

Classification
Physics Abstracts
62.20H

FLUAGE DE MONOCRISTAUX DE NiO

J. CABRERA-CANO, A. DOMINGUEZ-RODRIGUEZ, R. MARQUEZ

Departamento de Optica, Facultad de Ciencias, Universidad, Sevilla, Espagne

et J. CASTAING

Laboratoire de Physique des Matériaux, C.N.R.S. Bellevue, 92190 Meudon, France

(Reçu le 9 août 1978, accepté le 13 octobre 1978)

Résumé. — Des expériences de compression à charge constante, selon $\langle 100 \rangle$, ont été réalisées sur des monocristaux de NiO. Les contraintes utilisées vont de 50 MPa à 120 MPa et les températures de 950 °C à 1 200 °C. L'énergie d'activation du fluage suggère que la diffusion de l'oxygène joue un rôle prédominant sur la cinétique de déformation plastique.

Abstract. — NiO single crystals have been subjected to constant-load compressive creep along $\langle 100 \rangle$. Stresses between 50 MPa and 120 MPa and temperatures between 950 °C and 1 200 °C were studied. The activation energy observed suggests that oxygen diffusion is the rate-controlling process.

1. Introduction. — L'oxydation des métaux dépend des propriétés de la couche d'oxyde qui se forme, en particulier de ses propriétés mécaniques. C'est pourquoi l'étude de la déformation plastique à chaud des oxydes de métaux de transition a été entreprise, par exemple celle de l'oxyde de nickel NiO [1, 2], seul oxyde du système nickel-oxygène. Après une étude à basse température sur des monocristaux [3], nous avons abordé le domaine des températures supérieures à 1 000 °C (0,56 fois la température de fusion) en vue d'explorer le régime stationnaire de la déformation plastique par fluage. L'objectif est, en particulier, d'étudier l'incidence de la diffusion sur les mécanismes de la déformation plastique à chaud.

2. Techniques expérimentales. — Les monocristaux de haute pureté (99,99 %) sont préparés selon la même procédure que celle utilisée précédemment [3]. Les éprouvettes de compression de dimensions $2,2 \times 2,2 \times 5,8 \text{ mm}^3 (\pm 0,1 \text{ mm})$ ont toutes leurs faces de type $\{100\}$; elles sont recuites à 1 200 °C dans l'air pendant 50 heures après découpe.

Les expériences de fluage à charge constante ont été réalisées dans l'air dans une machine de compression décrite en détail dans [4]. Avant déformation, les éprouvettes sont recuites dans la machine pendant 15 à 20 heures afin d'établir l'équilibre thermodynamique.

3. Résultats et discussion. — Des expériences de fluage ont été exécutées pour des contraintes nominales allant de 50 MPa à 120 MPa ($\mu/2$ 700 à $\mu/1$ 125) et des températures de 950 °C à 1 200 °C (0,54 à 0,65 T_F) dans l'air. A la fin de l'expérience, les éprouvettes ont la forme de barillet symétrique; deux des faces ne se déforment pas, ce qui montre que la déformation est plane. De nombreux monocristaux soumis à ce type d'essai ont le même comportement [5].

La figure montre deux courbes tracées dans les axes $\log \dot{\epsilon} - \epsilon$ (ϵ déformation plastique vraie). A charge et température fixes, la vitesse de fluage diminue très fortement lorsque la déformation augmente, ce qui correspond à une forte consolidation. Ce résultat ne

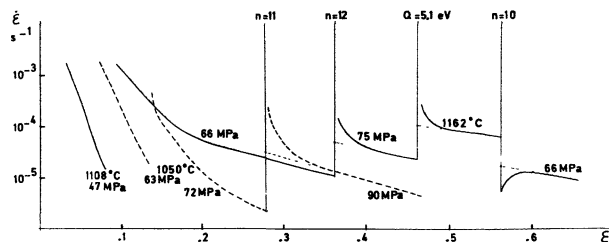


FIG. 1. — Courbes de fluage de monocristaux de NiO montrant des sauts de contrainte et de température.

[Creep curves of NiO single crystals showing stress and temperature changes.]

traduit pas le même comportement mécanique que celui observé lors de la déformation à vitesse constante ($\dot{\varepsilon} \simeq 6 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) où la contrainte passe de 20 à 30 MPa pour 10 % de déformation à 1 122 °C [3]; la mise en charge instantanée utilisée en fluage provoque une déformation à grande vitesse ($\dot{\varepsilon} \sim 10^{-1} \text{ s}^{-1}$) qui durcit considérablement le cristal.

Les résultats sont analysés à l'aide de la loi phénoménologique du fluage restauration [6] :

$$\dot{\varepsilon} = A\sigma^n \exp - \frac{Q}{kT}$$

où n est l'exposant de contrainte et Q l'énergie d'activation du fluage.

Le fluage stationnaire n'apparaît que lorsque la déformation est symétrique [7]. Entre autres caractéristiques, il se manifeste dans les courbes $\log \dot{\varepsilon} - \varepsilon$ par une diminution de la valeur absolue de la pente qui devient, en principe, égale à n [8]. Cette cassure apparaît pour une déformation de 0,4 à 1 000 °C et 0,2 à 1 200 °C. L'exposant n a été déterminé par sauts de contrainte (figure) sans tenir compte du transitoire qui suit le redémarrage du fluage [8]. Il est beaucoup plus faible dans le domaine stationnaire ($n = 11,6 \pm 1,3$) que dans le transitoire. Cette valeur est, toutefois, assez grande par rapport à celles que prévoient les modèles [6].

L'énergie d'activation Q a été déterminée par saut de température (figure), en attendant 15 à 20 heures avant de redémarrer le fluage afin d'atteindre l'équilibre thermodynamique [8]. La valeur de Q est de $5 \pm 0,7 \text{ eV}$.

Les valeurs moyennes de n et de Q ont été déterminées à la suite d'une dizaine de sauts pour chacune d'elles ; elles sont assez différentes de celles observées dans la littérature pour le fluage de polycristaux de NiO. Strafford et Smith [9] obtiennent $n \simeq 1,4$ et $Q \simeq 3,6 \text{ eV}$ pour des expériences menées entre 1 070 °C et 1 200 °C sous des contraintes de 1 à 10 MPa. La taille des grains de leurs polycristaux est de 1 à 3 μm . Ils concluent à un mécanisme Nabarro-Herring.

Par contre, Krishnamachari et Notis [2] ont déformé leurs polycristaux de taille de grains de 70 μm sous des contraintes de 35 à 79 MPa entre 1 000 et 1 100 °C et concluent à un mécanisme du type restauration pour $n \simeq 3,2$ et $Q \simeq 2,5 \text{ eV}$, valeur identique à celle de l'énergie d'activation de la diffusion de l'oxygène trouvée par O'Keeffe et Moore [10]. L'énergie d'activation de la diffusion de l'oxygène mesurée sur des cristaux de même origine que les nôtres est de $5,8 \pm 1 \text{ eV}$ [11] en accord avec l'énergie d'activation de fluage que nous avons obtenue.

4. Conclusions. — Les comportements en fluage stationnaire de polycristaux à gros grains et de monocristaux sont en général sensiblement les mêmes [6].

Les résultats expérimentaux pour l'oxyde de nickel ne sont pas en accord. Toutefois, le mécanisme de fluage suggéré est le même, mettant en évidence le rôle prédominant de la diffusion de l'oxygène. Des expériences à plus haute température et à pression d'oxygène variable sont en cours, en liaison avec l'étude de la diffusion de l'oxygène [11]. Elles devraient permettre de préciser le mécanisme responsable de la cinétique de déformation plastique.

Bibliographie

- [1] HALES, R., *Corros. Sci.* **12** (1972) 555.
- [2] KRISHNAMACHARI, V. et NOTIS, M. R., *Acta Met.* **25** (1977) 1307.
- [3] DOMINGUEZ-RODRIGUEZ, A., CASTAING, J. et PHILIBERT, J., *Mater. Sci. Engin.* **27** (1977) 217.
- [4] GERVAIS, H., PELLISSIER, B. et CASTAING, J., *Rev. Int. Htes Temp. Réfract.* **15** (1978) 43.
- [5] BRETHERAU, T. et DOLIN, C., *J. Mater. Sci.* **13** (1978) 587.
- [6] POIRIER, J. P., *Plasticité à haute température des Solides cristallins* (Eyrolles, Paris) 1976.
- [7] NEHRING, V. W. et SMYTH, J. R., *J. Am. Ceram. Soc.* **60** (1977) 173.
- [8] BRETHERAU, T., MARHIC, C., SPENDEL, M. et CASTAING, J., *Philos. Mag.* **34** (1977) 1473.
- [9] STRAFFORD, K. N. et SMITH, G., A.S.M. Meeting, Détroit, U.S.A. (1974).
- [10] O'KEEFFE, M. et MOORE, W. J., *J. Phys. Chem.* **65** (1961) 1435, 2277.
- [11] DUBOIS, C., Thèse, à paraître.