lille). L'audience fut « servie » en matière de conditions extrêmes – haute température, haute pression, vitesse de déformation infiniment petite comme en témoigne la fameuse expérience « pitch drop », démarrée en 1927 à l'université Queensland et toujours en cours actuellement. En effet, nombre de phénomènes géologiques sont intimement liés à la déformation (viscoplastique) des constituants du manteau terrestre dont la taille caractéristique est la centaine de kilomètre. A ce stade, nous pouvions cependant nous demander la raison d'être de cet exposé, dans une journée dédiée aux essais micromécaniques ? La raison est pourtant évidente, l'étude et la compréhension des mécanismes de déformation de ces matériaux nécessitant la réalisation d'expériences permettant l'observation aux petites échelles. Pour cela l'équipe de Patrick Cordier a eu recours aux essais de traction dans un microscope électronique à transmission. Les mécanismes de déformation de nombre de matériaux géologiques, avec des structures cristallines tout aussi complexes que leurs noms le laissent présager, ont été passés en revue. Parmi les résultats présentés les plus remarquables, notons le mécanisme de glissement aux joints de grain de l'olivine, rendu possible par l'amorphisation de ces derniers sous contrainte. L'olivine amorphe apparaît alors comme un matériau relativement ductile permettant d'accommoder la déformation des grains adjacents. Fait notable, ce matériau flue significativement lorsqu'il est exposé au bombardement électronique dans le microscope. En effet, réaliser des expériences micromécaniques dans un microscope électronique n'est pas neutre ...



Le troisième exposé de la journée a été consacré à l'utilisation des « essais micromécaniques MET & MEB in situ pour étudier les effets d'irradiation dans les métaux ». A cette occasion, Marc Legros (CEMES) nous a présenté comment les essais de micro-compression et les essais de micro-flexion pouvaient être mis à profit, sans omettre toutefois de préciser leurs nombreuses limites. Les matériaux d'intérêt étaient des aciers austénitiques inoxydables, type 304L, l'un des matériaux étudiés ayant été

conçu spécifiquement pour faciliter l'oxydation intergranulaire. Les matériaux étaient irradiés aux ions lourds, certains étant préalablement oxydés. Les résultats de micro-compression révèlent le durcissement intrinsèque lié à l'irradiation et l'absence d'effet d'échelle, en lien avec les défauts observés. Marc Legros alerte toutefois l'audience sur le piège de la micro-compression qui consiste à « vouloir » considérer cet essai comme une simple compression uniaxiale, résultant parfois en quelques conclusions hasardeuses. La suite de l'exposé est dédiée à la quantification de la rupture de

joints de grains, préalablement oxydés, par flexion de micro-poutres usinées par FIB. Ici aussi la réalisation et l'interprétation des essais sont des challenges, mais si certaines précautions sont prises, il apparait que la mesure de la contrainte à rupture ainsi que l'énergie de rupture des joints de grains (dans les faits, l'énergie de rupture de l'oxyde aux joints de grain) deviennent possibles.

Après une brève pause, la journée s'est poursuivie par la présentation de Fabien Volpi (SiMaP, Univ Grenoble-Alpes) intitulée « Enrichir la nanoindentation en la couplant in-situ à des mesures électriques et des observations MEB ». Cet exposé a mis en lumière les nombreux développements réalisés par cette équipe pour arriver à des mesures couplées électriques et mécaniques, fiables et robustes, permettant, dans certaines conditions la mesure in situ de l'évolution de l'aire de contact sous charge et cela sans avoir à passer par un modèle de contact, la quête du graal du domaine de la nanoindentation. Cette instrumentation électrique d'un nanoindenteur a également permis de révéler l'effet de la charge électrique sur le comportement mécanique, ou l'effet de la déformation sur la conduction électrique de matériaux diélectriques. Le modèle de Poole-Frenkel régissant le transport électrique de ces matériaux a ainsi été revisité en rajoutant des termes liés à la déformation plastique en lien avec la capacité des défauts structuraux à piéger des charges. Fabien Volpi conclut sa présentation sur l'étendue des possibles, comme la réalisation de cartographies mécanique et électrique couplées, et rapides, ou encore la mesure du comportement de matériaux piézo-électriques.



La matinée s'est terminée par la présentation de Damien Texier (ICA, IMT Mines Albi), intitulée « Essais micromécaniques à haute température : Cas des superalliages à base de nickel revêtus ». Cet exposé a abordé la problématique des essais micromécaniques à partir d'essais macromécaniques (c.à.d des essais de traction classiques) mais appliqués à des éprouvettes d'épaisseur de quelques dizaines de microns, compatible avec la problématique des barrières thermiques pour l'aéronautique. Nous devinons à

travers cet exposé le savoir-faire qu'il a fallu développer pour fabriquer de telles éprouvettes. Il devient donc ici plus aisé de travailler sur la relation microstructure-propriétés au sens de l'agrégat polycristallin. Les résultats présentés mettent en lumière la capacité de la méthodologie à identifier une température de transition fragile-ductile sur des gammes de température difficilement atteignables avec des essais micromécaniques, soulignant ainsi leur complémentarité.

Après la pause déjeuner, nous avons pu assister à un exposé de Jean-Luc Loubet (LTDS, Centrale Lyon) sur les essais de nanoindentation à haute température. La présentation intitulée « High Temperature Scanning Indentation : une nouvelle méthode de nanoindentation à haute température, quelques exemples de résultats » a mis en lumière les derniers développements sur la technique de nanoindentation à haute température, à la fois pour mesurer les propriétés de fluage/relaxation, mais également pour suivre les évolutions de microstructure durant des chemins thermiques à travers

l'évolution de la dureté. Pour se faire, des cycles de nanoindentation d'une durée inférieure à 1s sont mis en place. La vertu d'un cycle court est à la fois de multiplier les mesures et de limiter le problème de la dérive thermique, ce qui permet de réaliser des essais durant des rampes thermiques. Jean-Luc Loubet illustre cela par l'application de cette technique au suivi de la recristallisation du cuivre corroyé et la cristallisation d'une couche mince de verre métallique. A travers cette présentation, nous devinons les progrès réalisés durant ces dix dernières années dans le domaine de la nanoindentation à haute température, sans toutefois omettre les limitations et difficultés attenantes à la réalisation de ces essais « délicats ».



La seconde présentation de l'après-midi, intitulée « suivi par émission acoustique des événements plastiques lors de la compression de micropiliers », a souligné l'apport du couplage des mesures micromécaniques à l'émission acoustique. Après avoir introduit quelques notions essentielles sur la propagation des ondes élastiques dans les solides, Szilvia Kalacska (LGF, Mines Saint-Etienne) nous a permis « d'entendre » le bruit des dislocations d'un système de glissement activé lors de la compression d'un

micropilier de Zinc. Une corrélation très claire est observée entre les chutes de contrainte et le relâchement d'énergie acoustique. L'analyse statistique du signal d'émission acoustique présente une certaine proximité avec des enregistrements mesurés durant des séismes laissant penser que les avalanches de dislocation et les séismes se ressemblent beaucoup malgré les différences en matière d'échelles de temps et d'espace. Ces mesures couplées laissent présager de belles perspectives vis-à-vis de la quantification des instabilités à micro-échelle.

La journée s'est ensuite poursuivie par la présentation de Xavier Maeder (EMPA Thun) sur « Le rôle de l'orientation cristalline, de la vitesse de déformation et de la température sur le maillage mécanique du magnésium ». Pour cela des essais de compression de micro-piliers et traction de micro-éprouvettes, usinés par FIB, ont été conduits sur 7 ordres de grandeur en matière de vitesse de déformation (de 0.00001 /s à 500 /s) et à différentes températures (de -90 °C à 300 °C). Ainsi Xavier Maeder montre à quel point les mécanismes de maillage dépendent de la vitesse de déformation et de la température, avec des transitions du maillage au glissement et inversement, ou encore la mesure d'une très haute d'énergie d'activation à basse température. Ces résultats sont mis



en lumière par des cartographies EBSD sur les échantillons déformés. Ce travail nous montre le niveau de maturité de ces essais micromécaniques vis-à-vis de ces conditions extrêmes que sont les hautes températures et les hautes vitesses de déformation.

La journée s'est terminée par une table ronde laissant la parole à Daniel Maisonnette (CETIM), Jean-Christophe Brachet (CEA), Thierry Couvant (EDF) et Lionel Marcin (SAFRANTECH) sur la thématique « quelles opportunités pour les applications industrielles d'aujourd'hui et de demain ». Après une présentation des intérêts de chacun vis-à-vis de la thématique de la journée, cette table ronde a donné lieu à des échanges soutenus avec l'audience de la journée. Il a plus particulièrement été abordé l'importance de la mise en place de stratégies de la conservation des données acquises, problématique d'autant plus cruciale pour ces essais qui ne suivent pas de normes particulières et qui peuvent engendrer une grande quantité de données. Leur « bon » stockage



(données + conditions d'essais) garantit leur pérennité donc leur valorisation sur le long terme. Il convient d'adresser ce sujet afin de permettre une meilleure dissémination/emploi de ces essais au niveau industriel. A la question « quelles sont les attentes en matière de nouvelles conditions extrêmes », un consensus s'est dégagé autour des problématiques liées à l'hydrogène. Il existe également un intérêt certain pour les mesures à température cryogénique ou à très haute température (> 1000°C) ainsi que pour la caractérisation des propriétés des couches de surfaces, notamment en lien avec les problématiques d'oxydation/corrosion et de manufacturing. Enfin les participants de la table ronde insistent sur l'importance de transférer les connaissances développées par le milieu académique et sur le nécessaire effort à produire pour que les méthodes développées atteignent un niveau de robustesse suffisant pour être exploitables industriellement.

Guillaume Kermouche

Le 23 Juin 2023