



HAL
open science

Mesure des propriétés mécaniques des matériaux à haute vitesse de déformation par micro-compression

Bénédicte Adogou, Sergio Sao Joao, Gaylord Guillonueu, Fivel Marc, Simon Breumier, Guillaume Kermouche

► **To cite this version:**

Bénédicte Adogou, Sergio Sao Joao, Gaylord Guillonueu, Fivel Marc, Simon Breumier, et al.. Mesure des propriétés mécaniques des matériaux à haute vitesse de déformation par micro-compression. 25e Congrès Français de Mécanique, Aug 2022, Nantes, France. hal-04280010

HAL Id: hal-04280010

<https://hal.science/hal-04280010>

Submitted on 10 Nov 2023

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.

Mesure des propriétés mécaniques des matériaux à haute vitesse de déformation par micro-compression

B. Adogou^a, S. Sao-Joao^a, G. Guillon^b, M. Fivel^c, S. Breumier^a, G. Kermouche^a

a. Mines Saint-Etienne, LGF UMR 5307 CNRS

benedicte.adogou@emse.fr

b. Université de Lyon, Ecole centrale de Lyon, LTDS, UMR CNRS 5513

c. SIMaP-GPM2, Univ Grenoble Alpes, UMR CNRS 5266

Résumé :

Les évolutions récentes dans le domaine de la micromécanique ouvrent la voie aux essais de micro-compression et de nanoindentation à haute vitesse pour caractériser les propriétés des matériaux à l'échelle de quelques microns et à très haute vitesse de déformation. Dans ce travail, nous détaillons une procédure de validation du dispositif d'essai micromécanique haute vitesse. Une application a été réalisée par des essais de micro-compression, effectués sur des piliers de cuivre de différentes tailles usinés par FIB, le but étant d'étudier le comportement micromécanique et les effets d'échelles à haute vitesse de déformation de ce matériau.

Abstract:

Recent developments in the field of micromechanics allow the identification of high strain rates micron-scale mechanical properties of materials by micro-compression and nanoindentation in high strain rates regime. In this work, we present a validation procedure of our high-speed micromechanical testing apparatus. For application, high strain rate micro-compression tests are performed on copper single crystal pillars of different size made by FIB. The aim is to study the micromechanical behavior and size effect at high strain rate of this material.

Mots clefs : haute vitesse de déformation, compression de micro-piliers, effets de taille.

1 Introduction

Dans le domaine de l'ingénierie des surfaces, de nombreux procédés reposant sur des impacts ont été développés pour augmenter la durabilité des matériaux (grenailage/martelage) ou déposer des revêtements épais (projection à froid, ...). Les vitesses de déformation en surface peuvent alors atteindre des valeurs allant jusqu'à 10000 s^{-1} voire même bien au-delà. Comprendre le comportement des

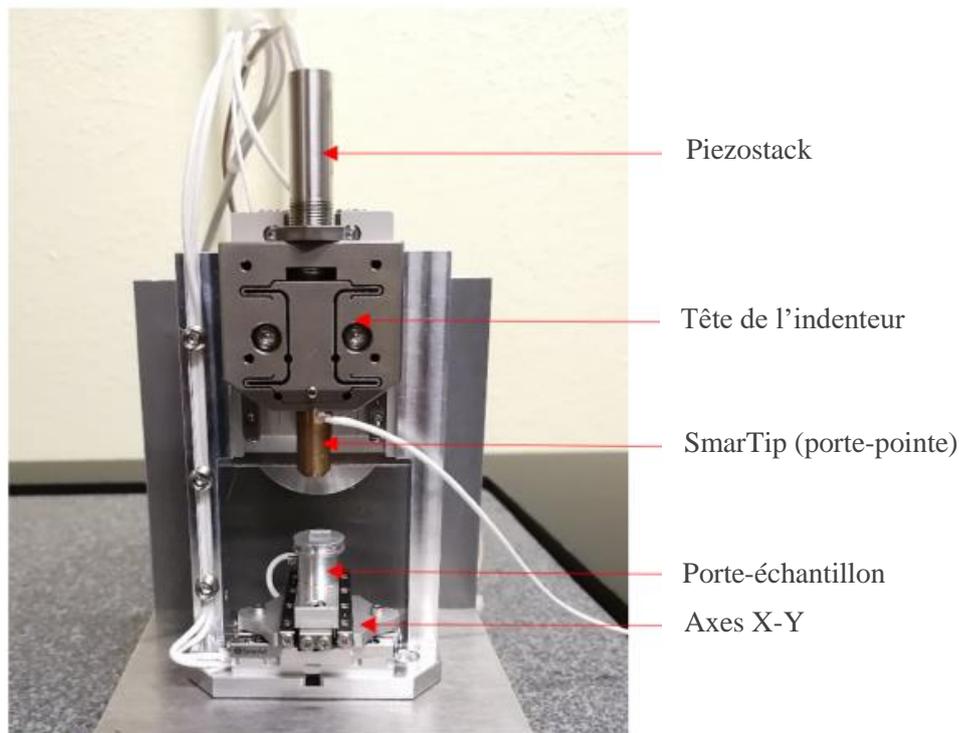
matériaux dans de telles conditions dans une perspective d'optimisation de ces procédés, nécessite de pouvoir mesurer très localement le comportement mécanique du matériau à l'échelle du contact mécanique c'est-à-dire à l'ordre de quelques microns. Plusieurs essais mécaniques se prêtent à cette expérimentation : la nanoindentation [1], la micro-compression [1, 2, 3] et le micro-cisaillement [4] de piliers. Cependant, ces essais micromécaniques ont longtemps été limités dans le domaine quasi statique faute de dispositif adapté à des essais à haute vitesse.

Le développement récent d'un dispositif d'essai micromécanique par Guillonnet et al. [5] a ouvert la voie vers les essais micromécaniques à haute vitesse. Ce dispositif est issu du nanoindenteur standard Alemnis© et est capable de réaliser des essais jusqu'à une vitesse de déformation de 1000 s⁻¹. Breumier et al. [2] ont réalisé des essais de micro-compression sur des monocristaux de cuivre. Ces résultats révèlent un effet de la vitesse de déformation dépendant à la fois de l'orientation du cristal et de la taille des piliers. Plusieurs auteurs s'étaient déjà intéressés à l'étude de l'effet de taille des piliers sur la plasticité cristalline mais ces études sont restées dans le domaine statique et très peu d'auteurs s'étaient intéressés aux hautes vitesses [6, 7]. De plus, les paramètres microstructuraux influençant l'effet de taille demeurent encore mal connus. Ces travaux suscitent donc de l'intérêt pour une meilleure compréhension du comportement mécanique des matériaux à des vitesses de déformations plus élevées et aux petites échelles. Dans cet article, nous présentons tout d'abord le dispositif expérimental développé pour les essais à haute vitesse de déformation. Nous nous concentrons ensuite sur l'étude expérimentale du comportement à haute vitesse de déformation de micro-piliers de cuivre usinés dans un monocristal. L'effet de taille est identifié en comparant la réponse de deux diamètres de micro-piliers et pour deux orientations.

2 Développement des essais haute vitesse

2.1 Dispositif expérimental

Les essais de micro-compression des piliers ont été effectués avec un nanoindenteur in-situ développé par Alemnis© [1]. Ce dispositif peut être utilisé pour réaliser des essais de nanoindentation ou de micro-compression de piliers en adaptant simplement la pointe de l'indenteur. Le dispositif fonctionne en déplacement contrôlé, ce qui est particulièrement important afin d'imposer une vitesse de déformation constante et d'éviter les potentielles instabilités liées à des phénomènes de localisation. Le déplacement est imposé grâce à un actionneur piézo-électrique et la force de réaction du matériau est mesurée via une cellule de charge portant l'échantillon dans la configuration standard du dispositif. Dans la configuration des essais à hautes vitesses, la cellule de charge conventionnelle est remplacée par un transducteur piézo-électrique appelé SmarTip©, beaucoup plus rigide que la cellule de charge conventionnelle et capable de mesurer les efforts à très hautes fréquences. L'échantillon est supporté dans ce cas par un porte-échantillon rigide (figure 1). Plus d'informations sur le dispositif peuvent être trouvées dans l'article de Guillonnet et al. [5]. Le dispositif est muni d'un contrôleur capable d'échantillonner les données des essais jusqu'à une fréquence de 1 MHz.



2.2 Validation du dispositif pour les hautes vitesses de déformation

2.2.1 Porte-échantillon haute vitesse

La validation préalable du dispositif haute vitesse est nécessaire afin de s'assurer de la fiabilité des mesures réalisées. À l'échelle micromécanique, la raideur du système peut être très sensible aux moindres modifications effectuées et à la fixation de l'échantillon. Les essais sont également très sensibles à l'environnement dans lequel ils sont effectués.

La figure 2a présente des essais d'indentation réalisés à différentes positions sur un même échantillon fixé par vis sur le porte-échantillon standard du dispositif. On peut voir sur ce graphe que pour chaque point d'indentation, la raideur du système est différente. L'échantillon étant de grande taille, ce mode de fixation n'est donc pas adapté pour ce cas. Pour résoudre ce problème, deux solutions sont possibles :

- Usiner un nouveau porte-échantillon sur lequel l'échantillon serait directement collé au lieu d'être fixé par des vis comme pour le porte-échantillon initialement prévu. Cette solution est adaptée quelle que soit la taille de l'échantillon et le point de micro-compression.
- Se limiter à des petits échantillons où les essais mécaniques sont bien situés dans l'axe de fixation.

Nous avons opté pour la première solution. La validation de notre nouveau porte-échantillon a été réalisée via des essais de nanoindentation. La figure 2 montre la comparaison avec le dispositif initial.

Les essais sont réalisés sur le silicium à une vitesse de déformation de 50 s^{-1} à différentes positions sur l'échantillon. Nous remarquons une forte dispersion des résultats avec le porte-échantillon standard contrairement au nouveau porte-échantillon où quelle que soit la position de l'indent les courbes d'indentation sont répétables.

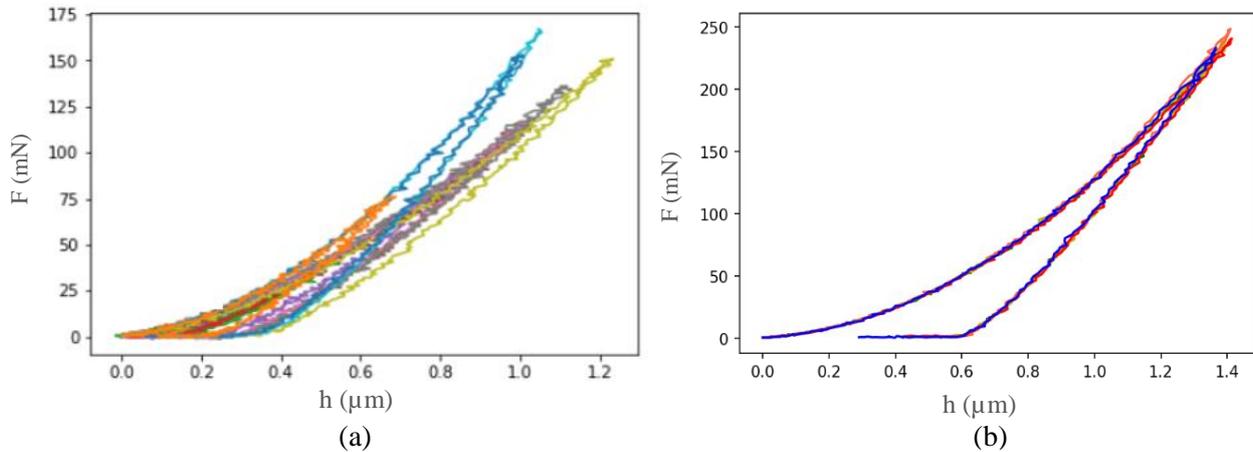


Figure 2. a) Essais réalisés avec le porte-échantillon standard. b) Essais réalisés avec le nouveau porte-échantillon.

2.2.2 Calibration par essais de nanoindentation

La seconde étape de validation a consisté à déterminer la raideur du dispositif haute vitesse et à valider les mesures par des essais réalisés dans la fenêtre commune de vitesses avec le dispositif standard. Ces essais ont été réalisés sur un échantillon de silice (figure 3).

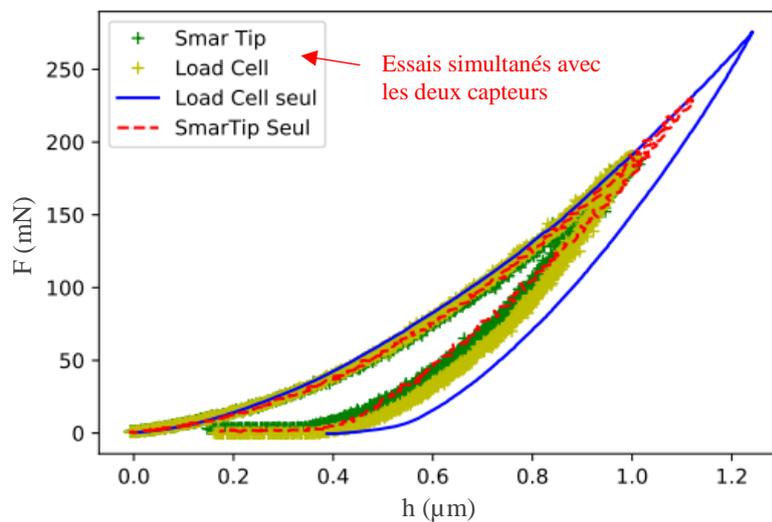


Figure 3. Comparaison des mesures force-déplacement des dispositifs standard et haute vitesse lors d'essais d'indentation dans la fenêtre commune de vitesses de chargement.

2.2.3 Performances du dispositif en micro-compression

Pour finir, des essais de micro-compression ont été réalisés à des vitesses de déformation allant jusqu'à 1000 s^{-1} pour tester la haute vitesse proprement dite et mesurer les limites du dispositif pour une taille de piliers donnée.

Les essais ont été réalisés dans un Microscope Electronique à Balayage (MEB). L'essai de micro-compression consiste à comprimer à l'aide d'un poinçon plat des piliers du matériau pour extraire des données locales de force et déplacement, et en déduire la relation contrainte-déformation en compression. Pour comprimer les piliers à une vitesse de déformation constante il est important d'utiliser un profil de déplacement proportionnel. Cependant, à haute vitesse, l'activation des fréquences de résonance du système est un phénomène qui peut être observé et qui peut rendre inexploitable les résultats de l'essai. Pour les éviter, il est important de réaliser des essais dans le vide à plusieurs vitesses de déformation différentes pour détecter quelle est l'accélération critique de la tête de l'indenteur [2].

Le profil de chargement peut être adapté en cas d'apparition de la résonance en début de charge et décharge où les accélérations sont les plus importantes lors d'un essai. Dans ce cas, deux types de solutions sont possibles, soit générer un profil de chargement permettant d'accélérer progressivement pendant la compression, ce qui ne permet toutefois pas d'obtenir une vitesse de déformation constante, soit générer un profil de chargement permettant d'atteindre la vitesse souhaitée avant contact avec le pilier (figure 4) comme proposé par Breumier et al [2]

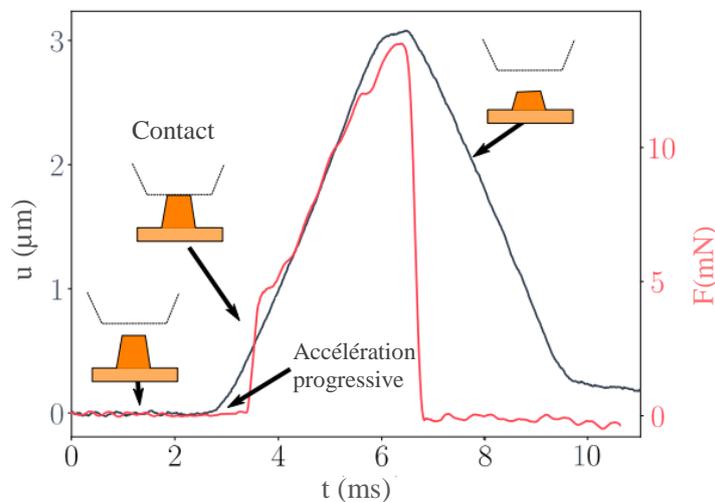


Figure 4. Profil de déplacement permettant d'accélérer progressivement l'indenteur et d'atteindre la vitesse de déformation souhaitée avant contact avec le pilier .

Sur la figure 5 sont présentées les courbes contrainte-déformation, obtenues sur des micro-piliers de silice de diamètre 5 microns pour des vitesses de déformation allant jusqu'à 1000 s^{-1} . La géométrie exacte des micro-piliers ainsi que la méthode de calcul des contraintes vraies et déformations vraies sont présentées dans l'article de Kermouche et al [8]. Les résultats sont répétables et en très bon accord avec ceux de la littérature concluant sur une faible sensibilité à la vitesse de déformation de la silice [4]. L'ensemble de ces résultats confirme la fiabilité de notre système pour les hautes vitesses de déformation.

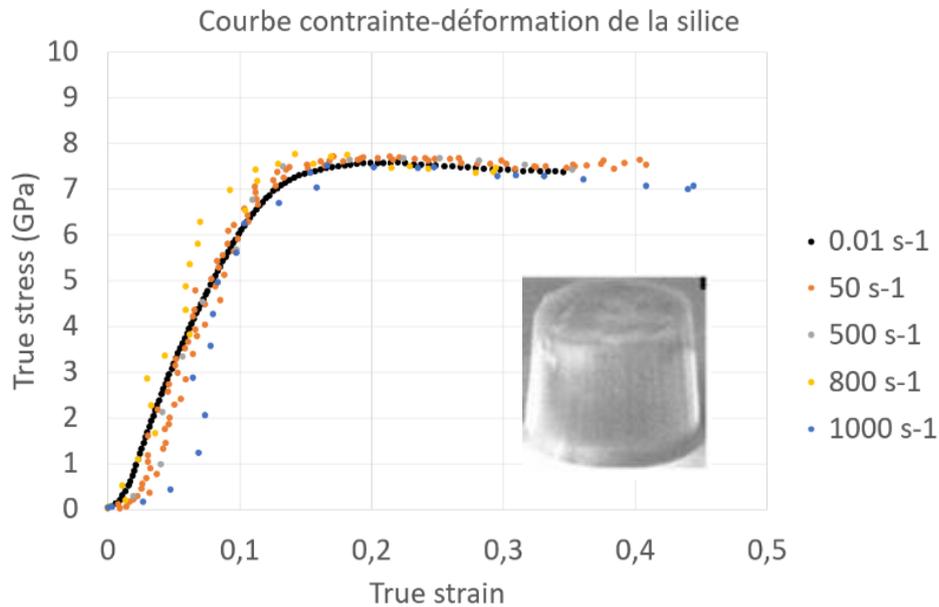


Figure 5. Essais de micro-compression sur la silice à différentes vitesses de déformation (jusqu'à 1000 s^{-1}).

3 Application sur des monocristaux de cuivre

3.1 Matériaux et géométries des piliers

Les essais ont été réalisés sur des monocristaux de cuivre (Cu) d'orientation cristalline [100] et [110]. Les piliers sont usinés par FIB. Dans un 1^{er} temps, un fort courant (30 kV, 2.5 A) est appliqué pour creuser la cavité du pilier et définir la préforme du pilier. Ensuite, un faible courant (30 kV, 80 pA) est appliqué pour affiner la géométrie du pilier. Le ratio de taille visé pour chaque pilier est 1:2 comme recommandé dans la littérature [9] pour éviter le flambement des piliers lors des essais. Pour étudier l'effet de taille, deux diamètres de piliers ont été testés pour chaque échantillon : 4 et 8 μm de diamètre pour le Cu [100] et 6 et 8 μm pour le Cu [110]. Les dimensions exactes des piliers du Cu [100] sont indiquées dans le tableau 1.

	Pilier A		Pilier B		Pilier C		Pilier D	
	Visé	Réel	Visé	Réel	Visé	Réel	Visé	Réel
D (μm)	4	3,6	4	3,5	8	9,5	8	9,1
H (μm)	8	7,8	8	6,8	16	17	16	17
D/H	0,5	0,46	0,5	0,5	0,5	0,56	0,5	0,53

Tableau 1. Dimensions des piliers du Cu [100].

3.2 Résultats

Les résultats sont présentés sur les figures 6 et 7. Ils montrent pour le Cu [100] un certain effet de taille, notamment sur la limite d'élasticité. Ce résultat est cohérent avec celui de Breumier et al. [2]. Pour l'orientation [110], cet effet est quasi-négligeable (figure 7). Cependant le rapport de taille entre les piliers étant inférieur à ceux de l'orientation [100], il est difficile de conclure définitivement sur l'effet de taille dans la direction [110].

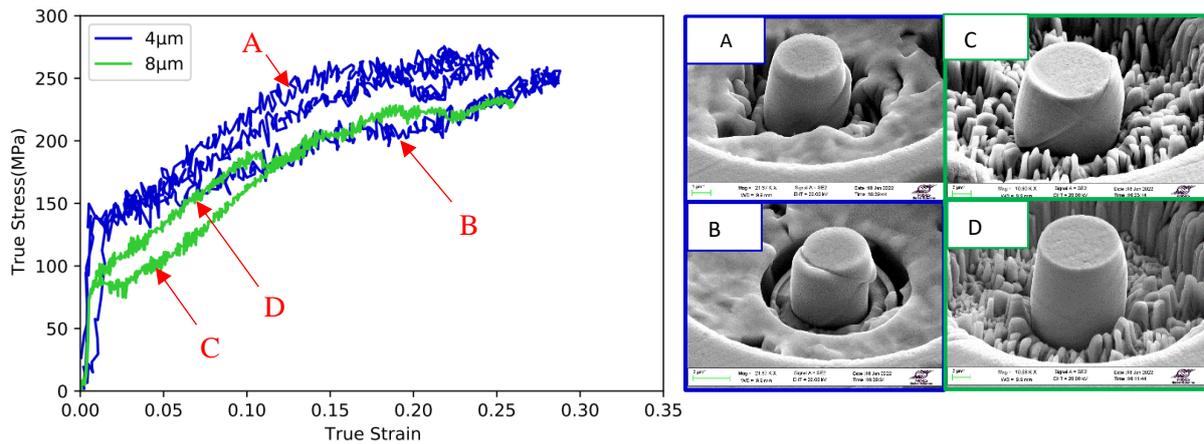


Figure 6. À gauche - courbes contrainte-déformation du Cu [100]. À droite - images MEB des piliers après compression. Un seul plan de glissement est activé pour les piliers A et D tandis que deux plans de glissements sont activés pour les piliers B et C.

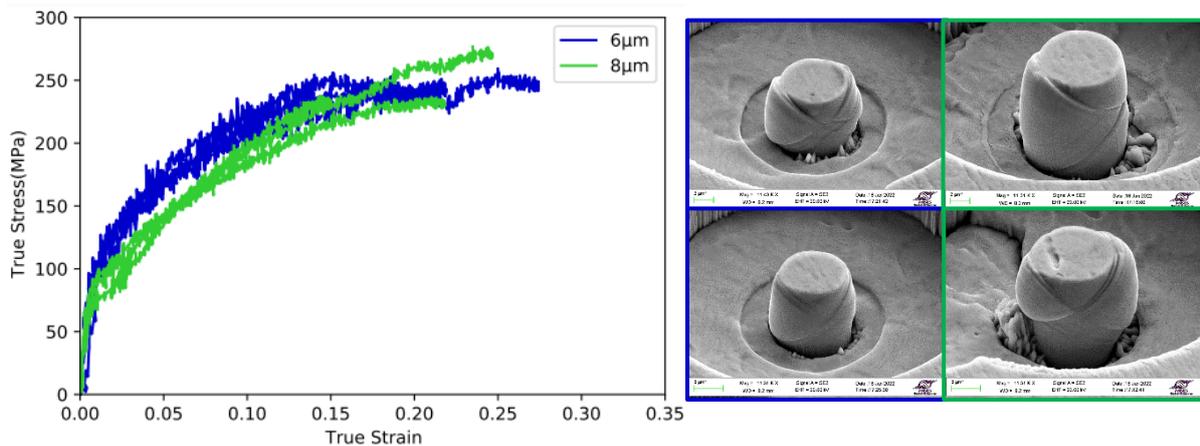


Figure 7. À gauche - courbes contrainte-déformation du Cu [110]. À droite - images MEB des piliers après compression. Deux plans de glissements sont activés pour tous les piliers.

La figure 6 révèle que la déformation plastique semble dépendre directement du nombre de plans de glissement qui s'activent dans le matériau. Ainsi, les piliers où deux plans de glissement ont été activés présentent de faibles niveaux de contraintes comparés aux piliers avec un seul plan de glissement activé. Nous n'avons pas à l'heure actuelle d'explication convaincante de l'activation ou non d'un plan de

glissement pour cette orientation [100]. En effet, nous observons au maximum deux plans de glissement s'activant lors des essais, ce qui a déjà pu être noté par Breumier et al. [2]. Cependant une étude purement géométrique reposant sur le facteur de Schmid indique que 4 plans de glissement impliquant 8 systèmes de glissement pourraient s'activer (figure 8). Dans l'orientation [110] les deux plans de glissement qui s'activent systématiquement sont conformes aux prévisions via le facteur de Schmid, ce qui explique probablement la très bonne répétabilité des résultats obtenus.

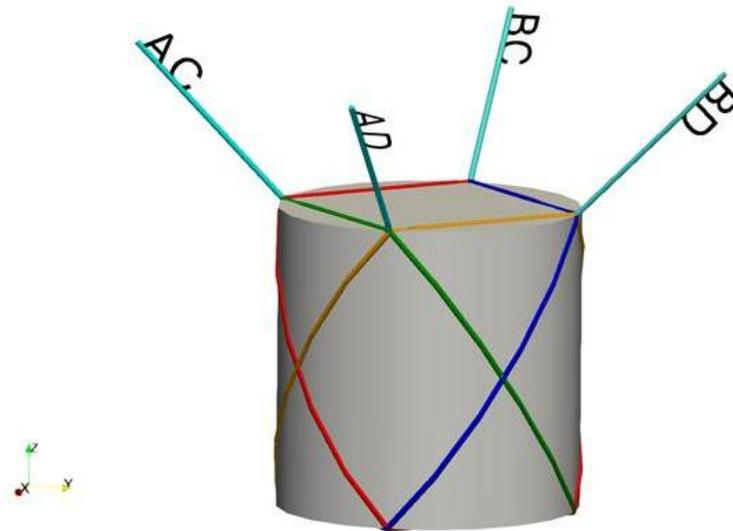


Figure 8. Plans de glissement susceptibles d'être activés dans le Cu [100] en compression uniaxiale. Seuls les traces des plans et les orientations des vecteurs de Burgers sont représentés.

4 Conclusion et perspectives

Dans ce travail, le dispositif d'essai micromécanique a été présenté et validé pour des vitesses de déformations allant jusqu'à 1000 s^{-1} en compression uniaxiale. Les premiers résultats obtenus avec la silice sont en accord avec les données de la littérature. Les essais de micro-compression réalisés sur le cuivre ont montré un effet de taille plus ou moins marqué en fonction de l'orientation cristalline. Cependant, une certaine dispersion des résultats dans le domaine plastique des piliers orientés selon [100] est observée, contrairement aux piliers orientés dans la direction [110]. Nous supposons que cette dispersion est associée aux phénomènes d'activation des systèmes de glissement. Afin d'interpréter ces résultats, nous aurons recours prochainement à la simulation numérique par DDD (Dynamique des Dislocations Discrètes) pour étudier les interactions entre dislocations en lien avec l'effet de vitesse de déformation. Dans la suite, l'application sur les monocristaux de cuivre sera poursuivie dans le but d'étudier plus en détails les effets de taille en fonction de la vitesse de déformation et de l'orientation du cristal.

Références

- [1] D. Tumbajoy-Spinel, S. Descartes, J.-M. Bergheau, V. Lacaille, G. Guillonéau, J. Michler, G. Kermouche, Assessment of mechanical property gradients after impact-based surface treatment: application to pure α -iron, *Materials Science & Engineering A* 667 (2016) 189–198

- [2] S. Breumier, S. Sao-Joao, A. Villani, M. Lévesque b, G. Kermouche, High strain rate micro-compression for crystal plasticity constitutive law parameters identification, *Materials and Design* 193 (2020) 108789
- [3] R. Ramachandramoorthy, S. Kalácskaa, G. Poras, J. Schwiedrzika , T. E.J. Edwards, Xavier Maeder, Thibaut Merlee, Giorgio Ercolanoe , Wabe W. Koelmans, Johann Michler, Anomalous high strain rate compressive behavior of additively manufactured copper micropillars, *Scripta Materialia* 54 (2) (2006) 181–186
- [4] G. Guillonneau, S. Sao Joao, B. Adogou, et al., Plastic Flow Under Shear-Compression at the Micron Scale-Application on Amorphous Silica at High Strain Rate, *JOM* (2022), <https://doi.org/10.1007/s11837-021-05142-7>
- [5] G. Guillonneau, M. Mieszala, et al. J. Wehrs, J. Schwiedrzik , S. Grop, D. Frey, L. Philippe, J-M Breguet, J. Michler, J. Wheeler, Nanomechanical testing at high strain rates: New instrumentation for nanoindentation and microcompression, *Materials and Design*, 148, pp. 39-48,(2018).
- [6] D. Kiener, P.J. Guruprasad, S.M. Keralavarma, G. Dehm, A.A. Benzerga, Work hardening in micropillar compression: In situ experiments and modeling, *Acta Materialia* 59 (2011) 3825–3840
- [7] C. A. Volkert & E. T. Lilleodden (2006), Size effects in the deformation of sub-micron Au columns, *Philosophical Magazine*, 86:33-35, 5567-557
- [8] G. Kermouche, G. Guillonneau, J. Michler, J. Teisseire, E. Barthel, Perfectly plastic flow in silica glass, *Acta Materialia*, Volume 114, 1 August 2016, Pages 146-153
- [9] H. Zhang, B.E. Schuster, Q. Wei , K.T. Ramesh, The design of accurate micro-compression experiments, *Scripta Materialia* 54 (2006) 181–186