



**HAL**  
open science

# Optimisation des propriétés mécaniques du nickel multicristallin par une restructuration des caractéristiques microstructurales de la zone surfacique par dépôt en phase vapeur

Ameni Zaouali, Pierre-Antoine Dubos, Pierre-Yves Jouan, Mireille Richard-Plouet, Valerie Brien, David Gloaguen, Baptiste Girault

## ► To cite this version:

Ameni Zaouali, Pierre-Antoine Dubos, Pierre-Yves Jouan, Mireille Richard-Plouet, Valerie Brien, et al.. Optimisation des propriétés mécaniques du nickel multicristallin par une restructuration des caractéristiques microstructurales de la zone surfacique par dépôt en phase vapeur. Journées Annuelles SF2M 2021, Oct 2021, Caen, France. hal-03374538

**HAL Id: hal-03374538**

**<https://hal.science/hal-03374538>**

Submitted on 12 Oct 2021

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# Optimisation des propriétés mécaniques du nickel multicristallin par une restructuration des caractéristiques microstructurales de la zone surfacique par dépôt en phase vapeur

**Ameni Zaouali<sup>a</sup>, Pierre-Antoine Dubos<sup>a</sup>, Pierre-Yves Jouan<sup>b</sup>, Mireille Richard-Plouet<sup>b</sup>, Valerie Brien<sup>b</sup>, David Gloaguen<sup>a</sup>, Baptiste Girault<sup>a</sup>**

a. Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique (GeM, UMR CNRS 6183), Université de Nantes

b. Université de Nantes, CNRS, Institut des Matériaux Jean Rouxel, IMN, F-44000 Nantes, France

## Résumé

La détérioration des propriétés mécaniques de tôles de nickel ne présentant que quelques grains dans l'épaisseur (état multicristallin) est liée au retardement de l'activation des mécanismes de déformation dans les grains surfaciques tronqués. Des dépôts physiques en phase vapeur, par pulvérisation cathodique magnétron, d'un matériau sur un substrat de composition chimique identique (i.e. dépôt de nickel sur une tôle de nickel) ont été réalisés afin de générer une barrière adaptée à la fuite des dislocations au niveau des surfaces libres, responsable du fort adoucissement mécanique. La restructuration de la zone surfacique des tôles de nickel par une évolution graduelle des caractéristiques microstructurales du dépôt, agissant sur les mécanismes de déformation plastique et le mouvement des dislocations, a ainsi engendré une amélioration des performances mécaniques de ces multicristaux.

## Introduction

De plus en plus de secteurs industriels, tels que la télécommunication, la micro-mécanique ou la médecine sont concernés par la course à la miniaturisation. La réduction des dimensions des composants métalliques, se traduisant par une réduction du nombre de grains dans l'épaisseur (représenté par le rapport  $t/d$ ,  $t$  : épaisseur,  $d$  : diamètre moyen des grains), induit un certain nombre de défis scientifiques et techniques. En effet, il est notamment constaté que la dégradation des propriétés mécaniques est pilotée par le rapport  $t/d$ . Ce paramètre détermine le comportement du matériau lorsque sa valeur devient inférieure à une valeur critique qui borne le comportement polycristallin classique. En dessous de cette valeur critique, le comportement mécanique devient alors multicristallin et se caractérise par un effet de taille de grains accru, de par une réduction de la multiplicité du glissement, un retard du glissement dévié et une réduction importante des contraintes internes à longue distance. L'origine de la détérioration des propriétés est donc liée au retardement de l'activation des mécanismes de déformation pour les grains surfaciques tronqués caractérisant ainsi l'état multicristallin.

Le matériau choisi pour cette étude est du nickel de haute pureté du fait de la simplicité et de la bonne connaissance de ses mécanismes de déformation ainsi que de sa sensibilité prouvée aux effets de taille. L'objectif de cette étude est de redonner aux matériaux multicristallins des performances mécaniques proches de celles attendues pour des polycristaux à l'aide de couches minces à microstructures

graduelles contrôlées. L'enjeu fondamental est de comprendre les mécanismes physiques de la déformation plastique s'opérant dans la zone subsurfacique nouvellement générée et de minimiser ainsi la fuite des dislocations au niveau des surfaces libres.

Ces travaux s'inscrivent dans le cadre du projet OPTIMUM, financé par la région Pays de la Loire et labellisé par le pôle de compétitivité EMC2.

## Méthodes expérimentales

L'étude de l'influence des caractéristiques de la couche mince déposée sur les propriétés mécaniques du nickel multicristallin a été réalisée à partir de tôles de nickel polycristallin pur à 99,99 %, d'épaisseur égale à 500  $\mu\text{m}$ . La taille des grains du substrat a été ajustée par traitements thermiques afin d'atteindre l'état multicristallin. Une température de recuit de 1050°C avec une durée de maintien de 220 min sous vide secondaire a permis d'obtenir des éprouvettes de nickel multicristallines ayant 1 à 3 grains dans l'épaisseur.

Des dépôts physiques en phase vapeur (PVD) par pulvérisation cathodique magnétron ont été réalisés pour obtenir des couches minces de composition chimique identique (dépôt de 1  $\mu\text{m}$  de nickel) sur les deux faces du substrat et ainsi restructurer ses zones subsurfaciques. Les dépôts magnétron en courant continu (DCMS) ont une microstructure homogène sur la couche de 1  $\mu\text{m}$  déposée et seul l'effet de la pression a été analysé car il a été constaté que ce paramètre a une forte influence sur la microstructure générée.

Des dépôts ont été obtenus pour différentes pressions : 0,001, 0,005 et 0,05 mbar.

La caractérisation de la tenue mécanique des substrats multicristallins suite à la restructuration subsurfacique a été réalisée au moyen d'essais de traction uniaxiale et monotone. L'analyse macroscopique permet alors de caractériser l'apport du dépôt en tant que barrière à la fuite des dislocations au niveau des surfaces libres. L'étude analytique des stades d'écrouissage par un modèle de type Kocks-Mecking permet alors de jauger l'influence de la couche PVD sur les effets de surface se mettant naturellement en place lors du stade II d'écrouissage des multicristaux.

## Résultats expérimentaux

La figure 1 présente les courbes de contrainte en fonction de la déformation des éprouvettes revêtues (ensemble substrat – couches minces), pour différentes pressions de dépôt ainsi que celle de l'éprouvette de nickel sans dépôt constituant la

référence. La réponse macroscopique montre le gain de propriétés générées par les couches déposées sur les substrats multicristallins (avec  $t/d = 1,7$ ). En effet, quelle que soit la pression de dépôt, la résistance des éprouvettes avec dépôt est nettement supérieure à la résistance de l'éprouvette de référence. L'effet de la pression est visible sur la figure 1 et montre un gain maximal de 40 % en contrainte vraie pour une pression de 0,001 mbar.

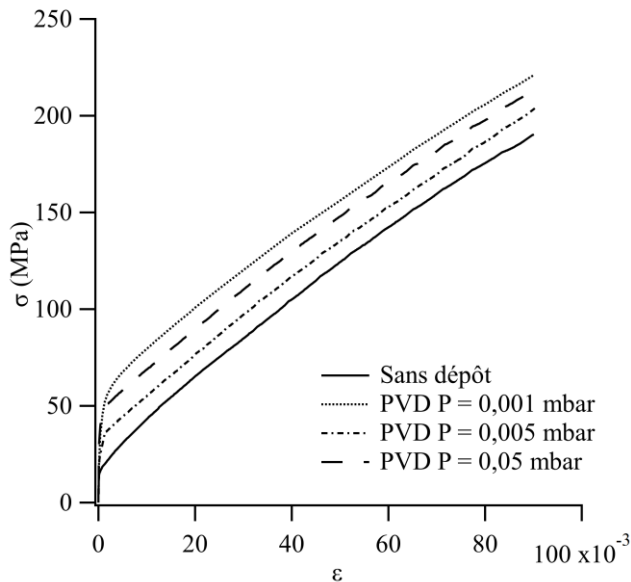


Figure 1. Effet de la pression de dépôt PVD sur le comportement macroscopique des tôles minces multicristallines ( $t/d = 1,7$ )

Le taux d'écroutissage macroscopique au stade II d'écroutissage ( $\theta_{II} = d\sigma/d\varepsilon$ ) est exprimé en fonction de deux termes (1),  $\Delta_{II}$  correspondant au taux d'écroutissage latent et  $(\sigma\theta)_0$  qui provient de la contribution des joints de grains, de précipités éventuels, des structures de dislocations et des surfaces libres [1]. Il est à noter que dans le cas des multicristaux la valeur de  $(\sigma\theta)_0$  traduit l'adoucissement résultant des effets de surface sur l'écroutissage [2], [3], [4].

$$\theta_{II} = \Delta_{II} + (\sigma\theta)_0 / \sigma \quad (1)$$

L'évolution de la seconde contribution,  $(\sigma\theta)_0$ , sur le taux d'écroutissage macroscopique,  $\theta_{II}$ , est présentée en fonction du nombre de grains dans l'épaisseur sur la figure 2.

Les données issues des études précédentes de Keller *et al.* [2] et Hug *et al.* [3] sur le nickel ont permis de prédire l'évolution linéaire de  $(\sigma\theta)_0$  en fonction de l'inverse de la taille de grains pour des tailles de grains inférieures à 150  $\mu\text{m}$  (rapport  $t/d > 4$ ). La courbe en pointillé (figure 2) est donc l'extrapolation de l'évolution de ce régime polycristallin pour des tailles de grains qui tendent vers l'infini (monocristal).

La figure 2 montre que les valeurs de  $(\sigma\theta)_0$  correspondant aux multicristaux revêtus de couches minces ( $t/d < 4$ ) divergent du modèle d'un régime purement multicristallin. Le dépôt réalisé avec une faible pression (0,001 mbar) présente les valeurs qui s'approchent le plus de celles obtenues avec des polycristaux. En effet, la valeur de  $(\sigma\theta)_0$  déterminée pour cette pression est très proche de la valeur

obtenue par extrapolation du régime polycristallin proposé par le modèle de Kocks-Mecking. Ceci traduit un meilleur blocage des dislocations (i.e. un effet réduit des surfaces libres) par rapport au multicristal sans dépôt.

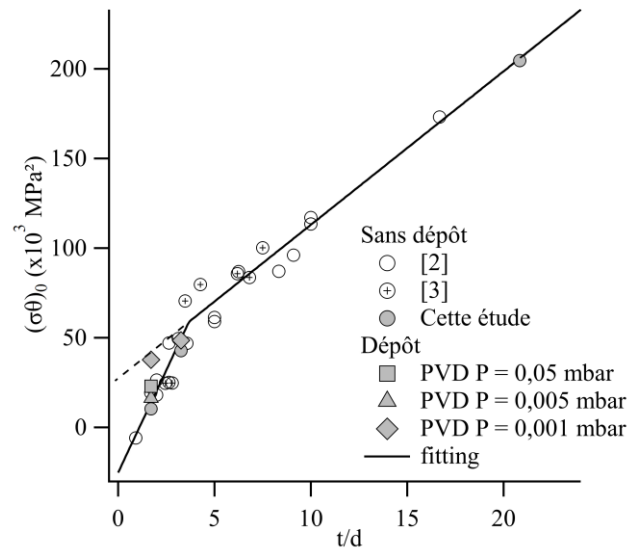


Figure 2. Evolution du paramètre  $(\sigma\theta)_0$ , l'ordonnée à l'origine du stade II des courbes  $\sigma\theta = f(\sigma)$ , en fonction de du nombre de grains dans l'épaisseur pour des éprouvettes avec et sans dépôt

## Conclusions

Cette étude démontre que le dépôt de 1  $\mu\text{m}$  de PVD à 0,001 mbar sur la zone surfacique des tôles de nickel agit sur le mouvement des dislocations et crée ainsi une barrière à leur fuite, engendrant une amélioration des performances mécaniques des multicristaux.

L'utilisation d'un autre mode de dépôt à haute puissance (HiPIMPS : High-Power Impulse Magnetron Sputtering) est en cours d'investigation afin d'élaborer des dépôts plus denses et plus homogènes.

Des analyses par MET seront réalisées afin de caractériser la taille des cellules de dislocations et leurs densités en fonction du taux d'écroutissage pour vérifier l'efficacité des dépôts.

## Références

- [1] H. Mecking, Description of hardening curves of fcc single and polycrystals. Work Hardening in tension and fatigue. American institute of mining, metallurgical and petroleum engineers, 1977, pp. 66 – 88.
- [2] C. Keller, E. Hug, A. M. Habraken, L. Duchene, Effect of stress path on the miniaturization size effect for nickel polycrystals. International Journal of Plasticity, 2015, pp. 26-39.
- [3] E. Hug, P. A. Dubos, C. Keller, L. Duchêne, & A. M. Habraken, Size effects and temperature dependence on strain-hardening mechanisms in some face centered cubic materials. Mechanics of Materials, 2015, pp. 136-151.
- [4] M. Rudloff, M. Risbet, C. Keller, E. Hug, Influence of the size effect on work hardening behavior in stage II of Ni20wt.%Cr. Materials Letters, 2008, pp. 3591-3593.