

---

## Offre de Post-Doctorat d'un an

### **Nanostratification métal/céramique pour des revêtements ultra-durs**

---

<u>Laboratoires :</u>	1- Département Mécanique Appliquée (DMA) de l'Institut FEMTO-ST, CNRS/UFC/ENSMM/UTBM, Univ. Bourgogne Franche-Comté 2- Laboratoire de Physique et Mécanique Textiles (LPMT), Univ. Haute Alsace
<u>Spécialité :</u>	Mécanique des matériaux et des structures
<u>Date / Durée :</u>	Début 2019 / 1 an
<u>Financement :</u>	IRT M2P (projet RESEM 2019) / salaire brut annuel ~34 k€
<u>Localisation :</u>	DMA, Institut FEMTO-ST, 24 rue de l'Epitaphe, 25000 Besançon

#### **Contexte :**

Les nitrures métalliques de titane et d'aluminium ( $TiAl$ )N sont des revêtements utilisés depuis de nombreuses années pour leurs propriétés remarquables de dureté et de résistance à l'oxydation [1]. De nombreux industriels (fabricants d'outillages notamment) sont confrontés à la nécessité d'améliorer leurs performances mécaniques. Par analyse du modèle numérique de l'essai de nanoindentation, l'équipe projet est capable de relier les propriétés microstructurales et élastoplastiques de films minces de TiAlN obtenus par pulvérisation magnétron réactive. Elle a récemment montré que les meilleures performances étaient obtenues pour les revêtements dont la teneur en aluminium est voisine de 50% [2], [3].

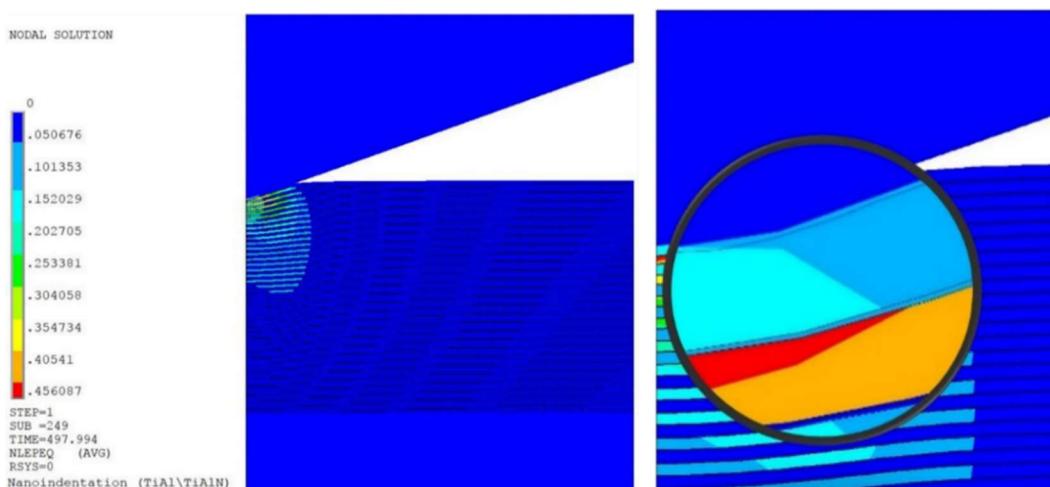
Pour tenter d'améliorer encore les performances mécaniques, nous explorons actuellement l'utilisation de la pulvérisation réactive à signal de commande cyclique (RGPP), procédé breveté en 2006 [4]. Ce procédé, dont la mise en œuvre est aisée permet, sans intervenir sur la cible  $TiAl$ , de moduler la composition des couches déposées en faisant varier le débit d'azote. En utilisant un signal carré régulant ce débit, il est ainsi possible de maîtriser la période d'empilement  $\Lambda$  ( $4 < \Lambda < 50$  nm) et d'élaborer simplement des revêtements alternant une couche métallique  $TiAl$  et une couche céramique TiAlN [5].

Nos dernières analyses montrent que l'interface métal/céramique de ces nanostratifiés  $TiAl/TiAlN$  joue un rôle très important sur la dureté et que ce rôle dépend de la période  $\Lambda$  [3].

## **Objectifs :**

Le challenge technologique est de développer des revêtements fonctionnels présentant des performances mécaniques optimales, notamment des duretés très élevées ( $H_{V0.01} > 40$  GPa). L'étude consiste à modéliser numériquement l'indentation de revêtements à base de titane et d'aluminium architecturés en multicouches TiAl/TiAlN. A noter qu'il n'existe que très peu de travaux sur ce sujet dans la littérature. Les simulations seront confrontées à notre base expérimentale. Le but est d'être capable de prédire les meilleures conditions de dépôts pour l'obtention de revêtements ultra-durs et d'offrir un gain de temps considérable dans l'élaboration par la détermination de certains paramètres de dépôt : prévoir la « bonne » période, la « meilleure » épaisseur des couches à empiler, le « meilleur » compromis entre épaisseur totale du revêtement et nombre d'interfaces.

Le challenge scientifique est la compréhension des phénomènes provoquant l'effet super-réseau, c'est-à-dire l'augmentation des duretés mesurées aux faibles périodes d'empilement (4 et 10 nm). Plus la période diminue, plus les interfaces jouent un rôle important ; d'une part parce qu'elles sont en nombre plus important dans le revêtement et d'autre part parce que la proportion entre l'épaisseur des interfaces et l'épaisseur des couches métalliques et céramiques augmente. Il s'agit dans ce projet de modéliser numériquement la nanoindentation (Figure 1) de ces revêtements afin de comprendre les phénomènes élastoplastiques mis en jeu, particulièrement ceux générant l'augmentation de la dureté aux plus faibles périodes (effet super-réseau). Cette modélisation ouvrira la voie à l'optimisation de la stratification (période, nombre de couches, ...) et orientera le choix des paramètres de dépôt pour l'obtention de revêtements nanostratifiés TiAl/TiAlN ultra-durs. Ce travail de modélisation numérique, d'interaction modèle-expérience et d'analyse de sensibilité sera confié au post-doctorant pendant 12 mois. En fin de projet, l'optimisation du modèle permettra de trouver numériquement un nanostratifié solution qui maximise la dureté. Ce nanostratifié sera élaboré, sa dureté validée expérimentalement par nanoindentation et sa microstructure caractérisée par diffraction des rayons X (DRX).



*Figure 1 : Déformation plastique dans le multicouche TiAl/TiAlN pendant l'essai de nanoindentation (code EF ANSYS), [6]*

## **Bibliographie :**

- [1] K. Kutschej, P. H. Mayrhofer, M. Kathrein, P. Polcik, R. Tessadri, and C. Mitterer, "Structure, mechanical and tribological properties of sputtered Ti<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>N coatings with 0.5≤x≤0.75" *Surf. Coat. Technol.*, vol. 200, no. 7, pp. 2358–2365, Dec. 2005.
- [2] M.-J. Pac, S. Giljean, C. Rousselot, F. Richard, and P. Delobelle, "Microstructural and elasto-plastic material parameters identification by inverse finite elements method of Ti(1 - x)Al<sub>x</sub>N (0 < x < 1) sputtered thin films from Berkovich nano-indentation experiments" *Thin Solid Films*, vol. 569, no. 0, pp. 81–92, 2014.
- [3] M.-J. Pac *et al.*, "Investigation of Ti 0.54 Al 0.46 /Ti 0.54 Al 0.46 N multilayer films deposited by reactive gas pulsing process by nano-indentation and electron energy-loss spectroscopy" *Thin Solid Films*, vol. 634, pp. 96–106, Jul. 2017.
- [4] N. Martin *et al.*, "Procédé de pulvérisation réactive à signal de commande cyclique et dispositif correspondant" 2905124, Feb-2008.
- [5] Y. Pinot, "Micro-et nanostructure des revêtements (Ti, Al) N et comportement tribologique au voisinage de la transition structurale" Mulhouse, 2015.
- [6] D. Quilliot, S. Giljean, Y. Gaillard, M.-J. Pac, and F. Richard, "Modélisation de l'indentation de revêtements multicouches Ti<sub>0,54</sub>Al<sub>0,46</sub>/Ti<sub>0,54</sub>Al<sub>0,46</sub>N", Indentation 2018, Liège, Belgique.

## **Equipe de recherche :**

Le post-doctorant intégrera une équipe de cinq chercheurs : Christophe ROUSSELOT (MN2S/FEMTO-ST/UFC) pour l'élaboration des dépôts, Marie-José PAC et Sylvain GILJEAN (LMPT/UHA) pour la caractérisation microstructurale, Fabrice RICHARD (DMA/FEMTO-ST/UFC) pour l'analyse inverse du modèle de l'essai de nanoindentation et Yves GAILLARD (DMA/FEMTO-ST/UFC) pour la caractérisation expérimentale par nanoindentation.

Le post-doctorant sera localisé à Besançon au Département Mécanique Appliquée de l'Institut FEMTO-ST.

## **Profil du candidat :**

Docteur en mécanique avec un savoir-faire en modélisation et simulation numérique d'essais de caractérisation mécanique. Une certaine maîtrise des outils de programmation et de calcul éléments finis est indispensable.

## **Modalités de candidature :**

Le dossier de candidature sous forme de fichiers .pdf est à envoyer à l'adresse [fabrice.richard@univ-fcomte.fr](mailto:fabrice.richard@univ-fcomte.fr) avant le 21/12/2018. Le dossier doit contenir : CV, lettre de motivation, liste de la production scientifique et éventuellement des lettres de recommandation.

---

One-year postdoctoral fellowship

**Nanostratification metal / ceramic for ultrahard coatings**

---

Laboratories: 1- Département Mécanique Appliquée (DMA) de l'Institut FEMTO-ST, CNRS/UFC/ENSMM/UTBM, Univ. Bourgogne Franche-Comté

2- Laboratoire de Physique et Mécanique Textiles (LPMT), Univ. Haute Alsace

Discipline: Mechanics of materials and structures

Starting date: January-May 2019 / 1 year

Funding: IRT M2P (project RESEM 2019) - salary ~34 k€ gross/year

Location: DMA, Institut FEMTO-ST, 24 rue de l'Epitaphe, F-25000 Besançon

**Context:**

Metal nitrides of titanium and aluminum (TiAl) N are coatings used since many years for their outstanding properties of hardness and resistance to oxidation [1]. Many manufacturers (especially tooling manufacturers) must still improve the mechanical performance of their products. By analyzing the numerical model of the nanoindentation test, we have shown that it is possible to link the microstructural and elastoplastic properties of TiAlN thin films obtained by reactive magnetron sputtering. We recently showed that the best performances are obtained for coatings with aluminum content close to 50% [2], [3].

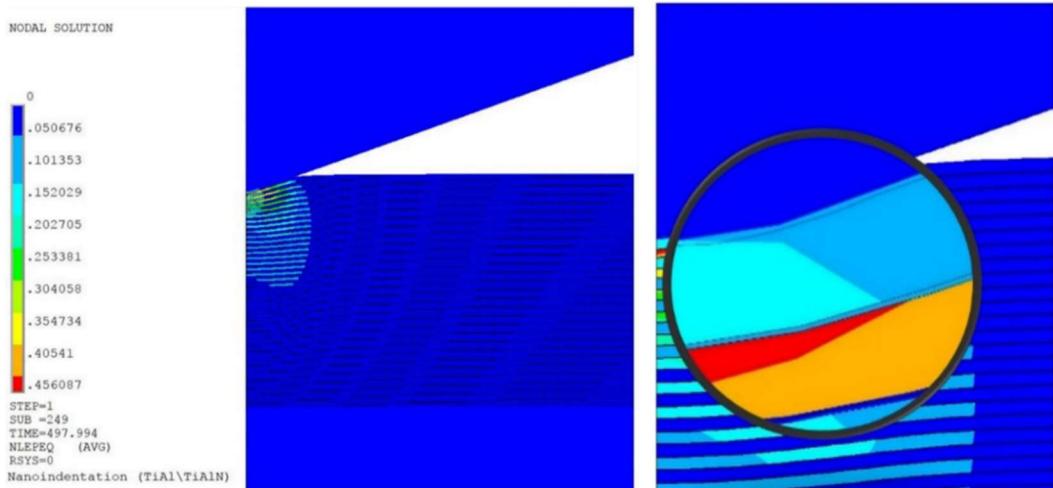
To further improve the mechanical performances, we are currently exploring the use of cyclic control signal reactive sputtering (RGPP), a process patented in 2006 [[4]]. This process allows, without manipulating the target TiAl, to modulate the composition of the deposited layers by varying the nitrogen flow rate. By using a square signal regulating this flow rate, it is thus possible to control the stacking period  $\Lambda$  ( $4 < \Lambda < 50$  nm) and to simply develop coatings alternating a TiAl metal layer and a TiAlN ceramic layer [5].

Our latest analyzes show that the metal / ceramic interface of these TiAl / TiAlN nanostratified materials plays a very important role in hardness and that this role depends on the period  $\Lambda$  [3].

## **Objectives:**

The technological challenge is to develop functional coatings with optimal mechanical performances, including very high hardness ( $H_{V0}$ >40 GPa). The study consists in a numerical modelling of indentation of multi-layer TiAl/TiAlN titanium and aluminium-based coatings. Few studies on this subject are available in the literature. The simulations will be compared to our experimental base. The aim is to be able to predict the best deposition conditions to obtain ultra-hard coatings and to offer considerable time savings in the development process by determining deposition parameters: period, thickness of the layers to be stacked, coating thickness, ...

The scientific challenge is to understand the phenomena causing the superlattice effect, i.e. the increase in hardness measured at low stacking periods (4 and 10 nm). As the period decreases, interfaces play a more important role; on the one hand because they are more numerous in the coating and on the other hand because the proportion between the thickness of the interfaces and the thickness of the metal and ceramic layers increases. The aim of this project is to numerically model the nanoindentation (Figure 1) of these coatings to understand the elastoplastic phenomena involved, particularly those generating hardness increase at the lowest periods (superlattice effect). This modelling will pave the way for the optimization of stratification (period, number of layers, etc.) and will guide the choice of deposition parameters for obtaining ultra-hard TiAl/TiAlN coatings. This work of numerical modelling, model-experience interaction and sensitivity analysis will be carried out by the post-doctoral fellow for 12 months. At the end of the project, the optimization of the model will make it possible to digitally find a nanolaminate solution that maximizes hardness. This nanolaminate product will be developed, its hardness validated experimentally by nanoindentation and its microstructure characterized by X-ray diffraction (DRX).



*Fig 2 : Plastic strain in the TiAl/TiAlN multilayer during the nanoindentation test (EF code: ANSYS), [6]*

### **Bibliography:**

- [1] K. Kutschej, P. H. Mayrhofer, M. Kathrein, P. Polcik, R. Tessadri, and C. Mitterer, "Structure, mechanical and tribological properties of sputtered Ti<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>N coatings with 0.5≤x≤0.75" *Surf. Coat. Technol.*, vol. 200, no. 7, pp. 2358–2365, Dec. 2005.
- [2] M.-J. Pac, S. Giljean, C. Rousselot, F. Richard, and P. Delobelle, "Microstructural and elasto-plastic material parameters identification by inverse finite elements method of Ti(1 - x)Al<sub>x</sub>N (0 < x < 1) sputtered thin films from Berkovich nano-indentation experiments" *Thin Solid Films*, vol. 569, no. 0, pp. 81–92, 2014.
- [3] M.-J. Pac *et al.*, "Investigation of Ti 0.54 Al 0.46 /Ti 0.54 Al 0.46 N multilayer films deposited by reactive gas pulsing process by nano-indentation and electron energy-loss spectroscopy" *Thin Solid Films*, vol. 634, pp. 96–106, Jul. 2017.
- [4] N. Martin *et al.*, "Procédé de pulvérisation réactive à signal de commande cyclique et dispositif correspondant" 2905124, Feb-2008.
- [5] Y. Pinot, "Micro-et nanostructure des revêtements (Ti, Al) N et comportement tribologique au voisinage de la transition structurale" Mulhouse, 2015.
- [6] D. Quilliot, S. Giljean, Y. Gaillard, M.-J. Pac, and F. Richard, "Modélisation de l'indentation de revêtements multicouches Ti<sub>0,54</sub>Al<sub>0,46</sub>/Ti<sub>0,54</sub>Al<sub>0,46</sub>N", Indentation 2018, Liège, Belgique.

### **Research Team:**

The postdoctoral fellow will join a team of five researchers: Christophe ROUSSELOT (MN2S/FEMTO-ST /UFC) for the manufacturing process, Marie-José PAC and Sylvain GILJEAN (LMPT/UHA) for the microstructural characterization, Fabrice RICHARD (DMA/FEMTO-ST/UFC) for the inverse analysis of the nanoindentation test and Yves GAILLARD (DMA/FEMTO-ST/UFC) for the experimental characterization by nanoindentation.

The postdoctoral researcher will be in Besançon at the Applied Mechanics Department of the FEMTO-ST Institute.

### **Required profile:**

PhD in the field of mechanic of material and structure, with a strong background in numerical simulation and mechanical testing.

### **Application procedure:**

To apply, send an email with detailed CV, list of publications, motivation letter, names of referees to [fabrice.richard@univ-fcomte.fr](mailto:fabrice.richard@univ-fcomte.fr) before the 21/12/2018.