



Action Nationale de Formation (ANF)

METALLURGIE FONDAMENTALE

Du lundi 22 au jeudi 25 Octobre 2012 à Aussois

Comité d'organisation

Yves Bréchet, SIMAP-CNRS, Grenoble.

Yannick Champion, ICMPE-CNRS, Thiais.

Hervé Combeau, Institut Jean Lamour, Université de Lorraine-CNRS, Nancy.

Jean-François Tassin, INC-CNRS, Paris.

Délégation organisatrice : Ile de France Est, Vanessa Buffard, Thiais.

Contexte

La métallurgie possède un statut particulier, intermédiaire entre les sciences fondamentales (chimie, physique, mécanique) et les sciences de l'ingénieur. Son antériorité fait d'elle la « mère » de la science des matériaux. Ainsi, les concepts clés (sur les organisations atomiques, sur les défauts, sur les séparations de phase, ...), la prééminence de la microstructure dans le contrôle des propriétés, la maîtrise des procédés de transformation pour contrôler cette microstructure sont autant d'outils intellectuels que l'on retrouve dans toute la science des matériaux.

Il résulte de cette dualité que cette discipline, injustement dévalorisée, est à la fois une source de questionnements et une source de méthodes, une mine de problèmes scientifiques et un passage obligé vers bien des applications (dans l'énergie, dans le transport, dans le biomédical...) dans le respect des règles écologiques (éco-conception).

La nécessité d'une métallurgie dynamique, et en particulier d'une formation en métallurgie cohérente et structurée, et d'une recherche fondamentale sans laquelle il n'est pas de recherche applicative innovante, est donc claire, et a été soulignée par le rapport des académies des sciences et des technologies.

Cette nécessité passe à la fois par une valorisation intellectuelle de la métallurgie, par la mise en place de possibilités de financement de recherches de base, et par la création de formations scientifiques permettant d'enseigner aussi bien aux étudiants qu'aux chercheurs et enseignants chercheurs, la métallurgie moderne. Cette triple action doit se mener de façon coordonnée au niveau national, en s'appuyant sur les grands centres qui sont le fer de lance actuel de la discipline.

Objectifs

Cette action nationale est une première action en ce sens, dont on attend qu'elle consolide la large communauté des métallurgistes, mais qu'elle suscite également l'intérêt de disciplines non connexes pour des réflexions vers un accroissement de l'interdisciplinarité.

Un des objectifs est d'adresser aux communautés de la chimie, de la physique et de la mécanique des questions ouvertes relevant des trois grands domaines de la métallurgie : métallurgie de l'élaboration et de la transformation, métallurgie physique et métallurgie mécanique.

Public concerné

La formation s'adresse non seulement aux métallurgistes débutants ou confirmés, mais aussi aux disciplines « de base » qui peuvent trouver dans la métallurgie soit une source de questions, soit un domaine d'application de leurs méthodes. Cette « ouverture vers les sciences de base » est naturelle pour la métallurgie qui traditionnellement a fait son miel de connaissances issues de la chimie de la physique et de la mécanique. Elle est particulièrement opportune au vu des développements récents de la discipline, (durabilité, systèmes forcés, multimatériaux, métaux confinés, ...) et des champs applicatifs très variés où la métallurgie joue un rôle incontournable (matériaux de structure, matériaux pour l'énergie, microélectronique, matériaux magnétiques...).

Déroulement des journées

- des exposés généraux en «Chimie», «Physique» et «Mécanique», développant les bases fondamentales modernes à partir d'un thème majeur de la métallurgie, d'outils et d'approches nouvelles pouvant être issues d'autres disciplines.
- des séminaires traitant d'exemples de métallurgie « avancée »
- Des interventions d'industriels sur des études de cas révélant des besoins, table ronde et poster.
- Une table ronde sera consacrée à de bilan et à une réflexion sur des « éléments » de métallurgie modernes.

PROGRAMME

1 –La métallurgie en«Chimie»

Procédés d'élaboration : **Jean-Pierre Bellot (Institut Jean Lamour, Nancy)**
Procédés de traitement : **Sabine Denis (Institut Jean Lamour, Nancy)**
Couplages mécanique-recristallisation : **Franck Montheillet (Ecole des Mines, Saint Etienne)**
Couplages mécanique-transformation de phases : **Elisabeth Gautier (Institut Jean Lamour, Nancy)**
Le changement de phase liquide-solide : **Charles-Andre Gandin (Mines-Paristech, CEMEF Sophia Antipolis)**
La corrosion : **Roland Oltra (Université de Bourgogne, Dijon)**

Thématiques associées

Fabrication additive : **Samuel Kenzari (Institut Jean Lamour, Nancy)**
Rhéologie des milieux semi-solides : **Michel Suery (SIMAP, Grenoble)**

2 - La métallurgie en «Physique»

Genèse des microstructures I : **Alphonse Finel (LEM-ONERA, Chatillon)**
Genèse des microstructures II : **Alexis Deschamps (SIMAP, Grenoble)**
Diffusion dans les solides : **Alain Portavoce (IM2NP, Marseille)**
Transformations de phase : **Philippe Maugis (IM2NP, Marseille)**
Apports de la physique des solides, calculs ab initio : **François Willaime (CEA-SRMP, Saclay)**
Dynamique des dislocations : **Marc Fivel (SIMAP, Grenoble)**

Thématiques associées

Diffusion réactive en microélectronique : **Dominique Mangelinck (IM2NP, Marseille)**
Contraintes résiduelles : **Vincent Klosek (CEA, Saclay)**
Le soudage malaxage (FSW) : **Anne Denquin (ONERA, Chatillon)**
Propriétés fonctionnelles : **Stéphane Gorsse (ICMCB, Bordeaux)**

3 - La métallurgie en «Mécanique»

Changement d'échelle : du grain à la structure : **Brigitte Bacroix (LSPM-Paris XIII)**
Mécanique de la rupture : **Thomas Pardoen (Université catholique de Louvain)**
Couplage mécanique environnement : oxydation, corrosion : **Eric Andrieu (ENSIACET, Toulouse)**
Mécanique aux petites échelles: **Marc Verdier (SIMAP, Grenoble)**
Grandes déformations : **Lazslo Toth (LEM3, Metz)**

Thématiques associées

Matériaux cellulaires, mousse métalliques : **Luc Salvo (SIMAP, Grenoble)**
Matériaux Architecturés : **Olivier Bouaziz (ARCELOR-MITTAL, Metz)**
La fatigue : **André Bignonnet (ABC, Beaulieu sur Layon)**

Points de vues

Science et techniques

Nouvelles techniques de caractérisation : **Eric Maire (INSA-MATEIS, Lyons)**
Irradiation en métallurgie : **Philippe Pareige (GPM, Rouen)**

Question ouverte en :

Solidification : **Philippe Jarry (Constellium, Voreppe)**
Mise en forme thermomécanique **Pierre Monmitonnet (Mines-Paristech, CEMEF Sophia Antipolis)**

Table ronde :

Technologies majeures à conserver et verrous technologiques.
Animée par : **Jean-Hubert Schmitt (ECP, Paris) - Serge Graffard (GrameF)**

	lundi 22 octobre	mardi 23 octobre	mercredi 24 octobre	jeudi 25 octobre
08:00:00	Installation	Diffusion dans les solides Alain PortLavoce	Changement d'échelle : du grain à la structure Brigitte Bacroix	Question ouverte en Solidification Phillipe Jarry
08:30:00				Question ouverte en laminage Pierre Monmitonnet
09:00:00		Genèse des microstructures I Alexis Deschamps	Couplage Mécanique environnement Eric Andrieu	Table ronde : Technologies majeures à conserver et verrous Jean-Hubert Schmitt Serge Graffard
09:30:00				
10:00:00		Pause	Pause	
10:30:00		Transformation de phase Philippe Maugis	Mécanique de la rupture Thomas Pardoën	Pause
11:00:00				
11:30:00				Discussions
12:00:00		Genèse des microstructures II Alphonse Finel	Mécanique aux petites échelles Marc Verdier	
12:30:00				Déjeuner
13:00:00				
13:30:00	Introduction			
14:00:00	Procédés d'élaboration Jean-Pierre Bellot	Apports de la physique des solides, calculs ab initio François Willaïme	Grandes déformations Laszlo Toth	
14:30:00				
15:00:00	Procédés de traitement Sabine Denis	La corrosion Roland Oltra	Irradiation Philippe Pareige	
15:30:00				
16:00:00	pause	pause	pause	
16:30:00	Couplage mécanique recristallisation Franck Montheillet	Le changement de phase liquide-solide Charles-Andre Gandin	Matériaux cellulaires Luc Salvo	
17:00:00			La fatigue André Bignonnet	
17:30:00	Couplage mécanique transformaton de phases Elisabeth Gautier	Diffusion microélectronique Dominique Mangelinck	Matériaux architecturés Olivier Bouaziz	
18:00:00		Propriétés Fonctionnelles Stephane Gorsse	Nouvelles techniques de caractérisation Eric Maire	
18:30:00	Dynamique des dislocations Marc Fivel	Contraintes résiduelles Vincent Kloseck		
19:00:00		Fabrication additive Samuel Kenzari	Milieux semi-solides Michel Suery	
19:30:00	diner	POSTERS	POSTERS	
20:00:00				
20:30:00		diner	Banquet	
21:00:00		FSW Anne Denquin		
21:30:00		POSTERS		
22:00:00				
22:30:00				

champ

"chimie"
"physique"
"Mécanique"
général/pluridisciplinaire
discussion/table ronde

Plan des Cours et séminaires

Procédés d'Elaboration

Jean-Pierre Bellot
Institut Jean Lamour – Université de Lorraine

Les procédés d'élaboration de matériaux métalliques couvrent une place essentielle dans le secteur de la métallurgie, puisqu'ils permettent industriellement de transformer la matière minérale en produits métallurgiques, doués de fonctions ciblées qui nécessitent des propriétés précises (mécaniques, thermiques, chimiques et microstructurales). Le rôle des procédés est donc majeur, si bien que des études et optimisations ont depuis longtemps accompagné leur mise en œuvre et leur usage. Mais ce n'est que vers les années 70, sous l'influence des sciences du Génie Chimique, et grâce à l'engagement de certains chercheurs comme J. Szekely aux Etats-Unis, qu'une méthodologie a pu voir le jour. En France, on peut reconnaître le rôle joué par D. Ablitzer pour promouvoir le *Génie des Procédés d'Elaboration* au sein de la communauté des métallurgistes.

Il convient cependant de borner le domaine des procédés d'élaboration, tout du moins pour la présentation qui en est faite dans cette formation. Nous limiterons ainsi notre propos à toute la chaîne d'élaboration qui s'étend de la métallurgie extractive (ou du recyclage des déchets métalliques) à la coulée du métal liquide, les processus de solidification étant présentés en détail par ailleurs.

La structure de l'exposé est volontairement orientée de l'industrie vers le scientifique, puisque ce sont les procédés industriels qui motivent les études scientifiques engagés dans les laboratoires industriels et universitaires. Dans une première partie, les filières d'élaboration seront présentées, en essayant d'éviter un inventaire rébarbatif, mais plutôt en dégagant à l'aide d'exemples les similitudes qui rapprochent ces différentes filières. Puis, les outils fondamentaux du Génie des Procédés d'Elaboration seront introduits, en mettant en évidence les évolutions et les voies prometteuses. Enfin, la modélisation des procédés sera présentée en détail, car cette démarche est aujourd'hui intensivement employée par les chercheurs et les ingénieurs.

1. Généralités, notion de vocabulaire et les limites du domaine
2. Les nouveaux challenges du XXI^{ème} siècle
3. Présentation des grandes filières d'élaboration
 - a. Hydrométallurgie
 - b. Pyrométallurgie
 - c. Métallurgie des poudres
4. Les grandes étapes d'une filière pyrométallurgique, et illustrations
5. Les fondamentaux du Génie des Procédés d'Elaboration
6. Modélisation et simulation : une analyse à plusieurs échelles
7. Et l'expérimentation de laboratoire ?

Procédés de traitement thermique

Sabine DENIS

Institut Jean Lamour UMR 7198 CNRS-UL, Parc de Saurupt, Nancy

1. Introduction

Problématique des traitements thermiques : optimiser les microstructures et propriétés mécaniques d'alliages métalliques tout en contrôlant les contraintes résiduelles et les déformations à l'échelle d'une pièce

Nécessité de comprendre la genèse des contraintes internes et des déformations au cours des traitements (chauffage, refroidissement) en relation avec les transformations de phases

Modélisation et simulation numérique des phénomènes couplés écoulement fluide - thermique – transformations de phases – mécanique indispensable

2. Phénomènes à prendre en compte : analyses expérimentales et modélisations

2.1 dans le solide :

- Evolutions de température et couplages thermique - transformations de phases

Propriétés thermophysiques dépendantes de la température et de la microstructure

Enthalpie de transformation

- Cinétiques de transformations de phases du matériau et couplage contraintes - transformations de phases

Modèle global JMAK et modèle germination-croissance

Exemple de prévision de microstructures

- Comportement thermomécanique du matériau multiphasé et en cours de transformation de phases

Prise en compte des différentes contributions à la déformation du matériau (élastique, plastique/viscoplastique, thermique, transformation de phases) – validation expérimentale de la loi de comportement

2.2 Interaction avec l'environnement

couplage fluide-structure - prévision des transferts de chaleur à la surface du solide

3. Exemples

- Prévision des microstructures et contraintes internes lors de la trempe et du revenu d'un acier

- Modélisation et validation expérimentale in situ de la trempe au gaz haute pression.

Défis et perspectives

- pour le matériau :

-Prise en compte de gradients de composition chimique (carbonitruration, ségrégations de solidification)

- Prise en compte des effets de la mise en forme à chaud

-Extension à d'autres alliages métalliques

- pour le procédé

- études expérimentales et modélisation des transferts aux interfaces pour les fluides vaporisables – expériences modèles

- enchaînement de procédés : solidification, mise en forme, traitement thermique

- pour l'approche globale procédé –matériau :

- suivi in situ simultané des températures (pièce, fluide), des écoulements fluides, des déformations, contraintes dans la pièce en cycles rapides

Couplage mécanique-recristallisation : recristallisation dynamique

Frank Montheillet

Ecole des Mines de Saint-Etienne, CNRS UMR 5146

1. Introduction

Historique : les métaux recristallisent-ils pendant la déformation ? Cas du plomb (1954).

La recristallisation dynamique (DRX) n'est-elle qu'une curiosité de laboratoire ? Cas des aciers laminés pour pipelines : laminage contrôlé. Forgeage contrôlé.

Plusieurs formes de DRX ? Recristallisation dynamique discontinue (DDRX). Métaux à forte énergie de défaut d'empilement : recristallisations dynamiques continue (CDRX) et géométrique (GDRX).

2. Connaissances de base : qu'est-ce que la recristallisation dynamique ?

Comparaison entre recristallisations statique et dynamique.

Données rhéologiques : courbes contrainte-déformation, sensibilités à la vitesse et à la température. Régime stationnaire.

Transformation des microstructures : alliages d'aluminium, aciers ferritiques, alliages de titane (GDRX + CDRX). Structure de "cristallites". Aciers austénitiques, superalliages base nickel (DDRX). Textures cristallographiques associées et natures des interfaces.

Relation entre contrainte et taille des grains en régime stationnaire : diagramme de Derby.

3. Modélisations de la recristallisation dynamique

DDRX : 3 équations fondamentales pour décrire la migration des joints, l'évolution des densités de dislocations (écrouissage / restauration dynamique) et la germination des nouveaux grains. Adoucissement lié à la migration des joints (BMIS). Exemples de résultats.

Evaluation de la mobilité des joints de grains pendant la déformation.

Retour sur le diagramme de Derby : influence du BMIS ; influence des solutés.

CDRX : évolution des interfaces pendant la déformation. Exemples de résultats.

4. Enjeux et perspectives

Problèmes amont : analyse des régimes stationnaires, transitions entre CDRX et DDRX, couplages DRX/transformations de phases, fragmentation/recristallisation des structures lamellaires (Widmanstätten).

Enjeux industriels : forgeage contrôlé des alliages de titane et de zirconium. Couplage de "modules métallurgiques" avec les codes éléments finis de mise en forme.

Couplage Contrainte - Transformation de phases

Elisabeth Gautier

Institut Jean Lamour NANCY UMR CNRS-UdL 7198

1. Introduction

Couplages contraintes / déformation plastique - transformations de phases rencontrés dans divers traitements : thermiques, thermomécaniques, usinage, soudage...

Couplage peut se décliner par différents aspects :

- Influence de contraintes /déformation plastique sur l'évolution des phases en présence
- Influence des changements de phases sur le comportement mécanique, dimensionnel

- Influence des contraintes/changement de phases sur la morphologie des produits de transformation

2. Influence d'une déformation plastique

Influence de la déformation sur la cinétique de transformation

- Dans le cadre de la germination classique (force motrice, barrière de germination, densité de sites de germination)
Exemple : expérience SALIB, (prise en compte de la distribution de joints et sous joints : Julien modèle champ moyen)
- Croissance : Modification des équilibres locaux, de la mobilité des solutés
Exemple : croissance ou dissolution des nodules de titane

3. Influence de contrainte

- Cristallographie : tenseur de déformation associée au changement de phase
- Bilan thermodynamique : force motrice de transformation sous charge
 - Conséquence sur la cinétique (M_s , stress-assisted strain induced transformation, avancement de la transformation),
- Modification de la structure interne (distribution de variant de Bain dans une plaquette, modification du plan d'accrolement, augmentation de la densité de défaut) Evolution des modes d'accommodation des déformations de transformation - Schéma de Roytburd Evolution de la barrière de germination ?
- Modification du comportement mécanique (plasticité de transformation, AMF, acier TRIP)
- Comportement du multiphasé à fraction de phase variable

Challenges :

- 1) Modélisation de la cinétique de transformation :
 - Croissance des phases en intégrant le couplage élasticité + plasticité :
 - i. influence d'une pré-déformation, d'une vitesse de déformation imposée
 - ii. modification des mécanismes d'accommodation : transition élastique/plastique suivant le niveau de sollicitation
 - Germination (défauts, joints de grains, mouillage aux joints des grains sous contrainte) ; barrière de germination : influence d'une contrainte externe
- 2) Comportement mécanique associé (transition de comportement auto-accommodation et accommodation locale par glissement) ; plasticité de transformation
- 3) Modèles simplifiés et bornes pour intégrer dans des codes de calculs

Simulations de la dynamique des dislocations

Marc FIVEL

SIMaP-GPM2, 101 Rue de la Physique, BP 46, 38402 St Martin d'Hères cedex.

Introduction

Dans cette partie nous présenterons les objectifs qui ont motivé le développement des codes de dynamique des dislocations. On passera en revue les différents outils numériques en commençant par les modèles 2D dont les premiers développements datent des années 1960 pour finir aux modèles 3D beaucoup plus récents.

Méthodologie

Le premier code 3D de dynamique des dislocations a été imaginé par Kubin, Canova et Bréchet à la fin des années 80. Ce code repose sur une discrétisation des lignes de dislocations en segments vis et coin orthogonaux les uns aux autres. Plus récemment les codes dits 'nodaux' ont vu le jour afin de lever certaines limitations du modèle vis-coin.

Dans cette partie de la présentation, nous détaillerons les techniques numériques de ces différents modèles en insistant sur la prise en compte des conditions aux limites et sur les moyens de post-traiter les résultats.

Applications

Les possibilités des modèles de dynamique des dislocations seront illustrées sur deux exemples d'applications.

Le premier concerne la simulation de l'amorçage de fissure en fatigue. Dans cette étude, les simulations de dynamique des dislocations ont permis de comprendre les mécanismes à l'origine de la formation des bandes de glissements persistants en fatigue. Une analyse fine du comportement dynamique de la bande ainsi que des énergies et contraintes locales permettent de quantifier la durée de vie du matériau.

Le deuxième concerne une modélisation multiéchelle de l'essai de nanoindentation alliant simulations atomiques (par dynamique moléculaire), simulations de dynamique des dislocations et simulations par éléments finis cristallins. Ce sujet d'étude est choisi pour illustrer la manière dont ces trois modèles numériques peuvent échanger des informations afin de traiter un seul et même problème. Dans le cas de l'indentation, les simulations atomiques donnent les informations sur les mécanismes de nucléation des premiers défauts sous l'indenteur. Ces informations (géométrie, position, ..) sont alors introduites dans le code de dynamique des dislocations qui peut alors simuler un plus grand volume pour de plus grands taux de déformation. A l'échelle supérieure, des lois de comportements de plasticité cristalline sont identifiées par dynamique des dislocations sont introduites dans un code d'éléments finis qui simule alors le même essai d'indentation. Des comparés à des essais menés sur du Cuivre monocristallins démontrent la pertinence des lois utilisées.

Limites de la méthode / Perspectives de développement

Dans cette section, nous présenterons les limites actuelles des modèles de dynamique des dislocations en proposant lorsque cela est possible des remèdes à certains de ces verrous technologiques.

Référence

- [1] M. Verdier, M. Fivel et I. Groma, Mesoscopic scale simulation of dislocation dynamic in fcc metals: Principle and applications, *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 6 (6), pp 755-770, (1998).
- [2] C. Déprés, C.F. Robertson et M.C. Fivel, Low-strain fatigue in AISI 316L steel surface grains: a 3D discrete dislocation dynamics modelling of the early cycles II- Persistent slip markings and micro-crack nucleation, *Philosophical Magazine*, 86(1), pp. 79-97, (2006).
- [3] C. Déprés, C.F. Robertson et M.C. Fivel, Low-strain fatigue in AISI 316L steel surface grains: a 3D discrete dislocation dynamics modelling of the early cycles I- Dislocation microstructures and mechanical behaviour, *Philosophical Magazine*, 84(22), pp. 2257-2275, (2004).
- [4] H.-J. Chang, M. Fivel, D. Rodney et M. Verdier, Multiscale modelling of indentation in fcc metals : from atomic to continuum, *Comptes Rendus – Physiques*, 11, pp. 285-292, (2010).
- [5] Articles M4016, M4017 et M4018 intitulé *Plasticité cristalline et transition d'échelles* publiés dans le traité *Matériaux Métalliques des Techniques de l'Ingénieur*, par M. Fivel et S. Forest (2004).

Métallurgie et soudage par friction-malaxage

Anne Denquin
ONERA Châtillon.

L'intervention débutera par une présentation générale du procédé de friction-malaxage (ou friction Stir Welding, FSW), son influence en terme d'évolutions microstructurales, en étroite relation avec les paramètres du procédé.

L'accent sera mis sur les alliages d'aluminium, particulièrement bien adaptés à ce procédé. Les différentes catégories d'alliages d'aluminium seront considérées séparément, de façon à mettre en avant les spécificités des différents mécanismes de durcissement et leur évolution au cours du soudage, et enfin, leur influence sur le comportement global de l'assemblage.

L'exposé comprendra également une présentation des propriétés généralement moins connues des soudures obtenues par friction –malaxage, mais néanmoins primordiales pour l'introduction de ce nouveau procédé au niveau industriel. La fatigue, la propagation de fissure et la corrosion seront présentées et discutées.

Il sera montré que l'ensemble des propriétés de l'assemblage est lié, d'une façon plus ou moins directe, à l'influence du procédé sur les évolutions locales de microstructure. Il en ressort que l'optimisation des soudures est ainsi rendue possible par une optimisation du matériau de départ, des paramètres du procédé ou de parachèvement de la soudure, qui n'est rendue possible que par une connaissance approfondie de la métallurgie du matériau.

L'intervention s'achèvera par la mention des aspects à approfondir, en particulier en terme de compréhension du comportement de l'assemblage pour quelques propriétés d'emploi telles que la tenue à la corrosion et la fissuration. En terme de procédé, une avancée significative est attendue par le développement de soudures de matériaux hétérogènes, dont la nature et la position seront déterminées par une optimisation du comportement de l'assemblage en service.

Ces approfondissements comme ces défis technologiques nécessitent le développement de modélisations couplées, allant de la thermomécanique du procédé au comportement global de l'assemblage, en passant par les évolutions locales de microstructures et de comportement associé.

Plan de la présentation:

1. Basics of the FSW Process
2. Process window for FSW of Al alloys
3. The under matching of FS welds
4. Heat treatable alloys : the case of precipitation hardened alloys
5. Heat treatable alloys : the case of naturally aged alloys
6. Heat treatable alloys : Influence of composition
7. Tensile behaviour of FS welds
8. Local to global tensile properties
9. Non heat-treatable Al alloys
10. Fracture toughness of FS welds
11. Fatigue properties of FS welds
12. Corrosion Properties of FS welds
13. How to optimise friction stir welds?

Diffusion dans les solides

Alain Portavoce
IM2NP, Marseille

➤ AGENDA

- One class of 1 hour on the 23rd of October 2012

➤ OBJECTIVES

- Basic knowledge on diffusion in solids (crystals)
- Examples of today progresses and issues

➤ PRE REQUISITES

- Basic knowledge of thermodynamic and chemistry (material science)

➤ CONTENT

- Total energy of solids
- Stability and equilibrium
- Kinetic model
- Diffusion flux and diffusion equation
- Solution of the diffusion equation
- “The” coefficient of diffusion
- Diffusion mechanisms
- Diffusion paths
- Diffusion coefficient measurements
- Influence of impurities
- Pressure effect
- Nanometric-size effect
- Grain boundary motion
- Electromigration

Genèse des microstructures I

Alexis Deschamps,
SIMAP Grenoble

A. Bases : Microstructures aux différentes échelles

1. Microstructure $> \mu\text{m}$: grains, phases dans les matériaux multi-phasés

Questions qui se posent :

Evolution des grains depuis la solidification jusqu’aux traitements thermo-mécaniques
Recristallisation, développement de la texture cristallographique
Phases : forme, taille, chimie, fraction volumique, relations d’orientation
Evolution des phases lors des traitements thermo-mécaniques (effets non isothermes)

Méthodes de caractérisation :

Optique, EBSD, TEM
Diffraction, dilatométrie, microsonde

2. Microstructure 100nm – 100 μm : structures de dislocations, phases grossières (défauts)

Questions qui se posent :

Distribution des dislocations (statistiques, GNDs, parois)
Evolution de la densité de dislocation, effet de l'EFE, types de dislocations
Compétition durcissement / restauration
Forme, chimie et distribution spatiale des intermétalliques

Méthodes de caractérisation :

Dislocations : TEM, résistivité, diffraction (+ propméca, densité, calorimétrie)
Intermétalliques : SEM, tomographie X

3. Microstructure 0 – 10 nm : précipitation (amas – phases métastables – phases d'équilibre)

Questions qui se posent :

Structure, interface, relation d'orientation
Forme, taille, fraction volumique, chimie
Distribution spatiale, relation avec plasticité, ...

Méthodes de caractérisation :

TEM (conventionnel, HREM, STEM-HAADF, ...), SAXS / SANS
Sonde atomique
Calorimétrie, PTE, résistivité

B. Les matériaux « réels »

- Les microstructures sont compliquées dans les alliages multi-constitués → coupler les informations chimiques et structurales
- Les microstructures peuvent être hétérogènes (ex. soudage) → cartographier les microstructures
- Les chemins thermiques possibles conduisant aux microstructures finales sont multiples → nécessité de caractérisations in-situ
- « Principe d'incertitude » de la caractérisation : plus on est précis, moins on est statistiquement représentatif → nécessité de coupler les techniques de caractérisation

C. Trois exemples de genèse des microstructures

- Soudage d'un alliage d'aluminium à durcissement structural : devenir de la microstructure de solidification
- Précipitation dans un alliage d'Al-Cu-Li : rôle des éléments mineurs
- Vieillessement d'un acier martensitique : comprendre l'évolution des microstructures en service

D. Défis

- Comprendre la germination
- Maîtriser les conditions aux interfaces
- Caractériser au plus proche des conditions réelles : non isotherme, couplage plasticité, alliages multi-constitués, caractérisation multi-échelle

Les transformations de phases

Philippe Maugis
Aix-Marseille Université, IM2NP, CNRS.

Transformations de phases avec diffusion à grande distance

1. Germination

2. Croissance de précipités
3. Coalescence
4. Cinétique globale de transformation
5. Décomposition spinodale
6. Phases métastables : alliages Al-Cu
7. Précipitation discontinue

Transformations de phases sans diffusion à grande distance

8. Transformation eutectoïde
9. Transformation massive
10. Transformations ordre – désordre
11. Transformation martensitique

Genèse des microstructures (II)

A. Finel

Laboratoire d'Etudes des Microstructures (CNRS/ONERA)

La très grande majorité des matériaux utilisés quotidiennement sont hétérogènes. Ils sont constitués de plusieurs phases qui peuvent différer par les concentrations des différents éléments d'alliages, les symétries cristallines, les paramètres de réseau. Ces microstructures sont très souvent souhaitées et volontairement créées afin de générer, améliorer et contrôler les propriétés macroscopiques des matériaux (ductilité, dureté, ténacité, durée de vie, résistance à la corrosion, effets mémoire, superplasticité...). Dans d'autres cas, les hétérogénéités ont des effets néfastes (précipitation d'amas de cuivre dans les aciers nucléaires, fragilisation par précipitation aux joints de grain...).

Souvent héritées d'une transition de phase, les microstructures sont hors d'équilibre et évoluent sous l'action de contraintes externes (température, contrainte mécanique, irradiation...) et internes (dislocations, micro-fissures, cavités...). Ces évolutions mettent en jeu des phénomènes physiques caractérisés par des échelles d'espace très diverses : l'échelle atomique (mécanismes de diffusion, morphologies interfaciales, cœurs des dislocations ...), l'échelle nanométrique et submicronique (distribution spatiale de précipités, dynamique des dislocations, endommagement par nucléation et croissance de microfissures et de microcavités...), l'échelle micronique et au-delà (joints de grains, polycristaux, recristallisation, rupture...). La modélisation globale de tout ces phénomènes à l'échelle la plus fine, pour autant qu'elle soit pertinente, est actuellement (et probablement pour longtemps) hors d'atteinte. La modélisation et la simulation des matériaux hors d'équilibre fait donc appels à des techniques très diverses, chacune adaptée à des échelles spatiales et temporelles propres.

Nous présenterons et illustrerons quelques unes des méthodes les plus utilisées pour reproduire la genèse de microstructures héritées de transitions de phase, en précisant pour chacune son domaine de validité, ses limites, ses ingrédients (formels et numériques).

Le plan sera le suivant:

- le Monte Carlo cinétique et le Monte Carlo avec interactions élastiques : une approche sur réseau facilement paramétrisable;
- la méthode de Dynamique d'amas : une méthode mésoscopique pour reproduire, *dans les alliages dilués*, les trois stades de la précipitation (nucléation, croissance, coalescence); illustration sur le ternaire Al-Sc-Zr;
- la méthode des Champs de phase : une méthode mésoscopique pour reproduire les morphologies et corrélations spatiales sous l'action simultanée de la chimie, de l'élasticité et de la plasticité ; illustration sur transformations diffusives, displacives et sur la perte de cohérence.

Apport de la physique des solides, calcul ab initio

François Willaime
CEA, Saclay

La Corrosion

Rolan Oltra
Université de Bourgogne

A. Bases

A1. La corrosion résulte de l'interaction d'un métal avec l'environnement

Partant du fait qu'à l'échelle moléculaire (atomique) la corrosion est contrôlée par un processus d'oxydation, on montrera que c'est la connaissance de la réactivité à l'interface métal – environnement (l'environnement étant gazeux ou liquide) qui focalise la majeure partie des questions.

On abordera les aspects thermodynamiques et cinétiques à travers des exemples qui porteront principalement sur la corrosion en milieu humide.

A2. Anti-corrosion : c'est l'aspect industriel (engineering + sociétal) qui guide la R&D en corrosion

En se plaçant dans le contexte ANF en métallurgie on montrera à travers différents concepts d'anti-corrosion (les illustrations n'étant pas exhaustives) comment il est possible d'agir soit sur le métal (annihiler la réaction d'oxydation) soit sur l'environnement (éliminer le contact du métal avec l'environnement). La présentation se fera en partant des concepts les plus « métallurgiques » vers ceux les plus « environnementaux ».

A3. Les limites de la connaissance

L'objectif est de montrer que même si l'on maîtrise la relation entre propriétés métallurgiques et réactivité de surface, on reste dans certains cas confronté à certaines limites qui apparaissent lorsqu'on essaye de modéliser et de simuler certains phénomènes de corrosion. A ce titre on prendra l'exemple des phénomènes de corrosion associés à une aération différentielle (corrosion atmosphérique).

B. Exemples emblématiques

B1. Comment les connaissances en métallurgie sont à l'origine de la lutte contre la corrosion

On prendra comme exemple la passivité des métaux et alliages et on illustrera comment l'apport des connaissances en métallurgie combinée à celle de la science des surfaces a permis de maîtriser l'ingénierie des surfaces métalliques de matériaux comme les aciers inoxydables.

B2. Application des méthodes issues des micro et nanotechnologies

On parlera du développement des sondes locales (« local probe techniques ») qui sont des sondes analytiques permettant de caractériser *in-situ* la structure et la composition des interfaces métal-environnement, de quantifier les différents gradients (chimiques, électriques) dans le milieu corrosif,... Leur échelle de résolution (allant de l'Angström à la dizaine de micromètre) les rendent compatibles avec l'ensemble des outils de caractérisation des microstructures métallurgiques : d'où l'intérêt de leur couplage.

C. Défis

Dans cette partie on évoquera les enjeux en termes de modélisation et de simulation au service de la lutte contre la corrosion en prenant un exemple directement lié à la modélisation en métallurgie. On complétera cette illustration en s'appuyant plus brièvement sur d'autres défis tout aussi importants mais moins liés à la métallurgie.

C1. Lutter de façon raisonnée contre la corrosion : comprendre le vieillissement, le modéliser, le prévoir

On introduira rapidement l'état des connaissances sur la modélisation et on illustrera la démarche prédictive en s'appuyant sur un exemple relatif à la prévision des risques de propagation de la corrosion intergranulaire (exemple alliages d'aluminium) afin d'illustrer quelles avancées sont encore nécessaires pour que la science de la corrosion (qui va au delà de l'approche mécanistique) puisse intégrer les avancées en caractérisation métallurgiques.

C2. Intégration de capteurs pour aider à la maintenance des structures

La modélisation des processus physico-chimiques aux interfaces doit permettre de développer l'intégration de capteurs dont les diagnostics pourront être associés aux outils d'aide à la décision (*Simulation Corrosion Based Management*).

D. Conclusion

On conclura sur un exemple « caricatural » illustrant pourquoi la formation en Métallurgie est importante (« *The importance to be a metallurgist* »).

"Le changement de phase liquide → solide"

Charles-André GANDIN

MINES ParisTech CEMEF UMR 7635, Sophia Antipolis, France

Abstract

A general overview of the field of solidification is given for metallic alloys. It covers a presentation of typical structures, segregations and defects found in various processes that are relevant for industrial applications. Recent examples of in-situ studies developed for the understanding of the liquid-to-solid transformation are given, based on optical microscopy, radiography and tomography. Examples

of direct simulation of solidification experiments are also given. The need for more integration of multiple scale physics coupled with thermodynamics is highlighted. More focus on real industrial alloys and processes are also clearly evidenced. Diffusion of knowledge through validated numerical models for the prediction of structures and segregations remains very limited.

Contents

- Introduction
 - Statistics (steels, aluminum, copper, ...), GdR SAM
 - Structures (micro: dendritic, peritectic, eutectic, meso: grain; macro: columnar, equiaxed)
 - Segregations (micro: phases and compositions, meso: channels, macro: casting inhomogeneities)
 - Processes (ingot casting, continuous casting, atomization, shape casting, lost foam, investment casting, welding, ...)
 - Defects (porosity, freckles, hot tears, inclusions, shrinkage, ...)
- Observations
 - Solidification studies (calorimeter, Bridgman, levitation, casting, welding, ...)
 - In-situ methods (thermocouples, radiography, topography, tomography, ...)
 - Characterizations (metallography, OM, SEM, EDS, EBSD, MET, EPMA, ...)
- Modeling
 - Scales and methodologies
 - Microsegregation studies (levitation experiments, atomization runs, ...)
 - Numerical studies for equiaxed dendritic growth (phase field, CAFE, ...)
 - Grain structure and macrosegregation (directional solidification, parallelepipedic geometry)
- Conclusions and perspectives

Diffusion réactive en microélectronique

Dominique Mangelinck

Institut Matériaux Microélectronique Nanosciences de Provence (IM2NP), Marseille

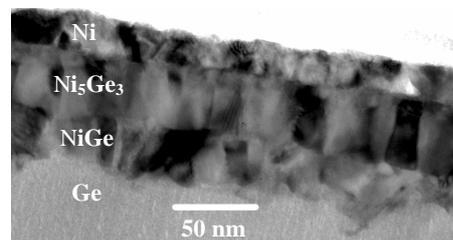
I. Bases de la diffusion réactive

1. Couple de diffusion

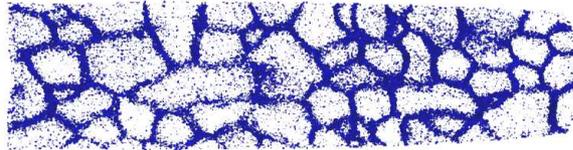
- a) Observations expérimentales
- b) Relation couple de diffusion-diagramme de phase

2. Diffusion réactive en films minces

- a) Observations expérimentales
- b) Croissance
 - i. Loi de Deal & Grove et siliciures
 - ii. Croissance séquentielle – croissance simultanée



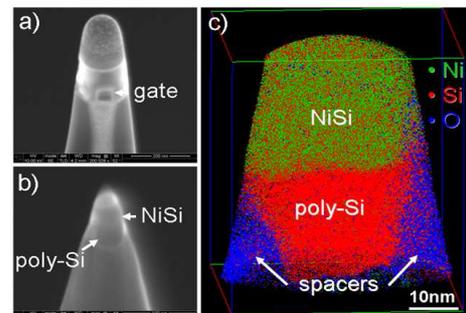
- iii. Rôle des joints de grains
 - iv. Diffusion dans les intermétalliques (Règle du Cu_3Au)
- c) Germination
- i. Premiers stades : germination et croissance latérale
 - ii. Formation contrôlée par la germination
 - iii. Éléments d'alliage



II. Exemple emblématique : les siliciures en microélectronique

III. Défis

1. Diffusion anormale
2. Résistance de contact
3. Stabilité des germanosiliciures ultraminces



Propriétés fonctionnelles

Stéphane Gorsse
ICMC Bordeaux

On qualifie généralement de "fonctionnelles" les propriétés qui ne sont pas des propriétés mécaniques, et on classe les matériaux en deux grandes catégories : les matériaux de structures utilisés principalement pour leurs propriétés mécaniques et les matériaux de fonction pour leurs propriétés électriques, magnétiques, thermiques ou optiques. Traditionnellement, les matériaux de fonction sont étudiés via des approches propres à la chimie du solide dans laquelle on synthétise de nouveaux composés en agissant au niveau de la maille atomique (recherche de nouvelles structures et modification de la nature de la liaison chimique). La métallurgie propose une démarche différente qui repose sur la genèse de microstructures et/ou d'architectures dont les caractéristiques sont contrôlées à toutes les échelles (nanoscopique, macroscopique et mésoscopique).

Pour illustrer ces concepts et le rôle de la métallurgie dans le développement des matériaux de fonction, cet exposé se focalisera sur les matériaux thermoélectriques. La recherche et développement en thermoélectricité a des retombées dans différents domaines applicatifs : la génération électrique par conversion directe de l'énergie thermique, le refroidissement de composants, et les capteurs thermiques. Malgré des efficacités de conversion limitées, la thermoélectricité s'est imposée pour certaines applications de niche (notamment le spatial en fournissant une source électrique aux sondes interplanétaires) en raison de sa fiabilité, de sa compacité et de sa robustesse, ainsi que de l'absence de partie mobile et de vibration. Par ailleurs, les technologies traditionnelles de production d'énergie, les industries lourdes et les transports sont

responsables de l'émission de très grandes quantités de chaleur dans l'environnement (estimée à 520 Mtep, Million de Tonnes Equivalent Pétrole, en Europe). Convertir cette chaleur perdue en électricité par le moyen des générateurs thermoélectriques permettrait de réduire significativement les émissions de CO₂ et d'améliorer l'efficacité énergétique dans les systèmes industriels et les transports. De telles applications, dont on mesure bien les avantages, ont une portée encore limitée par les critères auxquels doivent répondre les matériaux. L'une de ces contraintes réside dans une combinaison de propriétés conflictuelles, appelée facteur de mérite, contrôlant le rendement de conversion thermoélectrique. Améliorer la performance des matériaux thermoélectriques est un défi qui consiste à minimiser la conductivité thermique sans affecter le transport électronique. Autrement dit, un matériau thermoélectrique performant doit être à la fois un conducteur électrique et un isolant thermique. Ce défi est relevé en chimie du solide par le développement de matériaux semi-conducteurs à structures complexes et/ou ouvertes. Une approche alternative, qui sera présentée dans cet exposé, est d'agir sur la nano/microstructure afin de modifier indépendamment les caractéristiques de diffusion pour les électrons et les phonons. Différents mécanismes limitent la conduction des phonons et peuvent être mis en jeu: interactions phonon-défaut ponctuel, phonon-surface, et phonon-défaut nanométrique. Ces phénomènes ont conduit à introduire des inclusions nanométriques ou à développer les interfaces et les joints de grains dans les matériaux thermoélectriques. Les processus physiques responsables d'une diffusion importante des phonons devant dépendre des caractéristiques de la nano/microstructure, les approches développées en métallurgie offrent de nouvelles perspectives pour améliorer la performance de ces matériaux.

Dans la première partie de cet exposé, les bases de la thermoélectricité seront présentées ainsi que les différentes stratégies de développement des matériaux thermoélectriques. Dans une seconde partie, trois exemples viendront illustrer la dynamique de la recherche dans le domaine des matériaux thermoélectriques : matériaux thermoélectriques "sur mesure", architecturation par voie endogène et micro-caractérisation des propriétés. Enfin, les problèmes liés à la fabrication des générateurs thermoélectriques seront évoqués.

Contraintes Résiduelles

Vincent Klosek
CEA/DSM/IRAMIS/LLB

Introduction

Contexte : relations microstructure ↔ propriétés mécaniques. Matériaux cristallins.

Brefs rappels (?) de Mécanique des Milieux Continus

Contraintes – Déformations – HPP – loi de comportement – élasticité isotrope...

Contraintes résiduelles : définitions, origine

- notion d'incompatibilité de déformation et de contrainte interne
- les différentes échelles mises en jeu
- pourquoi leur évaluation est primordiale ?
- exemples de manifestation des contraintes résiduelles

Méthodes de détermination

- Méthodes destructives (*trou incrémental, rainure, etc...*)
- Méthodes non destructives (*ultrasons, bruit Barkhausen, microdiffraction Kossel, etc...*), et plus particulièrement méthodes de diffraction...

Détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X ou des neutrons

- Principe : diffraction par des cristaux déformés, sélectivité
- Que mesure-t-on (*1^{er} moment, 2nd moment d'une raie de diffraction*) ?
- Interprétation des déplacements de raies (formulation dans le cadre de l'homogénéisation) : *la méthode du « $\sin^2\psi$ » et ses limites...*
- Comparaison RX – neutrons
- Exemples (à préciser...) : *soudures, fissures, mise en forme, contraintes interphases ?...*

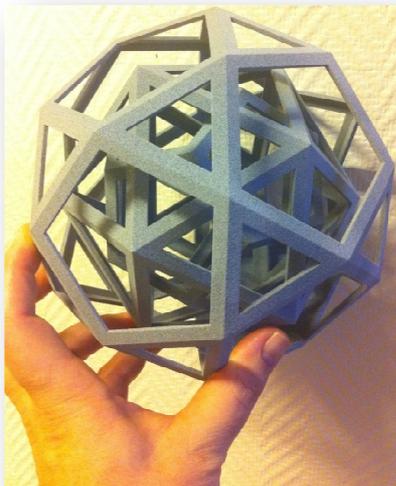
Problématiques actuelles

- Couplage des méthodes de diffraction avec la modélisation micromécanique → *hétérogénéités, prise en compte quantitative de la microstructure, mécanismes physiques mis en jeu, etc...*
- Prédiction numérique des contraintes résiduelles dans des composants → *meilleures connaissances des procédés, durée de vie, mise à profit pour performances, etc...*

Frittage laser sélectif : un procédé de fabrication additive surprenant, des matériaux encore peu innovants...

Samuel Kenzari

Institut Jean Lamour Nancy.



Les méthodes de fabrication additive consistent à réaliser des objets tridimensionnels (3D), par ajout de matière couche par couche, à partir d'un simple fichier informatique (un modèle CAO). Elles s'opposent aux méthodes de fabrication dites soustractives, comme par exemple l'usinage, qui procède par enlèvement de matière. Ces nouvelles méthodes de fabrication connaissent un fort développement et touchent énormément de secteurs industriels (automobile, aéronautique, outillage, médical et dentaire, design,...). Elles génèrent des revenus mondiaux estimés à 1200 M\$ en 2011 et un taux de croissance annuel de l'ordre de 10%. Bien que ces procédés soient parfaitement opérationnels pour produire des objets remarquables, l'offre matériaux associée est très restreinte. Par conséquent, il manque cruellement de nouvelles solutions matériaux/propriétés. En revanche, ces techniques sont suffisamment matures pour être utilisées

comme des techniques d'élaboration, ce qui permet d'envisager la mise au point de nouveaux matériaux adaptés pour ces procédés.

Le frittage laser sélectif (SLS) est un de ces procédés. Il est principalement utilisé pour le prototypage rapide ou la fabrication rapide d'objets 3D, sans contrainte de forme. Par exemple, l'objet montré sur la photographie ne pourrait tout simplement pas être réalisé par fabrication soustractive puisqu'il comporte trois objets imbriqués. Le procédé fonctionne à partir de poudre et peut être décrit de la manière suivante. L'objet à réaliser est modélisé par CAO et décomposé en sections bidimensionnelles d'une épaisseur de l'ordre de 100 μm . Une première couche de poudre est étalée sur une plate-forme de construction et un laser infrarouge est utilisé pour transformer cette poudre en une section d'objet solide par "frittage sélectif" selon le tracé 2D défini par le modèle CAO. La poudre utilisée contient au moins un polymère dont la température de fusion est en

général inférieure à 200°C. Le lit de poudre est préchauffé et le laser ne fournit localement que l'énergie thermique nécessaire pour amener le polymère à une température entraînant sa fusion. Les poudres non fondues par l'action du laser assurent naturellement le support des couches suivantes. Ensuite, la plate-forme de travail mobile descend de l'épaisseur d'une couche, une nouvelle couche de poudre est étalée et le cycle recommence pour construire la pièce de bas en haut.

Le procédé SLS est utilisé pour construire des pièces constituées soit entièrement de polymère, soit des pièces composites à matrice polymère renforcée par des particules, soit des pièces entièrement métalliques. Dans ce dernier cas, on parle de SLS indirect puisqu'il faut dans un premier temps réaliser une préforme poreuse obtenue par frittage SLS d'une poudre métallique chargée avec des particules de polymère. A ce stade, l'objet est un composite métal/polymère contenant un taux de porosité de l'ordre de 40 % en volume. Il est suffisamment rigide pour être manipulé mais n'a pas de tenue mécanique suffisante pour être utilisé directement. Cette préforme doit donc être soumise à un post-traitement thermique au cours duquel la préforme est d'abord déliantée puis infiltrée par un métal d'apport dont le point de fusion est inférieur à celui du métal de base constituant la pièce. A l'issue de ce traitement, on obtient alors une pièce composite entièrement métallique constituée de la matrice métallique et du métal d'apport. En pratique, ce procédé indirect n'est bien maîtrisé que pour la fabrication de pièces composites à matrice acier infiltrée par du bronze.

Depuis une dizaine d'année, une série de travaux a été réalisée pour étendre la gamme de matériaux utilisables en SLS indirect vers des alliages légers, plus particulièrement les alliages d'aluminium. Mais ces développements restent aujourd'hui au stade de défi technologique. Au regard des résultats publiés à ce jour, il n'a jamais été réalisé de pièces base aluminium ayant une santé métallurgique permettant leur transfert vers les secteurs applicatifs. Les propriétés mécaniques obtenues sont toujours médiocres du fait des interfaces matrice/alliage infiltré fragilisées. L'aluminium est plutôt utilisé en SLS direct, c'est-à-dire incorporé dans une matrice polymère, pour obtenir essentiellement un composite à l'aspect métallique. En revanche, les pièces obtenues sont extrêmement poreuses, ce qui limite leur champ d'application.

Après une présentation générale du domaine de la fabrication additive, nous présenterons quelques exemples où le choix des matériaux a permis de s'affranchir des problèmes rencontrés dans l'état de l'art pour la technologie SLS. Il s'agira ici de présenter, autant d'un point de vue industriel que d'un point de vue fondamental, la démarche globale abordée pour ces études, les problèmes rencontrés, les optimisations envisagées, les avantages... Nous présenterons également quelques verrous technologiques dans le développement de nouveaux matériaux prometteurs pour ce domaine.

Changement d'échelle : du grain à la structure

Brigitte Bacroix

LSPM – CNRS, Université Paris 13, Villetaneuse

1. Introduction

Du grain à la structure en passant par le matériau : quelques étapes et dates importantes ; de la plasticité cristalline à la métallurgie mécanique.

2. Les outils de base

- Du côté de la caractérisation : les grains observés à l'échelle du MET puis du MEB ; les textures cristallographiques et les contraintes estimées par diffraction ; les mesures de champs à différentes échelles ; les essais mécaniques ;

- Du côté de la modélisation : les lois de comportement du monocristal et du polycristal (lois phénoménologiques), les différentes approches de modélisation pour les polycristaux métalliques (champs moyens, champs complets) ;

3. Les différents éléments de l'approche de modélisation en champs moyens

- Les différentes étapes d'un modèle : caractérisation, localisation, homogénéisation ;
- La notion de Volume Élémentaire Représentatif (VER) ; le calcul des rotations de réseau ;
- Identification et validation des modèles.

4. Exemples réussis et questions ouvertes

- Préviation des textures et des propriétés mécaniques des tôles pour emboutissage ;
- Exemples de calculs de propriétés couplées ;
- Questions ouvertes : l'érouissage micro et macroscopique, les matériaux à grand nombre de systèmes de déformation (glissement et maillage), l'influence de la taille de grain,

Couplages comportement mécanique-environnement

Eric Andrieu
CIRIMAT, Toulouse

A. Mécanismes élémentaires

A1. L'état métallurgique local en relation avec l'oxydation des métaux et alliages.

Les processus d'oxydation impliquent des mécanismes élémentaires qui modifient de manière significative l'état métallurgique local du substrat. Ces mécanismes élémentaires seront présentés et illustrés sur la base de faits expérimentaux avérés et d'observations. Dans ce contexte, on précisera les conséquences induites par l'évolution de l'état métallurgique sur les propriétés physiques en insistant sur celles qui jouent un rôle important sur les propriétés mécaniques locales.

B. Couplages mécanique-oxydation

B1. Effets d'échelle dans le couplage oxydation-comportement mécanique

Cette partie sera consacrée à la description et la prise en compte des effets d'échelle dans le domaine des interactions oxydation-comportement mécanique. On montrera en particulier l'effet de l'épaisseur du substrat sur la sélection du mécanisme élémentaire contrôlant le comportement mécanique.

B2. Les limites de la modélisation et de la simulation

La simulation des propriétés mécaniques du matériau de surface constitutif des solides réels se nourrit de modèles établis et validés, pour l'essentiel, sur la base de propriétés déterminées à partir d'essais sur des échantillons volumineux pour lesquels l'impact des réactions chimiques en surface reste très réduit voire inexistant. Il conviendrait de modifier ou de développer de nouveaux modèles sur la base de données acquises sur des échantillons de faible épaisseur afin de mieux préciser l'impact de l'évolution permanente de l'état métallurgique du substrat sur le comportement thermomécanique du matériau de surface.

Des exemples illustreront cette partie du cours.

B3. Quelles expériences pour aller plus loin ?

Il s'agit là d'un domaine assez effervescent où l'imagination des chercheurs se débride et conduit au développement d'expériences complexes ou apparemment simplissimes qui, exploitées sans retenue, génèrent des faits expérimentaux empreints d'une certaine impertinence mais susceptible d'éprouver la robustesse du réputé acquis. Quelques exemples d'expériences seront mentionnés. L'apport des techniques d'analyses et d'observation est ici particulièrement précieux.

C. Défis

Accroître le contenu des bases de données relatives aux effets des interactions comportement mécanique-vieillesse microstructural-oxydation, corrosion dans le but d'optimiser l'état métallurgique initial du matériau de surface.

Intégrer les gradients de propriétés dans la modélisation constitue une étape nécessaire pour accéder aux états mécaniques locaux et à la cinétique d'endommagement.

Mécanique de la rupture

Thomas Pardoen

Université de Louvain la neuve, Belgique.

1. Introduction

- A. Rappels des mécanismes de rupture dans les métaux
- B. Pourquoi la mécanique de la rupture

2. Bases de la mécanique linéaire élastique de la rupture

Notions de champs en K, G, taille de zone plastique KIC, GIC, validité

3. Bases de la mécanique élastoplastique de la rupture

Notions de champs de HRR, J, CTOD, JR curve, grandes déformations

4. Lien entre la ténacité et la microstructure/mécanismes dans les métaux

- A. Rupture fragile – modèle RKR
- B. Rupture ductile – modèle de croissance-coalescence de cavités
- C. Cas de tôles minces métalliques

5. Limites de la mécanique de la rupture

Effets de géométrie, paramètre unique, invalidité, complémentarité avec approche par micromécanique de l'endommagement

« Mécanique aux petites échelles » ou comment mesurer et qu'est ce que l'on apprend de la déformation d'objets micro et submicrométriques.

M. Verdier

SIMAP Grenoble.

I. INTRODUCTION

Motivations : objets d'études / échelle de longueur et conditions limites: nanocomposites 3D-interfaces / films sur substrat / fils-plots

Motivations technologiques: *3 illustrations pour chaque condition limite*

Bulk: Conducteurs composites Cu-Nb

Traitements de surface (films/substrats) : mécanique (tribologie) ; fonctionnels: corrosion / biocompat...

Technologies planaires/litho (Microelectr): ex microstructures 3D des interconnexions Cu

But : Identification de lois de comportement

élastique (modules / contraintes résiduelles)

élasto-plastique: paramètres retenus = limite d'élasticité / écrouissage / sensibilité à la vitesse de déf.

Rappels: effets d'échelle / matériaux cristallins

limite théorique d'un cristal vierge de défauts

effet du confinement : film/substrat (Orowan, dislocation individuelle) ; Hall-Petch (collectif)

Libre parcours moyen des dislocations : Ashby disloc. statistique/géométriques, effet d'échelle

II. MODES DE SOLlicitATIONS - MESURES

pour chaque cas, rappels principe et gamme de déformation - limites - artefacts

Traction uniaxiale

- Brenner / whiskers
- traction autoportant multicouches Cu/Ag
- dispositifs intégrés: Al (Pardoën), Pd (sens. Vitesse déf.);

Compression uniaxiale

- micropiliers (fcc / bcc), effets de taille

Flexion

- Mesure de la courbure
- Gonflement

Indentation

- Effet de taille
- géométrie film/substrat (Cu/Si): mismatch élastique et écrouissage
- biphasé (précipité/matrice)

Grandes déformations

- laminage de multicouches autoportantes (Cu /acier ; Cu/Nb)
- codéformation (fcc/fcc, fcc/bcc)

III. QUESTIONS OUVERTES -défis

- cas des verres métalliques (revue effet d'échelle: SZT/microbandes)
- Mesures en T. ; couplage diffusion /défauts (ex. Diff aux jdg, croissance grains)
- Mesures quantitatives du rôle des interfaces (conditions limites: cristal/amorphe, puits de défauts etc)
- Caractérisation de l'état initial / défauts

Severe Plastic Deformation Processes: Microstructure, Texture and Grain Refinement

László S. Tóth

Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3), Metz, France
Laboratory of Excellence on Design of Alloy Metals for low-mAss Structures (DAMAS), Lorraine
University, France

Introduction

A new era of SPD research started with the work of Segal [1] who invented the Equal Channel Angular Extrusion (ECAE) process which can introduce very large strain into a metallic specimen pushed through an angular die (Fig. 1). The sample does not change its cross-section during the process and can be extruded many times in a row.

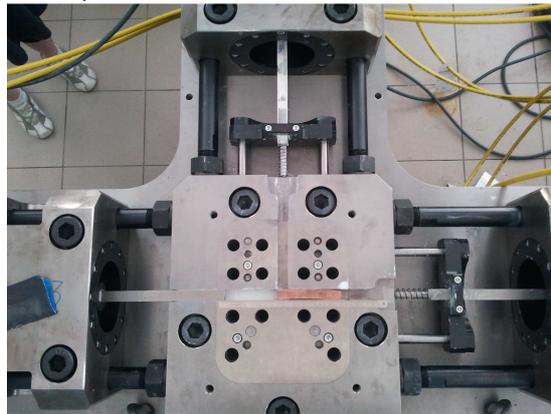


Fig. 1. The die of the 3-axe 90° ECAE machine in Metz

One of the main effects of SPD is the extraordinary increase of strength of the metal due to a grain refinement process (through the Hall-Petch relation); see examples for Ti and Cu on Fig. 2. The decrease in grain size is significant during SPD (for example; from an initial 50 μm down to 0.1 μm) transforming material properties dramatically and opening special applications for medical implants, micro-parts, superplastic forming, substrates for enhanced cell growing [3], etc...).

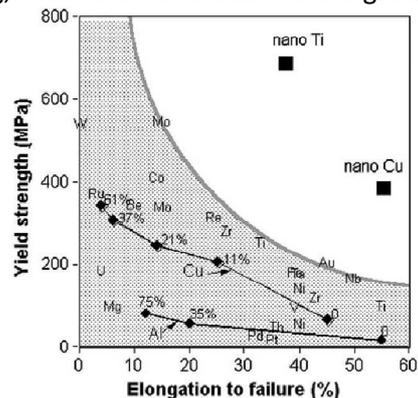


Fig. 2. The paradox of strength vs ductility; the SPD nano-Ti and nano-Cu has superior properties [2]

It is interesting to apply SPD technique to high purity metals where other strengthening mechanisms cannot increase the strength of the metal. Extreme large strains can be achieved even in fragile metals due to the application of a high hydrostatic pressure which prevents fracture development. The dimensions of the sample also remain the same as before processing.

Currently, extensive research is being done in SPD; see a review by Valiev and Langdon [4]. An extensive international collaboration between the SPD research groups of Metz, Dresden [5], Melbourne [6], Los Alamos [7] and Bangalore [8] resulted in significant progress in the understanding

of the deformation process in ECAE [9,10] and modelling of textures together with the grain fragmentation process [11,12]. Fig. 3 shows the SPD installations in the University of Metz.



Fig. 3. SPD equipments in Metz: ECAE and HPTT

Apart from the most used SPD process - which is ECAE - other SPD techniques, such as cyclic extrusion and compression (CEC) [13], accumulated rolling-bonding (ARB) [14], high pressure torsion (HPT) [15], repetitive corrugation and straightening (RCS) [16], multi-directional forging (MDF) [17], twist extrusion (TE) [18] and sheet ECAE [19] are also able to produce UFG materials. The Metz-group invented still another SPD process, called HPTT (High Pressure Tube Twisting [20]) which is suitable to process tubes in SPD (see the equipment in Fig. 3 on the right side).

The strain mode in SPD

It is now agreed that the strain state in ECAE is simple shear acting at the intersection plane of the channels. The amount of strain depends strongly on the angle between the channels. For a 90° die, it is a shear of 2 in one pass. The strain zone can be much localized (for materials showing high strain hardening) or have a fan-shape. Two sophisticated modelling were introduced to describe the strain field in ECAE; the flow line model of Tóth et al. [9] and the fan model of Beyerlein and Tomé [21]. When the strain mode is examined in the die reference system, in both models the strain mode is a combination of plain strain rolling and a large rigid body rotation in the plane of intersection of the channels. The existence of the rigid body rotation makes the texture development in ECAE different with respect to rolling.

The strain mode in HPT and HPTT is also simple shear; in the plane of the disc for HPT, and in the wall of the tube for HPTT. The strains can be extremely large in these processes in one single operation (in principle, there is no limit). In ECAE, however, several passes are needed to accumulate large strain.

The strain state in the ARB process is similar to conventional rolling. The main feature of ARB is that the sheet thickness remains constant due to the re-stacking process between rolling passes. In this way, very large strains can be reached in ARB technique. The stacking process makes the sheet a layered structure in which the strain mode is varying between shear and rolling strain (the shear is coming from the contact regions of the sheet with the rolls).

Strain hardening in SPD

The strengthening of the material during SPD is due to strain hardening. Because of the large strains, Stages IV, V and saturation (Stage VI) can be observed. An example is shown in Fig. 4 for ECAE. The experimental points are obtained from hardness measurements after each pass. The continuous curve is from modelling. For large strains, the most commonly used hardening model is based on the dislocation cell structure, introduced in [22]. For very small –nanocrystalline- grain sizes, a deviation from the Hall-Petch relation, leading to smaller material strength than expected, has been observed. The effect can be attributed to the relative absence of dislocations and the increased capacity of diffusion in the grain boundary regions occurring for very small grain sizes.

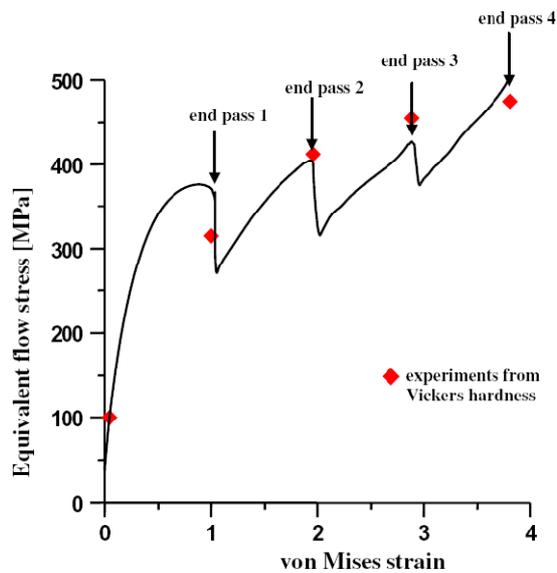


Fig. 4. Strain hardening in ECAE of Cu [23]

Microstructure features

The grain structure obtained by ECAE is characterized by an average grain size between 250 nm and 1 μm , high angle grain boundaries (from 40% to 70%), a continuous increase of misorientation across subgrain boundaries [24], and large vacancy concentration [25]. It is known that traditional rolling can also produce fine grained structure. Recently, asymmetric rolling (ASR) has attracted much attention due to the capability of producing UFG structure with high angle boundaries on low temperature annealing.

The misorientation angles between adjacent grains can be measured by electron backscatter diffraction (EBSD) technique. The distribution of the measured misorientation angles for large number of grains gives information about the evolution of grain subdivision. An example of such distribution is shown in Fig. 5 for 3-pass ECAE of Cu [12].

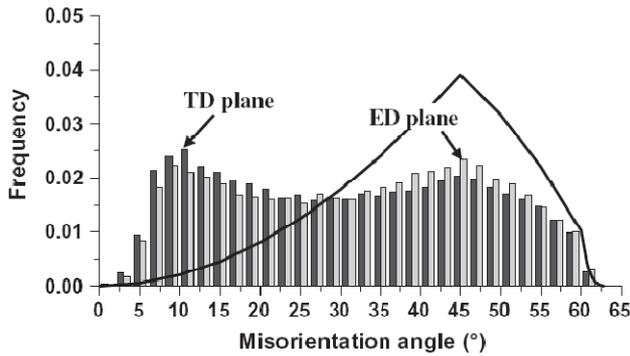


Fig. 5. Measured next-neighbour misorientation distribution in 3-pass ECAE deformed copper [12]

The differences in the distributions measured on different planes were interpreted in [12] in terms of two distributions of the new grains corresponding to the interior and grain boundary regions of the initial large grains.

Texture evolution

As the deformation mode in most SPD processes is simple shear, the deformation textures are also that of simple shear. The shear textures consist of fibres with varying intensity along the fibre components. A comprehensive study of ECAE textures is presented in [7]. While ECAE is simple shear in each pass, the strain path is not constant in ECAE when several passes are done. There is a necessary rotation to be applied on the sample between ECAE passes and even a secondary rotation around its longitudinal axis is usually applied. These rotations change the crystal orientations with respect to the deformation mode and can lead to dramatic changes in the texture (they influence also materials strength, work hardening, plastic anisotropy, formability, grain refinement and fracture). The three main deformation plane models of ECAE all lead reasonable good texture predictions [7]. Finite element modelling is also efficient. An example of the ODF is shown in Fig. 6 in the $\varphi_2=0^\circ$ section of orientation space using the flow line model for ECAE of Cu in two passes.

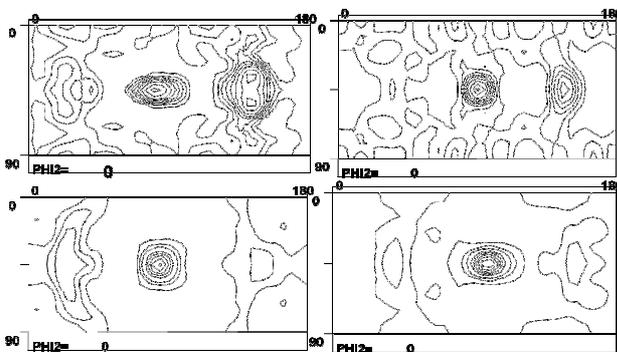


Fig. 6. Measured (left) and simulated (right) ODFs in one (top row) and two passes (bottom row) of ECAE of Cu

A model of texture, grain refinement and hardening

Grain refinement is an important issue in SPD processes because the real aim of SPD is to produce a very fine grain size. This is why many experimental studies are reported in the literature concerning the characterization of the microstructure and its refinement. Measurements prove that mechanical properties are improved dramatically with grain refinement. Although good progress has been achieved on the experimental side, simulation work is less developed. The existing attempts for understanding grain refinement have focused on the effects of the initial orientations of a grain and its neighbours as well as the effects of the deformation field itself. Recently, a model has been proposed that does account for grain subdivision in considering microstructure evolution, including grain size and local misorientation distributions, overall texture and strain hardening [11]. This model

is based on the assumption that crystal rotation inherent in plastic deformation (for non-ideal orientations) is not uniform within a grain. In its grain boundary area, the lattice rotation is slowed down as an effect of the grain boundary, which is basically an effect of the neighbouring grains (Fig. 7).

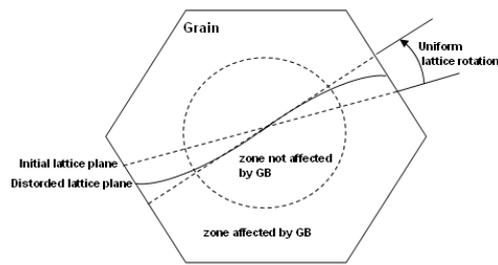


Fig. 7. Assumed distortion of a lattice plane in a crystal due to its grain boundary

As this modelling is based on crystal rotation, a polycrystal plasticity model is used – the Taylor model – to obtain lattice rotations. In this way, the texture of the material is also taken into account, together with the possible slip systems of the crystal. The model permits to introduce the initial grain size distribution, and predicts the same after large strain together with the texture development and other microstructure features, such as next-neighbour grain misorientation distribution. Using a modified dislocation based hardening model originally published in [22], hardening can also be predicted together with dislocation densities and cell-wall misorientations. The grain subdivision model, however, is relatively simplified. The initial grain shapes are assumed to be cubic and their fragmentation is also of cubic shape – updated in form by the imposed deformation gradient. In spite of the simplifications, the model is able to predict several features at the same time; an example is shown in Fig. 8 for the grain size distributions; predicted and measured for copper after two passes in ECAE [11].

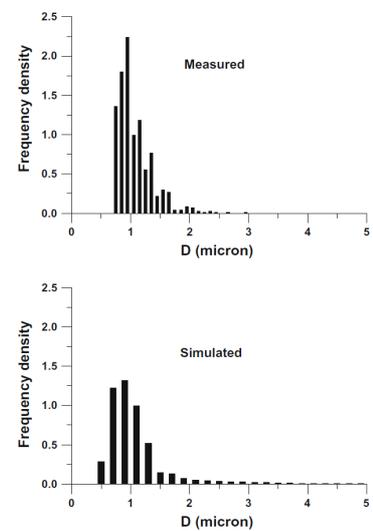


Fig. 8. Measured and predicted grain size distribution for Cu after 2 passes in EACE (initial average grain size was 24 μm).

Strain path effect on grain refinement

As a case study, we examined the differences in the grain refinement process when different processing routes were applied on the same material. ECAE, Route A up to two passes, and cold rolling was selected and the grain refinement state was characterized by orientation imaging using the technique of EBSD in scanning electron microscopy. The simulation results confirmed the basic hypothesis of the grain refinement model, namely, larger lattice rotation rate leads to smaller grain size. This is why the grain fragmentation process is more effective in ECAE compared to rolling at the same equivalent strain (Fig. 9). It is the larger lattice rotation in ECAE which is responsible for the marked differences in the grain sizes [10].

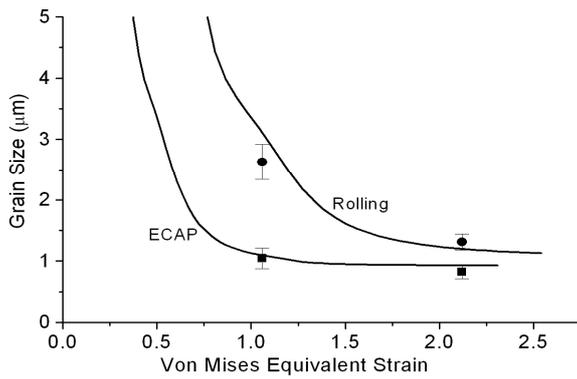


Fig. 9. Simulated (continuous lines) and experimental (symbols) development of average grain size obtained in ECAE and rolling [10]

Strain reversal effect on texture and grain refinement

During ECAE there are several routes (strain paths) that can be employed to the sample by applying different rotations around the sample's longitudinal axis after every pass. In one route – called Route C – there is a 180° rotation which is very specific: it leads to opposite simple shear in each successive pass. It is actually the route which is the easiest to realize experimentally by simply pressing the sample back and forth in the die using both the pressing and the back-pressure punches. Applications of the above presented grain refinement model have shown that the grain refinement itself can fully explain the strain reversal texture in Route C ECAE of copper, without taking into account strain hardening, co-rotation scheme of neighbouring grains or possible imperfection in strain path inversion (Fig. 10) [26].

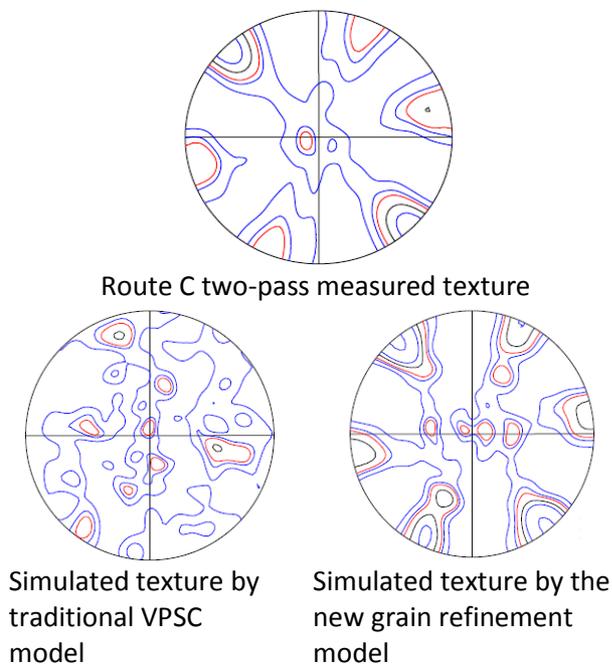


Fig. 10. Two-pass Route C texture from experiment and modelling approaches

The grain size distribution is also fairly predicted by the model; it is slightly smaller in Route C than in other routes.

References

- [1] VM Segal, Mater Sci Eng A 271 (1999) 322-333.
- [2] RZ Valiev, IV Alexandrov, TC Lowe, et al., J Mater Res 17 (2002) 5.
- [3] Y Estrin, EP Ivanova, A Michalska, et al., Acta Biomater 7 (2011) 900-906.
- [4] RZ Valiev, TG Langdon, Prog Mater Sci 51 (2006) 881-981.
- [5] W Skrotzki, N Scheerbaum, CG Oertel, et al., Acta Mater 55 (2007) 2013-2024.
- [6] R Lapovok, LS Tóth, A Molinari, Y Estrin, J Mech Phys Sol 57 (2009) 122-136.
- [7] IJ Beyerlein, LS Tóth, Prog Mater Sci 54 (2009) 427-510.
- [8] S Suwas, LS Tóth, JJ Funderberger, et al., Scripta Mater 49 (2003) 1203-1208.
- [9] LS Tóth, RA Massion, L Germain, et al., Acta Mater 52 (2004) 1885-1898.
- [10] CF Gu, LS Tóth, M Arzaghi, CHJ Davies, Scripta Mater 64 (2011) 284-287.
- [11] LS Tóth, Y Estrin, R Lapovok, C Gu, Acta Mater 58 (2010) 1782-1794.
- [12] LS Tóth, B Beausir, CF Gu, et al., Acta Mater 58 (2010) 6706-6716.
- [13] VM Greshnov, OV Golubyev, AV Rtishchev, Forging Stamping Prod 2 (1997) 8.
- [14] N Tsuji, Y Saito, H Utsunomiya, et al., Scripta Mater 40 (1999) 795-800.
- [15] J Languillaume, F Chmelik, G Kapelski, et al., Acta Metal Mater 41 (1993) 2953.
- [16] JY Huang, YT Zhu, H Jiang, et al., Acta Mater 49 (2001) 1497-1505.
- [17] SV Zherebtsov, GA Salishchev, RM Galejev, et al., Scripta Mater 51 (2004) 1147-1151.
- [18] Y Beygelzimer, V Varyukhin, AN Saprionov, et al., Phys Technol High Press (1999) 109.
- [19] JC Lee, HK Seok, JY Suh, Acta Mater 50 (2002) 4005-4019.
- [20] LS Tóth, M Arzaghi, JJ Funderberger, et al., Scripta Mater 60 (2009) 175-177.
- [21] IJ Beyerlein, CN Tomé, Mater Sci Engng 380 (2004) 171-90.
- [22] LS Tóth, A Molinari, Y Estrin, J Eng Mat Techn 124 (2002) 71-77.
- [23] LS Tóth, Comp Mat Sci 32 (2005) 568-576.
- [24] QR Liu, N Hansen, Mater Sci Eng A 260 (1999) 275-283.
- [25] MJ Zehetbauer, J Kohout, E Schafner, et al., J Alloys Compd 378 (2004) 329-334.
- [26] CF Gu, LS Tóth, CHJ Davies, Scripta Mater, 65 (2011) 167-170.

Matériaux sous irradiations

P. PAREIGE

Université de Rouen, Groupe de Physique des Matériaux - UMR CNRS 6634

Le but de cette présentation est de fournir une vision d'ensemble des mécanismes physiques à l'origine des modifications des propriétés des métaux et alliages métalliques sous irradiation. A ce titre les matériaux des installations nucléaires illustreront les propos. Dans une première partie, la connaissance actuelle du dommage élémentaire, ce qui se passe du point de vue du matériau pendant les quelques dizaines de picosecondes qui suivent l'interaction du neutron avec la structure cristalline du composant, sera présentée. Dans cette présentation, les informations seront limitées aux matériaux métalliques pour lesquels les mécanismes sont beaucoup mieux connus que dans les autres matériaux.

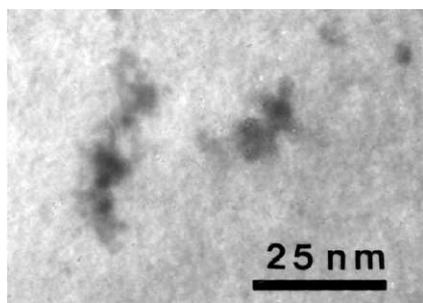
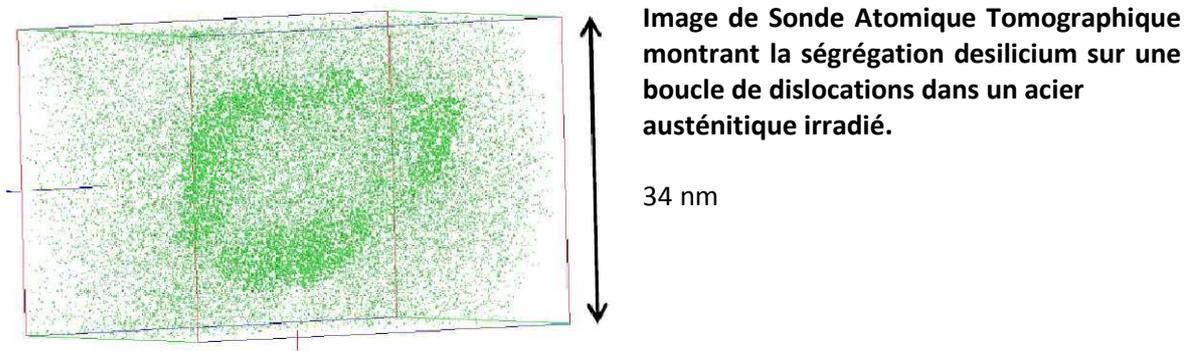


Image MET de la trace (désordre chimique) de coeurs de cascades de déplacements et sous cascades dans un alliage ordonné Cu₃Au irradié à basse température.

Dans une seconde partie, les évolutions structurales aux échelles nano- ou microscopiques seront décrites et analysées. Ces évolutions sont connues comprises grâce aux développements de techniques d'analyses et d'expériences spécifiques ainsi qu'aux développements de modèles utilisés pour la simulation. Un rappel des techniques expérimentales majeures utilisées dans le domaine de l'analyse des microstructures sera fait.

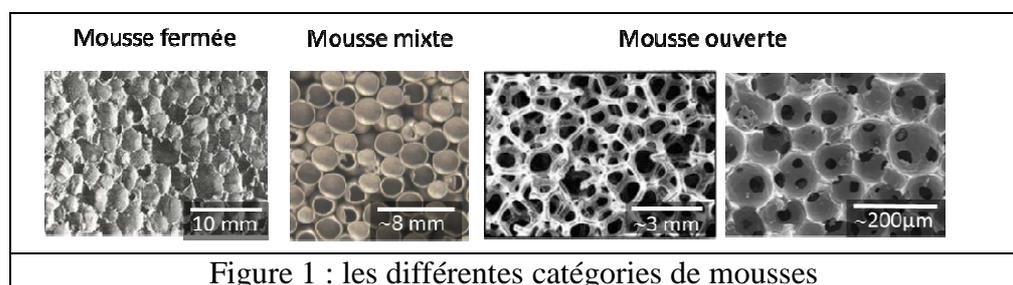


Dans une dernière partie, les effets macroscopiques de l'irradiation seront décrits. Pour les matériaux qui nous intéressent, se sont essentiellement des changements dimensionnels et des modifications des propriétés mécaniques. Les effets de l'irradiation sur les phénomènes de corrosion ne seront pas abordés ici.

Les matériaux cellulaires : les mousses métalliques

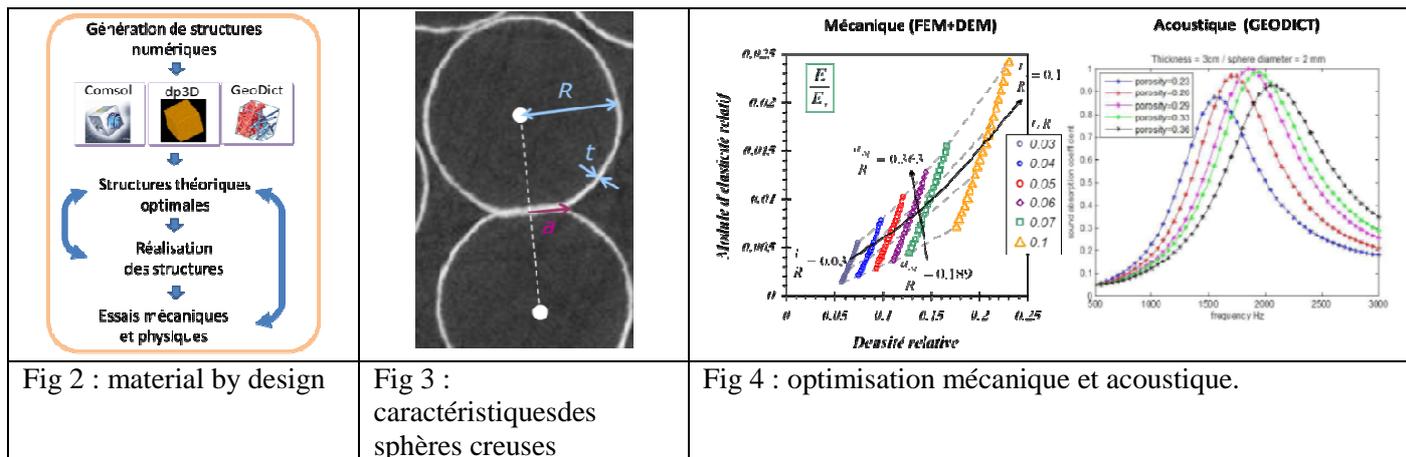
L. Salvo, P. Lhuissier, A. Fallet, Y. Bréchet, C. Martin, A. Wiegmann
SIMAP, Grenoble

Les mousses métalliques existent depuis les années 1950 avec l'apparition des premiers brevets [1]. Un regain d'intérêt pour ces matériaux a vu le jour dans les années 1990 avec le souci de l'allègement des pièces car elles présentent des propriétés physiques et mécaniques intéressantes pour un poids faible. La figure 1 montre les différentes catégories de mousses que l'on peut trouver : les mousses ouvertes, dont la porosité est ouverte, les mousses fermées, dont la porosité est fermée et les mousses mixtes qui présentent les deux types de porosités.



L'optimisation de tels matériaux nécessite une démarche de « material by design » : en effet ils sont en général décrits par de nombreux paramètres géométriques ce qui rend une approche classique élaboration-caractérisation-modélisation longue et difficile. La démarche de material by design propose à partir d'une description numérique des structures de simuler le comportement mécanique ou physique afin d'identifier les solutions pertinentes qui sont ensuite élaborées (Figure 2). Par exemple pour les empilements de sphère creuses présentent de par leur porosité mixtes des intérêts pour des structures à bonnes propriétés mécaniques et qui possèdent aussi de bonne

caractéristiques acoustiques. Les paramètres à optimiser sont bien sûr la densité mais aussi la taille des sphères R , leur épaisseur t et la taille de contact entre sphères a . En utilisant les éléments finis pour obtenir les lois de contact entre deux sphères, il est possible de simuler le comportement mécanique d'un empilement de sphères par DEM et d'obtenir le module d'Young de l'empilement en fonction des caractéristiques (figure 4). Il ressort de cette analyse que des gains de poids importants peuvent être réalisés en jouant sur la taille des cols normalisée (a/R) plutôt que sur l'épaisseur des sphères normalisée (t/R). Il est possible aussi de calculer les propriétés acoustiques (principalement ici le coefficient d'absorption acoustique en fonction de la fréquence) en utilisant les modèles analytiques de J.F. Allard et le logiciel GeoDict pour obtenir les paramètres structuraux nécessaires à ces modèles. L'optimisation conjointe mécanique et acoustique permet de trouver d'obtenir des structures qui offre des gains de poids de l'ordre de 20%.



[1] <http://www.msm.cam.ac.uk/mmc/people/old/dave/dave.html>

[2] J.F. Allard , N. Attala, "Propagation of Sound in Porous Media : modelling sound absorbing materials", Wiley 2nd edition, 2009, 374 pages.

[3] A. Fallet , P. Lhuissier , L. Salvo, C. L. Martin, A. Wiegmann, M. Kabel, "Multifunctional Optimisation of Random Hollow Spheres Stacks", Scripta Materialia 2012 : under publication

La fatigue des métaux, point de vue et perspective

André Bignonnet
ABC

- la théorie de l'adaptation et les concepts de fatigue
- fatigue à grand nombre de cycle
- fatigue oligocyclique
- point de vue et perspective

Matériaux Architecturés

Olivier Bouaziz
ARCELOR-MITTAL

Nouvelles techniques de caractérisation de la microstructure.

Eric Maire

INSA de Lyon. Laboratoire MATEIS. UMR CNRS 5510.

La caractérisation de la microstructure des matériaux est un des piliers de la métallurgie. Les méthodes de préparation d'échantillons (préparation métallographique) puis d'observation avec différents dispositifs (microscopies) ont fait la renommée des métallurgistes expérimentateurs.

Que peut on bien trouver de nouveau dans ce domaine qui justifie un cours avec un intitulé tel que « Nouvelles techniques de caractérisation » dans une action de formation en métallurgie ? Le parti pris de l'auteur est de présenter les différentes méthodes récentes permettant d'obtenir une image TRI-DIMENSIONNELLE de la microstructure. Nous présenterons dans ce cours les nouvelles méthodes d'imagerie 3D les plus utiles à la science des matériaux et à la métallurgie c'est à dire celles qui ont récemment été le plus utilisées pour être couplées à l'analyse des propriétés des matériaux. Nous classons ces différentes méthodes en deux catégories : les méthodes destructives et les méthodes non destructives.

- Les méthodes destructives sont basées sur l'observation successive de la surface de l'échantillon après enlèvement de couches de matière. La combinaison et l'empilement de ces coupes 2D successives donne une image 3D de la microstructure de l'échantillon. Les images de la surface sont en général obtenues par les méthodes classiques de microscopie (microscopie électronique ou optique). L'enlèvement de couche peut être réalisé par polissage mécanique, chimique, électrochimique (dans ces deux cas, le polissage peut être sélectif), ou par bombardement ionique. Deux exemples de ces méthodes (parmi les plus utilisées en mécanique des matériaux) seront présentés en détail : il s'agit de la reconstruction par polissage mécanique successif (la plus ancienne des méthodes employées, le « serial sectioning») et une méthode plus récente basée sur l'utilisation d'un appareil de microscopie à double faisceau (Dual Beam) un faisceau d'ion (Focussed Ion Beam) pour l'enlèvement de matière, et un faisceau d'électron pour l'imagerie, le faisceau d'ion pouvant d'ailleurs aussi être utilisé pour l'imagerie. Ces deux méthodes donnent une information 3D à une échelle très fine. Une autre méthode très utilisée et qui s'apparente aux deux précédentes sera aussi présentée. Il s'agit de la sonde atomique tomographique. Dans cette technique, le matériau est également imagé coupe par coupe, mais l'épaisseur de matière enlevée est de l'ordre de la monocouche atomique. L'image de chacune des coupes est également réalisée avec une précision proche de la résolution atomique. Cette méthode donne donc des renseignements identiques à ceux donnés par les deux méthodes précédentes, mais à une échelle encore plus fine, l'échelle de l'empilement des atomes.
- Les méthodes non destructives sont basées sur l'interaction entre un rayonnement et l'intérieur du matériau. En effet, obtenir une information sans détruire l'échantillon, nécessite de le sonder avec un rayonnement non destructif. Ce rayonnement doit pénétrer, interagir, puis ressortir de l'échantillon avec une intensité suffisante. En pratique on utilise des électrons (Microscopie électronique en transmission), des rayons X, des neutrons, (radiographie aux rayons X ou aux neutrons), des ondes acoustiques (microscopie acoustique à balayage) ou des ondes magnétiques (Résonance Magnétique Nucléaire). Pour obtenir une image sur la profondeur de l'échantillon, il existe encore ici deux voies :
 - soit il est possible de focaliser le rayonnement pour obtenir l'information par réflexion provenant d'une certaine profondeur (cas de la RMN et de la microscopie acoustique), dans ce cas le volume peut être reconstruit en balayant la focalisation à

différentes profondeurs;

- soit on récupère sur un détecteur le rayonnement traversant tout l'échantillon (méthodes en transmission, aux neutrons, aux électrons ou aux rayons X). Cette projection en 2D contient une information sur les interactions subies par le rayonnement au coeur de l'échantillon. Il est aujourd'hui possible de déconvoluer cette information projetée, en multipliant le nombre de projections sous différents angles d'incidence du rayonnement sur l'objet à analyser. Cette étape de reconstruction de la microstructure 3D à partir de projections 2D est informatisée. Elle a été développée pour les rayons X dans le milieu médical pendant les années 1970 et ne cesse de se développer depuis. Elle a donné lieu à l'application très connue du scanner médical, que nous appliquerons dans ce cours sous le vocable de `tomographie aux rayons X'. Le principe a ensuite été appliqué à la caractérisation par rayonnement neutronique et électronique.

Il se trouve que la tomographie aux rayons X est la technique plus largement utilisée en science des matériaux. Elle présente l'avantage d'être non destructive, sans doute adaptée à une échelle des plus intéressantes en mécanique des matériaux (résolution de l'ordre du micromètre). Elle est aujourd'hui assez facile à utiliser. Ceci explique que cette technique sera la plus détaillée de cette description.

En terme de challenge pour le futur de la métallurgie, nous parlerons de l'adaptation des méthodes d'imagerie 3D à l'étude des matériaux architecturés (en relation avec le cours d'Olivier Bouaziz dans cette même action de formation) et de l'amélioration en résolution spatiale et temporelle des techniques basées sur les rayons X.

Milieus semi-solides

Michel Suéry
SIMAP, Grenoble

Bases :

Etat semi-solide d'un alliage

- au chauffage en partant du solide (fusion partielle)
- au refroidissement en partant du liquide (solidification partielle)

Paramètres importants :

- fraction de solide (diagramme de phases à l'équilibre)
- autres paramètres (taille du solide, morphologie, connectivité, ...)

Intérêt d'une caractérisation de l'état semi-solide:

- pour mieux comprendre les mécanismes de solidification
- pour mieux comprendre les mécanismes de frittage avec phase liquide
- pour la mise en forme (procédés intermédiaires entre ceux utilisés à l'état solide (forgeage) et ceux utilisés pour l'état liquide (moulage par injection))
- pour la compréhension des phénomènes de fissuration à chaud qui se produisent aussi bien en coulée qu'en soudage

Deux exemples :

Caractérisation microstructurale

Problématique :

- nécessité de tremper très vite pour figer la microstructure présente à l'état semi-solide : c'est généralement impossible hormis pour les très petits échantillons
- nécessité d'une caractérisation en 3D pour mesurer certains paramètres
 - Coupes sériées (fastidieux)
 - Microtomographie

Solution optimale : microtomographie in-situ

- nécessité d'une résolution spatiale et temporelle suffisante
- alliage avec bon contraste d'absorption entre le liquide et le solide

Caractérisation rhéologique et mécanique

- pour la mise en forme (fraction de solide $\sim 50\%$)

→ Viscosimètres divers et variés (Couette, Searle, cône-plan, ...)

- pour comprendre le phénomène de fissuration à chaud (fraction de solide $> 90\%$)

→ Essais mécaniques lors de la solidification avec des vitesses de solidification compatibles avec le procédé (quelques °C/s en coulée et quelques centaines de °C/s en soudage)

Problèmes clés :

- Modélisation du comportement rhéologique dans les conditions de la mise en forme par moulage par injection (une fraction de seconde)
- Modélisation du comportement mécanique à fraction de solide élevée
- Critère de fissuration à chaud

Questions ouvertes en : Solidification

Philippe Jarry
Constellium

Questions ouvertes en :

Mise en forme thermomécanique – Exemple du laminage des aciers

Pierre Montmitonnet
Mines-Paristech, CEMEF Sophia Antipolis

1. Un procédé universel

Le laminage voit passer la grande majorité de tout le métal utilisé.
Il est extrêmement divers par les produits formés comme par les machines - outils
Son utilité vient du fait qu'il peut être caractérisé comme un procédé incrémental continu

2. Quelques caractéristiques de base

Laminage à chaud / laminage à froid
Procédé multipasse : laminage réversibles, multicage, tandem, continu...
Défauts géométriques, métallurgiques, superficiels

3. Un procédé très multidisciplinaire

Analyse du Train à Bande à chaud : des fours de réchauffage au bobinage
Analyse du Tandem à froid : du décapage à l'expédition

4. Questions ouvertes

De la chimie à la mécanique, l'oxydation lors du laminage à chaud
Composition, structure, propriétés mécaniques et conséquences sur laminage et produit laminé. La compréhension est acquise, la mesure des données nécessaires au calcul est le problème.

L'élargissement, un problème technologiquement ouvert
Problème multifactoriel (géométrie, structure / texture, thermique, frottement...). Les concepts et outils existent, mais il est très lourd de mesurer toutes les caractéristiques physiques voulues

Instabilité mécanique et défauts de planéité
Flambage de tôle mince (→ modes multiples) sous contrainte résiduelle évolutive, couplage thermique...Demanderait d'aller au-delà des limites de ce que peut actuellement la science mécanique.

Science des surfaces, tribologie, lubrification
Spécificité des additifs de lubrifiant vis-à-vis des alliages et composition de surface; adhésion, couches de transfert et qualité de surface des produits

Endommagement, résistance mécanique et résistance à la corrosion
L'endommagement ductile crée au sein d'un acier une multitude de micro-cavités et microfissures. Quel est leur effet sur la résistance aux agressions mécaniques ou chimiques ?

Thermique du contact solide – liquide ou solide - solide
Jets de refroidissement, ébullition, coefficient de transfert thermique; contact produit – cylindres, coefficient de transfert thermique ou RTC contact.

Table ronde

Technologies majeures à conserver et verrous

Jean-Hubert Schmitt, Ecole Centrale Paris

Serge Graffard, GrameF

Participants

- Bruno Dubost (Constellium)
- Shigehisa Naka (ONERA)
- Jean-Pierre Bellot (IJL)
- Dominique Mangelinck (IM2NP)

1- Introduction de la Table ronde

- Rappel des conclusions du Rapport « La Métallurgie, sciences et ingénierie » des Académies
Parmi celles-ci, on note :

« Nous subissons [...] une « désindustrialisation » qui a rejailli sur tout l'amont : l'enseignement de ces matières, naguère brillant, a partiellement disparu ; des laboratoires se sont contractés ; des compétences ont été dispersées ; les étudiants se sont éloignés de disciplines jugées « non porteuses », à l'instar d'autres sciences de l'ingénieur. »

et les recommandations suivantes :

2. *Que [...] la Métallurgie [...] soit intégrée – dans nombre des cursus d'écoles d'ingénieurs, universités, Cnam, IUT, formations BTS... – comme matière scientifique et technologique moderne, riche de sujets d'enseignement originaux, débouchant sur des applications industrielles majeures.*

3. *Que science et génie métallurgiques soient individualisés par les grands organismes de recherche comme activités idéalement interdisciplinaires, mêlant au mieux l'appliqué et le fondamental.*

4. *Que soit créée pour 3 ans [...] une Mission interministérielle comprenant, à parts égales, industriels et universitaires, français et étrangers.[...]*

5. *Que soient installés par la Mission, au terme d'une procédure rigoureuse, quelques (de 2 à 4) « Pôles enseignement/recherche » ou « Instituts de Métallurgie » ? (cf. chapitre 3, recommandation 8) affermissant les collaborations laboratoires publics/centres de recherche industriels (français et européens), notamment par échanges croisés de chercheurs.*

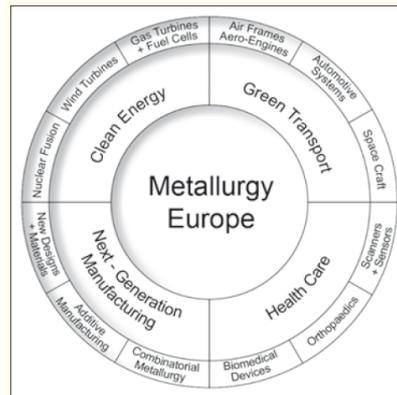
Il en ressort l'importance stratégique d'une industrie métallurgique forte et innovante en France (y compris pour le soutien aux matériaux de niche : électronique, santé...)

- ⇒ Nécessité d'un lien fort et d'une interaction constante industrie-recherche-formation au niveau Français
- ⇒ Besoin de s'appuyer sur l'Europe

- Présentation rapide du Gramef et de ses actions récentes
- Les besoins socio-économiques en France :
 - énergie (indépendance)
 - économie durable (compenser le manque de matière première et économiser l'énergie)
 - transport
 - santé

Une note d'experts en Sciences des Matériaux précise les défis auxquels la société Européenne doit faire face¹ :

- the careful use, saving, preservation and recycling of raw materials
 - the development of CO2-reducing technologies and renewable energy sources
 - the modernization and energy efficiency of EU transport systems
 - the promotion of EU security and consumer safety
 - the development of improved health care products for an ageing population
 - sustainable product development and resource efficiency in general
- ⇒ et propose un programme spécifique « Metallurgy » dans le cadre « Horizon 2020 »



Cette introduction générale doit conduire à une première intervention des industriels participant à la table ronde.

2- Quelles pourraient être les Technologies majeures pour l'industrie Française :

- Conserver une maîtrise nationale de l'énergie et des transports²
 - *the accelerated synthesis, discovery and insertion of new alloys into real applications*
 - *higher specific mechanical performance for lightweight structural alloys*
 - *higher temperature capabilities and alloy phase stability, especially for energy systems or other extreme environments*
 - *new lightweight and damage-resistant material architectures, in particular for transportation*
- Innover sur des process de production plus courts et respectueux de l'environnement et en tirer parti pour inventer de nouveaux produits
 - *novel metal processing including improved alloy production, metal forming, near-netshape and additive manufacturing, powder processes, HIPping, heat treatment, surface treatment, corrosion, protection, joining techniques and recycling*
 - *embedded sensors, diagnostic capabilities, inprocess monitoring and closed-loop process control*
- Compenser les problématiques de coût de production par l'innovation et la valeur ajoutée de produits
 - special physical or multifunctional properties (such as thermoelectric, magnetic, superconducting, shape memory, optical, phononic, acoustic)
 - better biocompatibility and/or resorbability for medical applications

¹ D'après « Science Position Paper - Metallurgy Europe – A Renaissance Programme for 2012-2022 » rédigé par Materials Science and Engineering Expert Committee (MatSEEC)-ESF (juillet 2012 - www.esf.org/publications.html).

² Les sous-items en anglais sont extraits de la liste de principaux défis technologiques cités dans la référence de la note (¹).

- Tirer parti des ressources locales : recyclage – « waste mining » / accroître la durabilité finale des produits
 - *new durable alloys for pipelines, supercritical CO2 transport, gasification and geothermal plants*
 - *resource-efficiency and more widely available or lower cost constituent elements*
 - *better environmental performance, REACH compliance, recyclability and sustainability, tracked by ISO-guided life-cycle analyses (LCA)*

3- Les verrous scientifiques :

A partir de cette première analyse des besoins et des attentes industrielles, il est possible de faire intervenir les participants « universitaires » de la table ronde. Les interventions peuvent être lancées à partir des éléments suivants extraits de la même note d'experts Européens (cette liste pourra être modifiée / enrichie en fonction des présentations faites durant les sessions de cette Ecole :

- *alloy design aided by sophisticated modelling, genetic algorithms, neural networks and inverse modelling techniques*
- *more predictive, physically-based simulation of properties and processing behaviour of metal products*
- *advanced material and defect characterization using microscopy (photons, electrons, ions), X-rays, neutrons, positrons or sonic methods*
- *precise measurement and prediction of thermophysical, thermomechanical, thermodynamic, thermocapillary, wetting and diffusive properties in multi-component metallic systems*
- *improved understanding and control of degradation, corrosion and irradiation phenomena*
- *lifetime performance assessment, including time-dependent microstructural evolution and multi-parameter optimisation of performance*

4- Les bases du tryptique industrie – recherche – enseignement :

Ces deux grands temps de présentation doivent conduire à s'interroger sur les aspects suivants au travers un échange avec la salle :

- positionnement de l'industrie métallurgique en France :
 - *quel type de production reste vital sur le territoire national ?*
 - *peut-on encore viser la production de produits de commodité (travail essentiellement sur les coûts et le process) ou sur des produits à forte valeur ajoutée ?*
 - *comment travailler sur la réduction des coûts de production ?*
 - *quelle place pour les matériaux de grande diffusion comparée à celle des matériaux « de niche » ?*
 - *reste-t-il une place pour la production de métaux en France ou l'avenir est-il concentré sur leur transformation et, surtout, sur leur utilisation ?*
 - *y a-t-il un positionnement à prendre dans les domaines de la mise en forme et de l'assemblage ?*
 - *comment l'industrie métallurgique s'articule-t-elle avec l'ensemble des secteurs économiques de la France ?*
 - *une métallurgie principalement centrée sur une production de matériaux multifonctionnels et de « smart materials » est-elle viable économiquement ?*
- les défis de la recherche en métallurgie :
 - *comment la recherche universitaire peut-elle se positionner pour contribuer à la compétitivité et au développement de l'industrie métallurgique ?*
 - *comment maintenir les compétences nécessaires en recherche dans les domaines matures mais essentiels ? en particulier, comment éviter que ces domaines ne partent totalement vers les pays émergents ?*
 - *comment maintenir un niveau d'innovation suffisant en travaillant sur l'ensemble de la chaîne d'innovation ?*

- *comment s'appuyer sur les forces des équipes de recherche françaises (modélisation, utilisation des très grands équipements...) pour renforcer le développement de la métallurgie ?*
- le triptyque « industrie – recherche – formation » :
 - *quelles pertes estimables seraient induites par l'arrêt de l'industrie métallurgique sur le territoire national ?*
 - *comment assurer l'attractivité internationale de notre formation pour répondre aux besoins d'embauche internationaux des entreprises ?*
 - *comment gérer une relation privilégiée entre les partenaires de ce triptyque tout en restant ouvert sur l'international ? quelle importance accorder à l'imprégnation locale entre acteurs ? quel rôle attendu des IRT ?*
 - *comment assurer la fluidité et la régularité des informations entre ces trois pôles essentiels ?*

5- Les conclusions devraient permettre de définir les pistes concrètes de collaboration facilitant une prise en main de la problématique par les acteurs eux-mêmes afin d'être moteur dans l'orientation des axes nationaux et européens de recherche.

Notes

Ecoles d'été/hiver en Métallurgie physique à partir de 1966

Pierre Guyot.

1966 première Ecole d'été de Métallurgie Physique à Bièvres (proche de Versailles), à l'initiative du « groupe des quatre » (Y. Adda, J.M. Dupouy, J. Philibert et Y. Quéré), sur un programme très large.

1967 à Pont à Mousson, Déformation plastique, organisée par G. Champier et G. Saada

1968 Troisième école d'été à Monetier- les Bains ; dans l'enthousiasme post-mai 68 avec la création des "groupes Monetier" : déformation plastique, ordre-désordre, défauts ponctuels....

1969 Perros-Guirec: Méthodes et techniques d'observation (B. Jouffreyet al)

1970 La Colle- sur- Loup : Déformation et rupture (D. Francois, B. Baudalet, et al)

1971 Royan : Propriétés électroniques des métaux et alliages (C. Janot , M. Gerl)

1972 Villard-de-Lans : Méthodes et techniques d'observation en métallurgie physique (G. Fontaine et P. Guyot) : microscopie électronique, spectroscopie Auger, ESCA, sonde atomique.

1973 Gassin : Interfaces et Surfaces en Métallurgie (G. Martin, J. Levy et al)

1975 Villars- sur- Ollon : Mise en forme (B. Baudalet et al)

1977 Confolant : Les Défauts ponctuels (J. Castaing, Ch. De Novion et al)

1978 Aussois : Solid state phase transformations in metals and alloys (P. Guyot, P. Costa)

1979Yrvals : Dislocations et déformation plastique (Groh, L. Kubin et J.L. Martin)

1980Aussois: Electronic structure of crystal defects and of disordered systems (M. Gerl, F. Gautier, P. Guyot)

1981Aussois: Utilisation des faisceaux de neutrons en métallurgie (J. Joffrin, P. Guyot)

1983 Aussois: Les amorphes métalliques(A. Chamberod)

1984 Carry-le-Rouet: les Joints de grains (M. Aucouturier et al.)

1985 Carry-le-Rouet: Solidification (F. Durand)

1993 Aussois: Dislocations 1993 (J. Rabier,A. George et al)

2001St Pierre d'Oléron : Microscopie des défauts cristallins (J. Ayache)

2003 Fréjus : Thermodynamics, Microstructures and Plasticity(A. Finel et al)

2012 Aussois : la diffusion anormale aux petits angles (J.P. Simon et al)

La plupart ont fait l'objet d'un livre. Il faut y adjoindre les « Eléments de Métallurgie physique », en 6 volumes, écrits par une cinquantaine d'auteurs, édités aux presses du CEA.

A Aussois se sont bien sûr tenus plusieurs colloques de métallurgie physique.