

Update de la méthode HTSI :

Application à la caractérisation mécanique du CaF_2 jusqu'à 800°C

G. Tiphéne^{1(*)}, B. Adogou², G. Guillonnet³, G. Kermouche², J.-M. Bergheau³, W.C. Oliver⁴, J.-L. Loubet³

1 : Institute of Mechanics, Materials and Civil Engineering (iMMC), UCLouvain, B-1348, Louvain-la-Neuve, Belgium

2 : Mines Saint-Etienne, CNRS, UMR5307 LGF, Centre SMS, 42023 Saint Etienne, France

3 : Ecole Centrale de Lyon, CNRS, ENTPE, LTDS, UMR5513, 69130 Ecully, France

3 : SKLA Corporation, USA

(*) gabrielle.tiphene@uclouvain.be

Mots-Clés – Nanoindentation HT, Indentation Size Effect, Caractérisation mécanique, CaF_2

RESUME

Le développement récent de la méthode dite High-Temperature Scanning Indentation (HTSI) permet de caractériser quasi-continument les propriétés mécaniques des matériaux sur une large gamme de températures [1]. Cependant, du fait du système expérimental, cette technique utilise un cycle de nanoindentation contrôlé en force. De fait, lors des essais HTSI, une même charge maximale est atteinte, quelle que soit la température. Ainsi, pour les matériaux présentant un effet de taille (ISE), les variations de dureté avec la température peuvent provenir à la fois de la température et de cet ISE. Il devient alors plus difficile de différencier ces deux effets et d'analyser leur impact sur les propriétés mécaniques.

Pour résoudre ce problème, une nouvelle stratégie d'essai a été implémentée [2]. Elle se base toujours sur un cycle d'indentation d'une seconde. Une fonction demi-sinusoïdale de 0,5 seconde est utilisée lors du chargement, suivie d'un segment de fluage de 0,1 à 1 seconde, puis de la fonction de déchargement en 3 étapes utilisée précédemment. Afin de contrôler la profondeur maximale atteinte à travers les différentes températures, la charge maximale appliquée est ajustée expérimentalement entre chaque essai d'indentation, en se basant sur les résultats précédents. Cette approche permet de déterminer la dureté, le module d'Young et les propriétés de fluage d'un matériau à une profondeur maximale donnée, sur une large gamme de températures.

Cette méthodologie a été appliquée à un monocristal de CaF_2 , matériau présentant un ISE à l'ambiante [3], de la température ambiante (RT) jusqu'à 800°C [2]. Le cycle mis en œuvre permet la caractérisation de ce matériau à une profondeur de 1000 nm sur l'ensemble de la gamme de températures. La comparaison avec des essais réalisés selon le cycle d'indentation précédent a mis en évidence l'impact de l'ISE en fonction de la température. Les résultats obtenus ont été comparés à ceux issus de méthodes d'indentation conventionnelles.

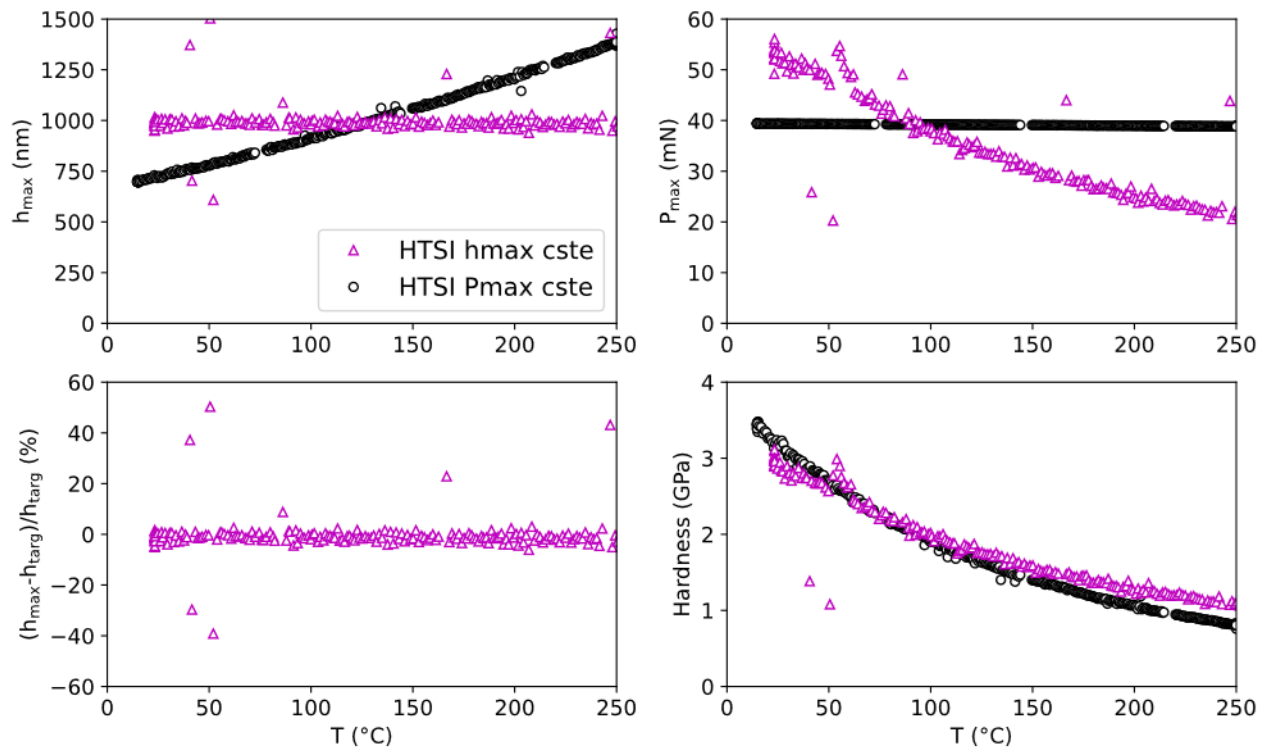


Figure 1 – Application de la méthode HTSI sur du CaF₂ monocristallin en température. (Haut) Profondeur (à gauche) et charge (à droite) maximales atteintes en fonction de la température, mesurées sur du CaF₂. (Noir) Cycle d'indentation avec une charge cible de 40 mN à toutes les températures. (Magenta) Le cycle d'indentation adapté est utilisé avec une profondeur cible de 1000 nm à toutes les températures. (En bas à gauche) Pourcentage d'erreur sur la profondeur maximale atteinte par rapport à la profondeur cible pour les essais HTSI contrôlés en profondeur maximale. Sauf pour les points liés à une détection erronée de la surface, l'erreur reste dans la plage de $\pm 5\%$. (En bas à droite) Courbes de dureté correspondantes en fonction de la température sur le CaF₂. L'impact de l'augmentation de la profondeur d'essai sur les valeurs de dureté est clairement observable ici.

Références

- [1] G. Tiphène *et al.*, « High-Temperature Scanning Indentation: A new method to investigate in situ metallurgical evolution along temperature ramps », *Journal of Materials Research*, vol. 36, n° 12, p. 2383-2396, juin 2021, doi: 10.1557/s43578-021-00107-7.
- [2] G. Tiphène *et al.*, « Update of the HTSI method: Application to the characterization of mechanical properties of CaF₂ from RT to 800°C », *Journal of Materials Research*, nov. 2024, doi: 10.1557/s43578-024-01466-7.
- [3] J. Chua *et al.*, « High-temperature nanoindentation size effect in fluorite material », *International Journal of Mechanical Sciences*, vol. 159, p. 459-466, août 2019, doi: 10.1016/j.ijmecsci.2019.06.020.