

Influence de l'oxydation sur la trempe des lacunes dans le nickel - durcissement du a la trempe

G. Michot, B. Deviot

► **To cite this version:**

G. Michot, B. Deviot. Influence de l'oxydation sur la trempe des lacunes dans le nickel - durcissement du a la trempe. *Revue de Physique Appliquée, Société française de physique / EDP*, 1977, 12 (12), pp.1815-1817. 10.1051/rphysap:0197700120120181500 . jpa-00244407

HAL Id: jpa-00244407

<https://hal.archives-ouvertes.fr/jpa-00244407>

Submitted on 1 Jan 1977

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.

REVUE DE PHYSIQUE APPLIQUÉE

Classification
Physics Abstracts
61.70

INFLUENCE DE L'OXYDATION SUR LA TREMPÉ DES LACUNES DANS LE NICKEL — DURCISSEMENT DU A LA TREMPÉ

G. MICHOT et B. DEVIOT

Laboratoire de Physique du Solide (*) ENSMIM,
Parc de Saurupt, 54042 Nancy Cedex, France

(Reçu le 8 juillet 1977, accepté le 5 septembre 1977)

Résumé. — L'étude de la trempe des lacunes dans le nickel montre d'une part l'influence de l'oxydation sur l'efficacité de la trempe, et d'autre part que l'agglomération des lacunes en cours de trempe conduit à une augmentation de la limite élastique du matériau.

Abstract. — The study of quenched vacancies in nickel shows 1) that the quenching efficiency is influenced by oxidation and 2) that the vacancy clustering during the quench gives rise to an increase of the yield stress.

1. **Introduction.** — Les précédentes études sur la trempe des lacunes dans le nickel effectuées par résistivité électrique [1, 2, 3, 4, 5] signalent la présence d'un stade de guérison des défauts trempés situé au-dessus de 800 K, correspondant à l'élimination d'environ la moitié de l'excédent de résistivité dû à la trempe. Cet excédent est souvent faible, ce qui conduit à émettre l'hypothèse qu'une fraction importante des lacunes s'agglomère pendant la trempe [4]. Ce point n'a toutefois pas pu être vérifié directement par des observations en microscopie électronique, [3, 7, 8, 9, 10] ce qui laisse supposer que les amas formés sont très petits. S'il en est ainsi et si ces amas sont suffisamment nombreux, ils sont susceptibles d'avoir une influence sur les propriétés mécaniques du matériau. L'objectif du présent travail a donc été de mener une étude comparative de l'effet des lacunes retenues par trempe, d'une part sur la résistivité du nickel, et d'autre part sur ses propriétés mécaniques.

2. **Techniques expérimentales.** — Les échantillons utilisés sont des fils de 50 micromètres de diamètre. Après tréfilage, ces fils sont recuits 30 min. à 1 373 K sous atmosphère d'hélium, ce qui leur confère une structure bambou avec une longueur de grain de 60 micromètres en moyenne. Le temps de recuit est suffisamment court pour éviter une oxydation appréciable de l'échantillon ainsi qu'on a pu s'en assurer par microscopie à balayage. Le matériau et le dispositif expérimental employé pour effectuer les traitements

thermiques sont les mêmes que ceux utilisés par Scherrer [4], à la différence près que dans notre cas, l'ampoule à rodage permet d'effectuer une trempe sur quatre échantillons à la fois, puis de faire subir à chacun des traitements thermiques différents (Fig. 1). Ainsi tous les échantillons partent du même état après trempe de sorte que la comparaison de leurs propriétés mécaniques est alors significative.

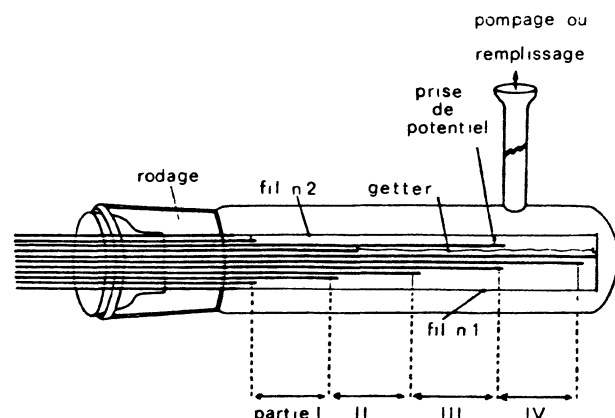


FIG. 1. — Ampoule utilisée pour les traitements thermiques des fils, échantillon (n° 1) et témoin (n° 2).

[The ampoule used for thermal treatments of the sample (n° 1) and of the reference sample (n° 2).]

Les essais mécaniques sont effectués à une vitesse de déformation $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ à la température ambiante. On caractérise le durcissement par la différence $\Delta\sigma_c$ de contrainte d'écoulement à une déformation de

(*) Laboratoire associé au C. N. R. S.

1 %, entre le matériau trempé et le matériau trempé et recuit. L'ensemble des essais que nous avons effectués nous a conduit à penser que l'erreur absolue commise sur $\Delta\sigma_t$ est inférieure ou égale à 2 MN/m².

3. Influence de l'oxydation sur les effets de trempé. —

Les échantillons sont soumis à des cycles thermiques représentés sur la figure 2a. La figure 2b montre l'évolution au cours du temps de la résistance électrique R à 77 K d'un échantillon soumis à des trempes successives depuis 1 573 K, suivies de recuits prolongés à 1 373 K. On voit que l'excès de résistance après trempé $R_B - R_A$, $R_D - R_C$, etc... diminue d'une trempé à l'autre, tandis que la résistance de base (R_A , R_C , etc...) augmente progressivement. Ces deux effets sont très probablement dus à une lente oxydation de l'échantillon, puisque nous ne les avons pas observés sur des fils recuits en ampoule scellée dans une atmosphère d'hélium ultra pur. La formation d'une couche d'oxyde a vraisemblablement pour conséquence, d'une part de diminuer la section de l'échantillon, d'autre part de modifier l'efficacité de la surface en tant que source et puits de lacunes. En fait on peut expliquer de plusieurs façons la diminution de l'effet de trempé au cours du temps. Comme l'oxydation du nickel produit des lacunes à l'interface métal-oxyde [6], on peut d'abord penser que la quantité de lacunes injectées dans l'échantillon par l'oxydation durant le recuit de 5 s précédant la trempé à 1 573 K décroît d'une trempé à l'autre en

raison de la diminution progressive de la vitesse d'oxydation. Mais on peut également concevoir que la formation de la couche d'oxyde entraîne une augmentation de la densité de dislocations dans l'échantillon, soit par déformation plastique due aux contraintes d'accommodation à l'interface métal-oxyde, soit par montée et multiplication des dislocations du réseau de Frank, soit par formation de boucles lacunaires ; les dislocations ainsi formées constituent alors des puits de plus en plus nombreux sur lesquels les lacunes peuvent s'éliminer au cours de la trempé.

Sur la figure 2c, on a reporté la variation de l'excès de résistivité après trempé $\Delta\rho_t$ déduit de la figure 2b. La figure 2d donne l'évolution du durcissement $\Delta\sigma_t$ correspondant, en fonction du temps de traitement. On constate que les deux courbes évoluent de façon analogue. Comme des études antérieures [1-5] ont montré qu'une grande partie de la résistivité trempée était probablement due à de petits amas de lacunes, on voit que $\Delta\sigma_t$ est bien directement corrélé avec le nombre des amas présents après trempé.

4. Restauration des effets de trempé. —

Pour étudier la restauration de la résistivité trempée et des propriétés mécaniques après trempé, tout en s'affranchissant au

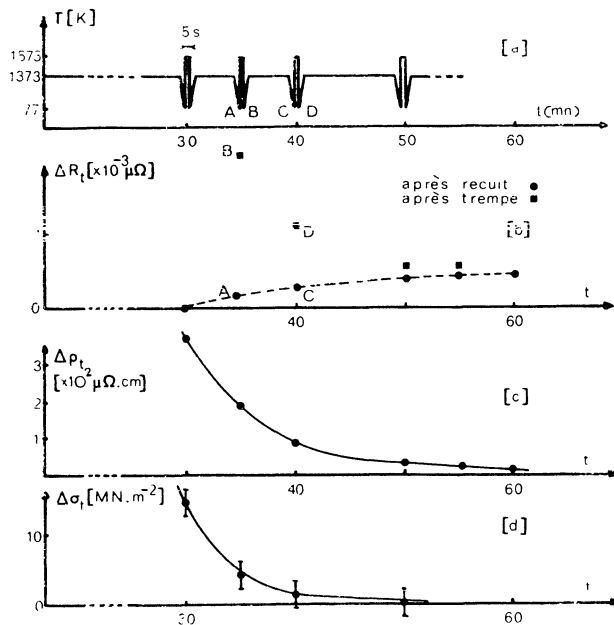


FIG. 2. — a) Evolution des traitements de trempé et recuit au cours du temps. b) Evolution pendant le même temps, de la résistance de l'échantillon mesurée à 77 K ($\times 10^{-3} \mu\Omega$) c) Evolution de l'excédent de résistivité dû à la trempé $\Delta\rho_t (\times 10^2 \mu\Omega \cdot \text{cm})$. d) Evolution du durcissement dû à la trempé $\Delta\sigma_t (\text{MN/m}^2)$.

[a) The quenching and annealing treatments cycle. b) The variations of sample's resistance versus time at 77 K ($\times 10^{-3} \mu\Omega$). c) The changes of $\Delta\rho_t$ due to quenching ($\times 10^{+2} \mu\Omega \cdot \text{cm}$). d) The variation of hardening $\Delta\sigma_t$ due to quenching (MN/m^2).

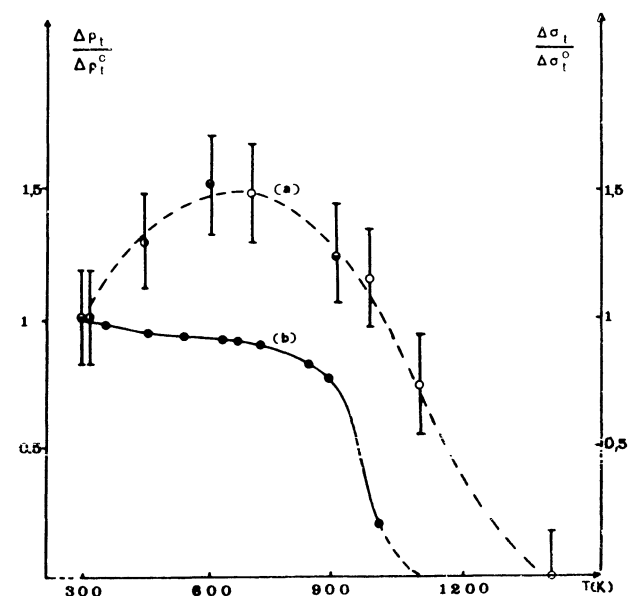


FIG. 3. — Courbes de revenus isochrones des défauts trempés. La courbe (a) a été obtenue après trempé depuis 1 573 K, par des mesures de résistivité. L'excédent mesuré $\Delta\rho_t^0$ juste après trempé est de $5,5 \times 10^{-2} \mu\Omega \cdot \text{cm}$. La courbe (b) a été obtenue après trempé depuis 1 623 K, par des mesures de durcissement. Le durcissement initial $\Delta\sigma_t^0$ vaut 20 MN/m², pour des essais effectués à la température ambiante. Les mesures de durcissement obtenues à partir d'un même fil, sont représentées par le même symbole.

[Isochronal annealing curves of the quenched-in defects : a) the resistivity of quenched samples, $T_q = 1 573 \text{ K}$. Just after quenching, $\Delta\rho_t^0$ is equal to $5,5 \times 10^{-2} \mu\Omega \cdot \text{cm}$. b) the hardening of quenched samples, $T_q = 1 623 \text{ K}$. Initial hardening $\Delta\sigma_t^0$ is 20 MN/m² at room temperature. Hardening measurements obtained from the same sample are represented by the same symbol.]

maximum des effets parasites dus à l'oxydation, on a utilisé des échantillons ayant subi une seule trempe après recuit standard de 30' à 1 373 K. Une série de recuits isochrones [11] de 5" effectués à différentes températures permet alors de déterminer l'évolution en fonction de la température du rapport $\Delta\rho_i/\Delta\rho_i^0$ de l'excès de résistivité résiduel après recuit à la température T à l'excès de résistivité mesuré tout de suite après trempe. On détermine de même les rapports $\Delta\sigma_i/\Delta\sigma_i^0$ correspondants.

Les résultats sont portés sur la figure 3. En ce qui concerne la résistivité, la courbe obtenue a l'aspect précédemment décrit [5], l'amplitude des stades étant toutefois différente. Le stade de restauration principal situé à 950 K est généralement attribué à la disparition des amas formés pendant la trempe ou lors du recuit dans le premier stade [4, 5]. La restauration des propriétés mécaniques suit une évolution qualitativement analogue. Toutefois on note deux différences importantes :

a) aux températures inférieures à 600 K le durcissement croît avec la température alors que la résistivité présente seulement une faible décroissance avec un léger stade vers 400 K. Ceci laisse à penser que, bien que les défauts restent en nombre à peu près constant dans ce domaine de température, ils se réarrangent

dans le sens de la formation d'amas (petites boucles lacunaires par exemple) constituant des obstacles de plus en plus efficaces au mouvement des dislocations ;

b) le stade de restauration du durcissement est très étendu et se situe à une température supérieure d'environ 100 K à celle du stade correspondant en résistivité (un tel décalage a déjà été observé dans le cuivre [13] et dans l'or [14]).

Ce qui précède montre que le durcissement observé pourrait être attribué aux amas de lacunes formés en majeure partie pendant la trempe. Le durcissement maximal observé est de 30 MN/m². Pour rendre compte de cet ordre de grandeur à partir des modèles de durcissement proposés pour les différents défauts de trempe [12], il faut supposer que la contribution principale au durcissement vient de boucles prismatiques nombreuses et de tailles trop faibles pour être identifiées sans ambiguïté par microscopie électronique ; ce point est en accord avec le travail de Lozes [3] qui a observé quelques boucles prismatiques parfaites et des points noirs dans du nickel de même origine que le nôtre. Pour donner un ordre de grandeur, indiquons qu'une population de 4×10^{16} boucles par cm³ de 20 Å de diamètre, correspondant à une concentration de $2,5 \times 10^{-5}$ lacunes retenues, provoquerait un durcissement de 12 MN/m⁻².

Bibliographie

- [1] WUTTIG, M., BIRNBAUM, H. K., *J. Phys. Chem. Sol.* **27** (1966) 225.
 [2] MUGHRABI, H., SEEGER, A., *Phys. Stat. Sol.* **19** (1967) 251.
 [3] LOZES, G., thèse de Docteur Ingénieur, Nancy (1969).
 [4] SCHERRER, S., DEVIOT, B., *J. Physique* **33** (1972) 895.
 [5] WYCISK, W., FELLER-KNIEPMEIR, *Phys. Stat. Sol.* **37** (1976) 183.
 [6] BERRY, L., Rapport CEA-R-3470 (1969).
 [7] SMALLMANN, R. E., WESTMACOTT, K. H., COLLEY, J. H., *J. Inst. Met.* **88** (1959) 127.
 [8] MADER, S., SEEGER, A., SIMSCH, E., *Z. Metallkd.* **52** (1961) 785.
 [9] GREENFIELD, I. G., WILSDORF, H. G. F., *J. Phys. Soc. Japan* **18** (1963) III 20.
 [10] LORETTO, M. H., CLAREBROUGH, L. M., *Phil. Mag.* **15** (1967) 134.
 [11] QUERE, Y., *Défauts ponctuels dans les métaux* (Masson & Cie, Editeurs), 1967.
 [12] KIMURA, H., MADDIN, R., *Defects in crystalline solids* (North Holland Pub. Comp.) 1971. Vol. 3.
 [13] KIMURA, H., HASIGUTI, R. R., *J. Phys. Soc. Japan* **17** (1962) 1724.
 [14] MESHII, M., KAUFFMANN, J. W., *Phil. Mag.* **5** (1960) 687-939.