

Compression *in situ* de nano-particules céramiques : Microscopie Electronique en Transmission (MET) et modélisation

I. Issa^{1,2*}, L. Joly-Pottuz¹, J. Réthoré², J. Amodeo¹, C. Esnouf¹, J. Morthomas¹, J. Chevalier¹
et K. Masenelli-Varlot¹

¹ MATEIS, UMR CNRS 5510, INSA-Lyon, 69621 Villeurbanne, France

² LAMCOS, UMR CNRS 5259 INSA-Lyon, 69621 Villeurbanne, France

*inas.issa@insa-lyon.fr ; Téléphone : 04 72 43 70 33

1. INTRODUCTION

Les matériaux micro- et nanométriques comme les fils, les films minces, les piliers et les particules ont suscité un intérêt considérable ces dernières années car ils présentant des propriétés mécaniques surprenantes. Ces systèmes montrent une limite d'élasticité bien supérieure à celle des matériaux massifs et une réponse élastique dépendante de la taille [1]. A l'origine de ce comportement, plusieurs mécanismes potentiels sont proposés comme la nucléation de dislocations en surfaces, la troncation ou encore l'appauvrissement des sources actives. De plus, la nature même des mécanismes peut devenir dépendante de la taille comme le montre la transition d'une plasticité via des dislocations parfaites (échelle macroscopique) vers l'activation de dislocations partielles, ou encore la formation de macles, à l'échelle nanométrique dans certains métaux.

La majeure partie des études récentes sur les nano-objets a été dédiée aux métaux de structure cubique à faces centrées. Ce n'est que dernièrement que davantage de travaux ont visé les métaux de structure cubique centré, hexagonale ou les alliages complexes. Les travaux expérimentaux de Korte *et al.* [2], sur des piliers de MgO, et les travaux de Calvié *et al.* [3], sur des nano-particules d'alumine de transition, ont montré que ces céramiques classiques, bien que réputées pour leur caractère fragile sous leur forme massive, présentaient des propriétés mécaniques comparables (notamment en terme de ductilité) à celles des métaux aux petites échelles. Une meilleure compréhension des processus mécaniques, qui agissent aux petites échelles dans ces matériaux, permettrait d'optimiser leur mise en forme et d'adapter leur utilisation.

Dans cette étude nous proposons un protocole d'observation des nanoparticules céramiques par nano-compression *in situ* en Microscopie Electronique en Transmission (MET) afin de caractériser les propriétés mécaniques de nano-particules céramiques dont la taille caractéristique est de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres. L'analyse des résultats est assistée par des méthodes de corrélation d'images numériques et est complétée par des simulations en dynamique moléculaire.

Nous appliquerons cette méthode à des nano-cubes de MgO, une céramique modèle dont la plasticité est bien connue dans le matériau massif [4], synthétisés par la combustion de fragments de Mg.

2. RESULTATS

2.1 Conditions expérimentales:

Les essais de nano-compression sont effectués avec un porte-objet dédié (Nanofactory Instruments), adapté sur un microscope JEOL 2010F (tension 200 kV). Le porte-objet est équipé d'une pointe tronquée de $0.5\mu\text{m} \times 0.5\mu\text{m}$ de surface et un capteur de force (force maximum 3mN) ; cet ensemble restant fixe. Les nanoparticules d'alumine sont déposées sur un substrat de saphir d'une épaisseur $75\mu\text{m}$. L'échantillon est mis en déplacement contrôlé (0.5 nm/s) vers la pointe durant les compressions. Les réglages sont optimisés de façon à obtenir des mesures de la force normale appliquée durant la compression.

Les images des essais sont directement enregistrées avec une camera Gatan Orius 200 et des vidéos de la compression sont acquises avec le logiciel CamStudio.

2.2 Déformation des nano-cubes MgO: large ductilité

Les essais de nano-compression montrent que les nano-cubes de MgO se déforment de façon homogène jusqu'à de grandes déformations (>50%) sans fissure apparente. L'analyse des résultats et des images des essais *in situ* MET couplée à des simulations de dynamique moléculaire montre que la plasticité est gouvernée par la nucléation et le glissement de dislocations de type $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle \{110\}$. Ceci explique la formation de bandes de contrastes orientées à 45° de la surface des cubes orientés selon la direction [001]. [5]

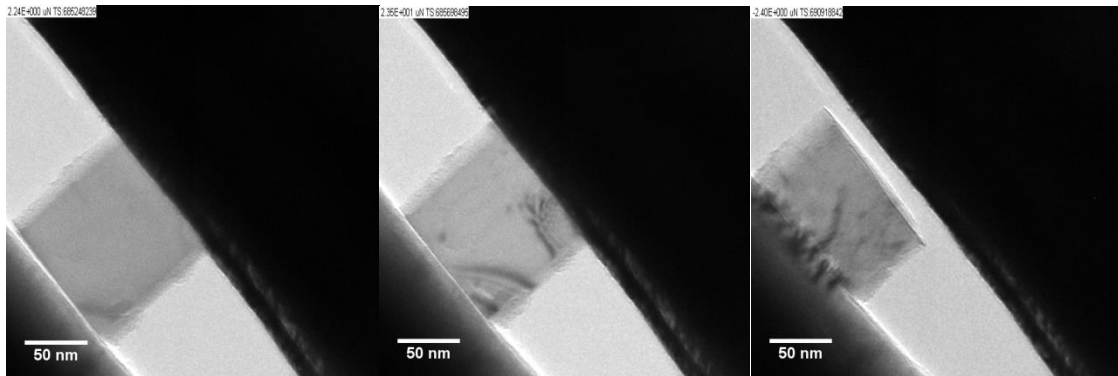


Figure 1. Images TEM d'un nanocube de MgO avant, pendant et après nano-compression.

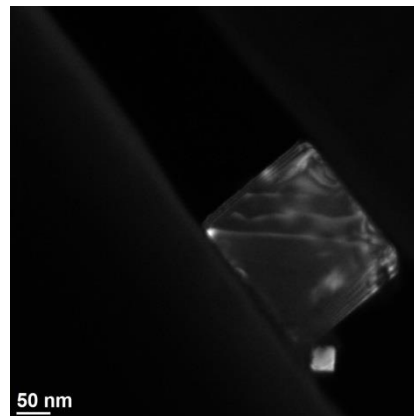


Figure 2. Images MET champ sombre d'un nanocube de MgO pendant un essai *in situ* de nano-compression avec des bandes de contrastes orientées à 45° par rapport à la surface (001).

2.3 Effet de taille sur la limite d'élasticité:

Plusieurs essais de nano-compression *in situ* ont été réalisés sur des cubes de MgO avec de tailles comprises entre 60 nm et 450 nm. En traçant la limite d'élasticité en fonction de la taille des nanocubes, on observe un effet de taille sur la limite d'élasticité. La limite d'élasticité augmente avec la diminution de la taille des nano-cubes.

3. CONCLUSION

Les essais de nano-compression *in situ* MET ont permis de mettre en évidence des comportements ductiles pour des matériaux fragiles à l'échelle macroscopique. Un dépouillement des images et des courbes force-déplacement couplé à des expériences de simulation numérique a permis d'identifier un mécanisme de plasticité par nucléation et glissement de dislocations dans le cas de nanocubes de MgO.

REFERENCES

- [1] Kraft O. et al. Annual Review of Materials Research **40**, 293-317 (2010)
- [2] Korte et al. Acta Materialia **59**, 7241-54 (2011)
- [3] Calvie et al. Journal of the European Ceramic Society **32**, 2067-71 (2012)
- [4] Amodeo et al. Acta Materialia **59**, 2291-2301 (2011)
- [5] Issa et al. Acta materialia **86**, 295-304(2015)