

Effet de l'insertion d'oxygène sur les propriétés mécaniques du Ti- α pré-oxydé à haute température : caractérisation multimodale par nanoindentation à grande vitesse (HSNM)

Ayyoub DZIRI^{1,2}, Quentin Sirvin¹, Kais Ammar², Samuel Forest² and Damien Taxier¹

¹ Univ Toulouse, IMT Mines Albi, INSA Toulouse, ISAE-SUPAERO, CNRS, ICA, Albi, France

² Mines Paris, Univ PSL, MAT - Centre des matériaux, CNRS UMR 7633, BP 87, 91003 Evry, France

(*)Email : ayyoub.dziri@mines-albi.fr

RESUME

La nanoindentation constitue une technique particulièrement adaptée à la caractérisation mécanique locale des matériaux présentant des gradients de composition et de propriétés. Dans le cas du titane- α pré-oxydé à haute température, la diffusion de l'oxygène depuis la surface conduit à la formation d'une zone enrichie en oxygène (ZAO), caractérisée par une évolution progressive de ses propriétés mécaniques. L'objectif de ce travail est d'exploiter la nanoindentation à grande vitesse pour quantifier localement l'effet de l'insertion d'oxygène sur la dureté et la réponse élastique du titane- α , tout en prenant en compte son anisotropie cristallographique.

Des cartographies de nanoindentation à grande vitesse en mode CSM sont couplées à des cartographies EBSD et à la mesure locale de la teneur en oxygène. Deux configurations complémentaires sont étudiées : une coupe transversale, pour laquelle l'indentation est réalisée suivant la direction du gradient d'oxygène, et une coupe de biais, permettant d'étaler spatialement ce gradient et de réaliser les mesures perpendiculairement à la direction de diffusion. Cette approche multimodale permet ainsi d'associer à chaque mesure de dureté et de module réduit une teneur locale en oxygène et une orientation cristallographique.

Les résultats mettent en évidence une augmentation significative de la dureté et du module réduit avec l'enrichissement en oxygène. Cette évolution se superpose à l'effet de l'orientation cristallographique, particulièrement marqué sur la réponse élastique. L'exploitation des mesures de nanoindentation à travers le modèle de Vlassak et Nix [1], reliant le module d'indentation à l'orientation du cristal et à ses constantes élastiques anisotropes, permet d'identifier l'évolution des constantes de rigidité (C_{ij}) avec la teneur en oxygène. La comparaison des deux configurations de caractérisation met ainsi en évidence l'intérêt de la nanoindentation, couplée aux analyses chimiques et cristallographiques, pour dissocier et quantifier les contributions de l'oxygène et de l'orientation cristalline aux propriétés mécaniques locales du titane- α (Figure 1) [2].

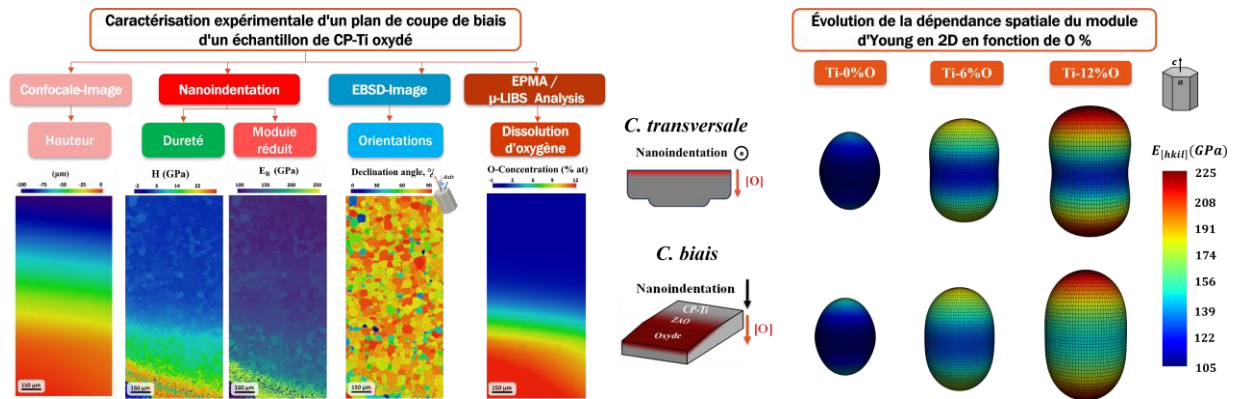


Figure 1 : Évolution de l'anisotropie élastique du titane- α avec la teneur en oxygène, caractérisée par nanoindentation à grande vitesse en coupes transversale et en biais.

MOTS-CLES : Titane-CP, Oxydation, Insertion de l'oxygène, nanoindentation, Analyse multimodale

REFERENCES

- [1] J. Vlassak, W.D. Nix. *J. Mech. Phys. Solids*, 1994, 42, p. 1223–1245.
- [2] A. Dziri, Q. Sirvin, K. Ammar, S. Forest, D. Texier. *Materials & Design*, 2025, 259, p. 114801.

Comprendre la plasticité et la mémoire de forme des céramiques Ce-TZP : apports de la microcompression et de la diffraction *in-situ*

Marcelo Demetrio de Magalhães^{1(*)}, Solène Comby-Dassonneville², Thomas W. Cornelius², Helen Reveron¹, Sylvain Meille¹, David Rodney³, Olivier Thomas² et Jérôme Chevalier¹

¹ Univ Lyon, INSA Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, MATEIS, UMR 5510, 69621 Villeurbanne, France

² Aix Marseille Univ, Université de Toulon, CNRS, IM2NP, UMR 7334, Marseille, France

³ Univ Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS, Institut Lumière Matière, UMR 5306, 69622 Villeurbanne, France

(*)Email : marcelo8d@esrf.fr / magalhacelo@gmail.com

RESUME

Les céramiques de zircone tétragonale stabilisée à l'oxyde de cérium (*ceria-stabilized tetragonal zirconia*, CSTZ) suscitent un intérêt croissant, car elles permettent de s'affranchir du compromis résistance-ductilité qui limite habituellement les céramiques. À température ambiante, une transformation martensitique, induite par la contrainte, de la phase tétragonale (*t*) vers la phase monoclinique (*m*), donne lieu à une plasticité induite par transformation (TRIP). Celle-ci autorise une déformation importante avant l'amorçage des fissures, à l'instar des alliages métalliques à mémoire de forme [1]. Lors d'un chauffage, la phase monoclinique peut retourner vers la phase tétragonale, produisant ainsi un effet mémoire de forme. La maîtrise de ce comportement nécessite donc de bien comprendre comment les caractéristiques microstructurales gouvernent à la fois la transformation directe et la transformation inverse [2]. Ces caractéristiques comprennent notamment l'orientation cristalline, les joints de grains et les défauts induits par la transformation.

Dans ce travail, la transformation de phase et le comportement à mémoire de forme des micropiliers de CSTZ ont été étudiés au moyen d'essais de micro-compression *in-situ*. Ces essais ont été couplés à deux techniques de caractérisation cristallographique complémentaires : la microdiffraction Laue par rayonnement synchrotron sur la ligne BM32 de l'ESRF, et la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) [3, 4]. Des micropiliers mono- et oligocristallins contenant 12 mol% de cériine ont été comprimés afin de déclencher la transformation *t-m*. Des recuits *in-situ* et *ex-situ* ont ensuite permis de suivre la transformation inverse. Cette approche relie directement la réponse mécanique à l'évolution cristallographique du matériau lors de cycles de transformation successifs. Une attention particulière est portée au rôle de l'orientation cristalline et des caractéristiques microstructurales, comme les joints de grains, dans l'amorçage et la propagation de la transformation. Les résultats montrent que la contrainte critique de transformation diminue avec le nombre de cycles de compression-chauffage, ce qui est attribué à l'accumulation de défauts liés à la transformation. Ils permettent également de mieux élucider la dépendance de la transformation de phase en fonction de l'orientation cristalline. Dans l'ensemble, ces résultats apportent un nouvel éclairage sur les mécanismes à l'origine du comportement à mémoire de forme des céramiques à base de zircone. Ils soulignent aussi le rôle clé de la microstructure et des défauts dans la transformation de phase *t-m*.

MOTS-CLES

Ce-TZP ; transformation de phase ; mémoire de forme ; microcompression ; diffraction Laue

REFERENCES

- [1] J. Chevalier et al., J. Am. Cer. Soc. 103, 1482 (2020)
- [2] Z. Du et al., J. Am. Cer. Soc. 100, 4199 (2017)
- [3] M.D. de Magalhães et al., J. Eur. Cer. Soc. 45 (2025) 116794
- [4] M.D. de Magalhães, S. Kalácska et al., Acta Mater. 301 (2025) 121553

Simulation de bandes de cisaillement en indentation dans des revêtements multicouches métal/nitrure avec une loi de comportement élasto-plastique endommageable régularisée

O. Estienne^{1 (*)}, A. Lejeune¹, Y. Gaillard¹, S. Giljean², M-J. Pac², C. Rousselot³, E. Duverger³, C. Bouillet⁴ et F. Richard¹

1 : Université Marie et Louis Pasteur, CNRS, institut FEMTO-ST, F-25000 Besançon, France

2 : Université de Haute-Alsace, LPMT UR 4365, 68093 Mulhouse, France

3 : Université Marie et Louis Pasteur, CNRS, institut FEMTO-ST, F-25200 Montbéliard, France

4 : Université d'Orléans, CNRS, MACLE-CVI, UAR 2590, F-45071 Orléans Cedex 2

(*) olivier.estienne@univ-fcomte.fr

RESUME

Lors de leur utilisation en tant que revêtements protecteurs, les revêtements multicouches subissent d'importantes sollicitations mécaniques et il arrive que des bandes de cisaillement se propagent au cœur du revêtement et aboutissent au délaminage du substrat. Pour maximiser leurs performances, il est essentiel de caractériser le comportement plastique et l'endommagement, ce qui peut être réalisé par nanoindentation. Des analyses STEM post-indentation Berkovich de coupes transversales de revêtements multicouches TiAl/TiAlN révèlent la présence de bandes de cisaillement. L'empreinte résiduelle témoigne également de la présence de plasticité. Ces deux phénomènes peuvent être liés à de l'endommagement. Bigelow et al. [1] ont montré que l'introduction d'adoucissement dans la loi de comportement élastoplastique de SiC facilitait l'apparition de bandes de cisaillement dans un revêtement multicouches Al/SiC lors de l'indentation. Il semble donc intéressant de recourir à une loi de comportement prenant en compte à la fois l'endommagement et la plasticité via un endommagement dit « ductile » [2]. Ce travail propose une étude numérique de l'initiation des bandes de cisaillement dans des revêtements multicouches TiAl/TiAlN en indentation par la méthode des éléments finis. Une loi de comportement Elasto-Plastique enDomageable régularisée (EPDr) développée spécifiquement pour cette étude afin de prendre en compte les effets liés à l'endommagement et à la plasticité des matériaux des couches a été utilisée. Les simulations d'indentation utilisant la loi EPDr montrent que la morphologie des bandes de cisaillement peut être similaire aux observations expérimentales (Figure 1). De nombreux facteurs, qu'ils soient géométriques (rayon de pointe), de chargement (profondeur d'indentation), matériaux (types de lois et paramètres) ou numériques (taille éléments) ont une influence sur l'initiation et la morphologie des bandes.

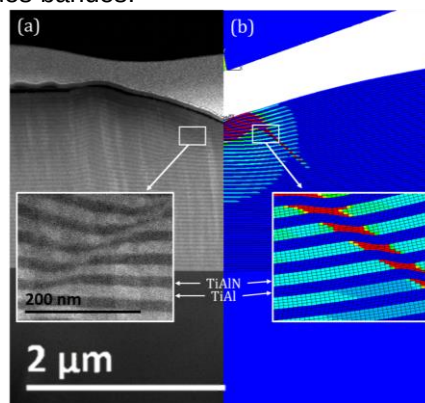


Figure 1: (a) Image STEM d'une bande de cisaillement obtenue dans la section transversale d'un revêtement multicouche TiAl/TiAlN et (b) champ d'endommagement d'un essai d'indentation numérique d'un revêtement TiAl/TiAlN réalisé à partir d'un modèle élément fini intégrant le comportement élasto-plastique endommageable régularisée (EPDr) dans les couches de TiAlN.

MOTS-CLES (Indentation – bandes de cisaillement – éléments finis – endommagement ductile)

REFERENCES

- [1] S. Bigelow, Y.-L. Shen, Parametric computational analysis of indentation-induced shear band formation in metal-ceramic multilayer coatings, *Surface and Coatings Technology* 350 (2018) 779–787.
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.04.055>.
- [2] J. Lemaitre, How to use damage mechanics, *Nuclear Engineering and Design* 80 (1984) 233–245.
[https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0029-5493\(84\)90169-9](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0029-5493(84)90169-9).

Essais Micromécaniques sur une couche blanche induite par tournage sur un acier inoxydable martensitique 15-5PH

P. Saby^{1,2(*)}, D. Maisonette³, R. Collet³, Y. Di Maio³, N. Compère³, G. Guillonnet³, S. Kalacska³, S. Sao-Joao³, I. Fakih³, G. Kermouche³

¹ Manutech-USD, Saint-Etienne - France

² Mines Saint-Etienne, Laboratoire Georges Friedel, CNRS UMR 5307, Saint-Etienne – France

³ Cetim, Saint-Etienne – France

⁴ Centrale Lyon, Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes, CNRS UMR 5513, Ecully – France

(*)Email : paul.saby@emse.fr

RESUME

Formées par les fortes déformations et températures de l'usinage les couches blanches d'extrême surface ($< 2 \mu\text{m}$) ont une influence encore débattue sur la durabilité des pièces[1]. En raison de leur hétérogénéité et leur échelle, leur caractérisation par des procédés classiques est complexe[2,3], notamment pour trois propriétés clés : contraintes résiduelles, limite d'élasticité et déformation à la rupture.

Ce travail identifie ces propriétés mécaniques à travers la combinaison d'essais de micro-traction[4], de FIB-DIC[5], de micro-flexion[6] et de micro-compression[7] sur une couche blanche d'un acier inoxydable 15-5PH[3].

Des micro-piliers et micro-cantilevers (usinés par FIB) ainsi que des éprouvettes de micro-traction (laser femtoseconde/FIB)[8] ont été produites dans le bulk et dans la couche blanche et testées par un nano-indenteur. Ces essais mettent en évidence des divergences entre le substrat et la couche d'intérêt, et permettent d'isoler les mécanismes de déformations et les propriétés de cette dernière.

Enfin, des piliers ring-core de FIB-DIC ont permis d'établir un profil de contraintes résiduelles[9] dominés par des contraintes de traction. Ce couplage entre les essais micromécaniques et le profil de contraintes résiduelles permet d'éclairer les mécanismes d'initiation des fissures, et illustrent l'impact de ces couches sur le cycle de vie des pièces d'usinages.

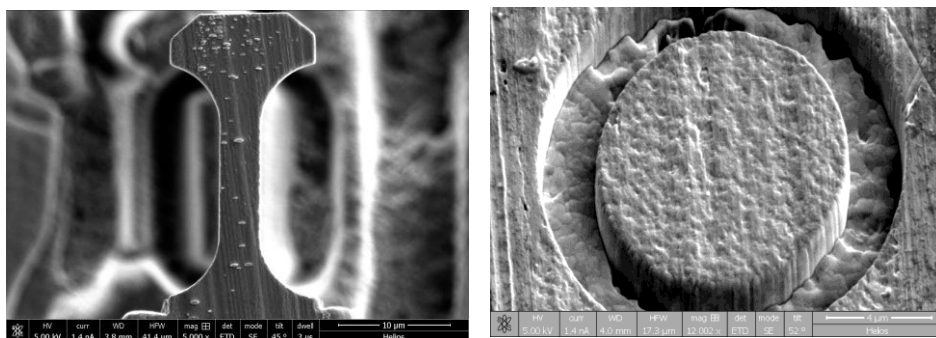


Figure 1 – Essais micromécaniques sur couches blanches. Gauche : Epreuve de micro-traction. Droite : Piliers de FIB-DIC.

MOTS-CLES

FIB-DIC ; Laser femtoseconde ; Micromécanique ; Couches blanches d'usinage ; Contraintes résiduelles

REFERENCES

- [1] Liao, Z. et al. Surface integrity in metal machining - Part I: Fundamentals of surface characteristics and formation mechanisms. (2021).
- [2] D.T.Spinel et al. Assessment of mechanical property gradients after impact-based surface treatment: application to pure α -iron(2016)
- [3] M.Dumas et al. Evolution of the surface integrity while turning a fillet radius in a martensitic stainless steel 15-5PH (2020)
- [4] Casari, D. et al. A self-aligning microtensile setup: Application to single-crystal GaAs microscale tension–compression asymmetry. (2019).
- [5] Lord, J. et al. A good practice guide for measuring residual stresses using FIB-DIC. (2018).
- [6] Freisinger, M. et al. In-situ micro-cantilever bending studies of a white etching layer thermally induced on rail wheels. (2023).
- [7] Sun, Z et al. Micro-pillar compression tests to characterize the mechanical behavior of a nanocrystalline layer induced by SMAT in a 316L stainless steel. (2015).
- [8] Pfeifenberger, M. J. et al. The use of femtosecond laser ablation as a novel tool for rapid micro-mechanical sample preparation. (2017).
- [9] Korsunsky, A. M. et al. Nanoscale residual stress depth profiling by Focused Ion Beam milling and eigenstrain analysis. (2018)

Modèle modifié basé sur l'approche de Chicot et Lesage pour la détermination de la dureté des couches minces

Z. LAKHLIOU^{1,2 (*)}, D. CHICOT¹, F. ROUDET¹, A. MEJIAS³, K. ZIOUCHE²

¹ Univ-Lille, Laboratoire de Génie Civil et Géo-Environnement, LGCgE-ULR4515, 59000 Lille, France

² Univ-Lille, CNRS, UMR 8520 - IEMN - Institut d'Électronique de Microélectronique et de Nanotechnologie, 59000 Lille, France

³ JUNIA, Univ-Lille, IMT Nord Europe, Univ. Artois, Laboratoire de Génie Civil et Géo-Environnement, LGCgE-ULR4515, 59000 Lille, France

(*) Email : zineb.lakhlioui@univ-lille.fr

RESUME

La détermination de la dureté intrinsèque des couches minces par nanoindentation reste complexe en raison de l'influence du substrat sur les mesures. Le modèle de Chicot et Lesage (1995) [1], initialement développé pour décrire la dureté des systèmes couche–substrat en microindentation, repose sur une loi des mélanges considérant les volumes déformés dans les deux matériaux. Dans ce travail, une révision de ce modèle est proposée, notamment à travers une modification de la géométrie des zones déformées et une nouvelle formulation des contributions respectives de la couche et du substrat.

Ces modifications permettent d'adapter l'approche initiale aux faibles profondeurs de pénétration caractéristiques de la nanoindentation, en introduisant un paramètre d'interface afin de mieux décrire l'évolution de la dureté composite et d'extraire les propriétés intrinsèques des couches minces. Le modèle modifié est appliqué à deux systèmes, Si_3N_4 et SiO_2 , représentant respectivement les configurations couche dure sur substrat mou et couche molle sur substrat dur, pour différentes épaisseurs de couches. Enfin, des analyses statistiques, notamment des simulations de Monte-Carlo et des tests d'identifiabilité, sont réalisées afin d'évaluer la robustesse du modèle, la fiabilité des paramètres estimés et sa pertinence pour la caractérisation mécanique des couches minces.

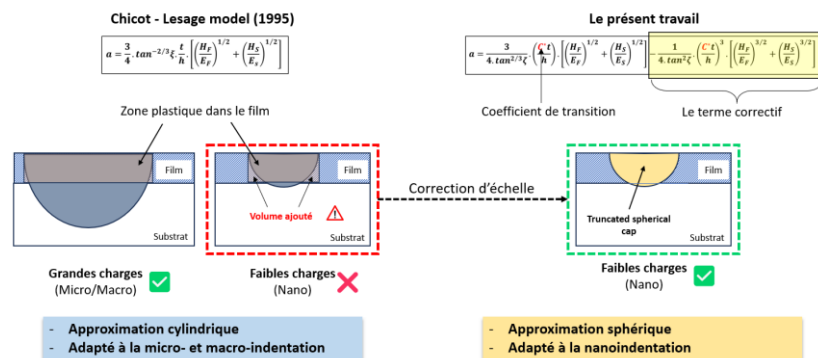


Illustration de l'adaptation du modèle de Chicot–Lesage (1995) à la nanoindentation par correction géométrique de la zone plastique.

MOTS-CLES : Nanoindentation, Couches minces, Dureté, Modèle analytique, Caractérisation mécanique.

REFERENCES

- [1] Didier Chicot, Jacky Lesage, Absolute hardness of films and coatings, *Journal of Thin Solid Films*, 1995, 254, p. 123–130.