Caractérisation mécanique et simulation numérique d'une anode tournante de rayons X

Gwénaël Lemarchand

▶ **To cite this version:**

Gwénaël Lemarchand. Caractérisation mécanique et simulation numérique d'une anode tournante de rayons X. Sciences de l'ingénieur [physics]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2003. Français. NNT : 2003ENMP1176 . pastel-00000467

HAL Id: pastel-00000467
https://pastel.hal.science/pastel-00000467

Submitted on 14 Jun 2004

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

ECOLE DES MINES
DE PARIS

Collège doctoral

N° attribué par la bibliothèque
|__|__|__|__|__|__|__|__|__|__|__|

T H E S E

pour obtenir le grade de
Docteur de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris
Spécialité "Sciences et Génie des Matériaux"

présentée et soutenue publiquement par

Gwénaël LEMARCHAND

le 3 Avril 2003

CARACTERISATION MECANIQUE ET SIMULATION NUMERIQUE D'UNE ANODE TOURNANTE DE RAYONS X.

Directeurs de thèse : BOUSSUGE Michel

Jury

Mme.	Michèle GUIGON	Université de Technologie de Compiègne	Président
M.	Nicolas SCHMITT	Ecole Normale Supérieure de Cachan	Rapporteur
Mme.	Cathie VIX	Institut de Chimie des Surfaces et Interfaces, Mulhouse	Rapporteur
M.	Jean-Claude NIEPCE	Université de Bourgogne	Examinateur
M.	Jean Marie PENATO	General Electric Medical Systems, Buc	Examinateur
M.	Michel BOUSSUGE	Ecole des Mines de Paris	Examinateur

Centre des Matériaux P.M. Fourt de l'Ecole des Mines de Paris,
B.P. 87, 91003 Evry Cedex

AVANT-PROPOS

Le travail présenté dans ce mémoire a pu voir le jour grâce à l'aide financière de *General Electric Medical Systems*. J'adresse ici ma reconnaissance à cette société pour la confiance qu'elle m'a accordée. Je suis content de lui avoir apporter satisfaction et confiance à mon tour, de sorte que je travaille à son service à ce jour.

Dans le cadre du contrat de thèse C.I.F.R.E. établi entre G.E.M.S., le Centre des Matériaux Pierre-Marie Fourt de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris et moi-même, je tiens à remercier l'A.N.V.A.R. pour son aide financière au projet.

J'adresse toute ma reconnaissance et mon estime à mon directeur de thèse, Michel Boussuge. Je lui témoigne ma gratitude pour la direction de mon travail c'est-à-dire la liberté qu'il ma laissé dans mon travail, sa disponibilité, nos échanges, le partage de son savoir et de ses compétences scientifiques, sa clairvoyance, son pragmatisme, l' énergie qu'il transmet, sa bonne humeur légendaire. Ces trois ans demeureront une expérience scientifique et personnelle riche.

Je remercie Jean-Marie Penato, ingénieur à G.E.M.S., pour le suivi de mon travail, pour avoir partagé sa grande expérience des sciences des tubes à rayons X., pour m'avoir donner envie de continuer dans cette voie industrielle, pour nos réflexions et travaux sur les anodes légères, sa lecture de mon manuscrit et sa présence dans le jury. Je lui serai toujours reconnaissant de m'avoir recommandé de rencontrer Steve Hansen, Manager de Global Tube Engineering à G.E.M.S.

Je remercie l'ensemble des membres de mon jury de m'avoir fait l'honneur d'y participer, d'avoir construit de manière forte intéressante la phase de questions/réponses à ma soutenance. Je remercie particulièrement mes rapporteurs, Cathie Vix et Nicolas Schmitt, pour leur travail et fructueuses réflexions.

L'équipe Calcul du Centre des Matériaux trouvera ici mes remerciements pour les soutiens techniques qu'il ont pu m'apporter dans la réalisation de la partie numérique de ma thèse. Je remercie particulièrement Georges Cailletaud et Samuel Forest pour les quelques échanges qu'ils m'ont accordés, et qui m'ont guidé à des moments où les optimisations numériques atteignaient leur limites.

J'adresse toue ma gratitude à Sylvain Gailliègue, technicien de l'équipe de Michel Boussuge, pour sa grande disponibilité, sa rapidité d'exécution tant pour la conception, l'usinage ou le montage, ses compétences et toute l'énergie et le temps qu'il a investi pour la Manip3000 (dispositif de flexion à très haute-température).
Je témoigne ma grande amitié à Anne Piant et Christian Colin, mes deux collègues, qui m'ont été d'un appréciable soutien, surtout pour la dernière ligne droite.

Je remercie Horia Dumitrescu, ingénieur à G.E.M.S., pour son aide dans les calculs électronique et thermique.

Je remercie l'équipe Engineering Tubes à Buc pour son accueil et leur intérêt envers mon travail au cours de ces 3 années, notamment Philippe Piernot et Thierry Lhuillier, managers succesifs de l'équipe.

J'exprime toute ma sympathie au personnel administratif, au personnel de l'atelier, techniciens, ingénieurs et thésards du Centre des Matériaux pour leur accueil, aide et sympathie. Je remercie tout particulièrement, Alain, Jo, Jojo, Yves, JC, Franck.

Je remercie l'ensemble de ma famille pour ses encouragements.

Je remercie enfin Patricia, ma femme, et Camille, ma fille, pour leur soutien et leur amour, et leur dédie ce manuscrit.

INTRODUCTION: CONTEXTE INDUSTRIEL ET PROBLEMATIQUE SCIENTIFIQUE 1

1 ANALYSE DES CONDITIONS DE FONCTIONNEMENT DE L'ANODE. 3

1.1 INTRODUCTION 3
1.2 LE TUBE A RAYONS X A ANODE LEGERE 3
1.3 LA FABRICATION DES ANODES TOURNANTES 5
1.4 LES CONDITIONS TYPIQUES DE SERVICE (LE PROTOCOLE) ET LES DOMMAGES OBSERVES SUR LE DEPOT 6
1.5 IDENTIFICATION DES SOLLICITATIONS THERMO-MECANIQUES LIEES AU FONCTIONNEMENT 8
1.6 ANALYSE DES SOLLICITATIONS THERMIQUES 9
1.7 DEFINITION DU DOMAINE DE NOTRE ETUDE 12
1.8 RECAPITULATIF 14

2 ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE ET CARACTERISATION DE BASE DES MATERIAUX CONSTITUTIFS DE L'ANODE: LE GRAPHITE ET LE TUNGSTENE 15

2.1 INTRODUCTION 15
2.2 LE GRAPHITE 15
2.2.1 Arrangement cristallin 15
2.2.2 Elaboration 16
2.2.3 Réactivité chimique 16
2.2.4 Propriétés mécaniques 17
2.2.5 Mécanismes de fissuration et critère de rupture : 19
2.2.6 Déformation à chaud: 20
2.2.7 Influence de la porosité 21
2.2.8 Influence du volume des éprouvettes 21
2.3 LE GRAPHITE DE NOTRE ETUDE : G2664 21
2.3.1 Mode d'élaboration du G2664 de Le Carbone Lorraine 21
2.3.2 La porosité dans le G2664 22
2.3.3 Les propriétés thermiques 23
2.3.4 Les propriétés mécaniques 25
2.4 LE TUNGSTENE 28
2.4.1 Arrangement cristallin 28
2.4.2 Mode d'élaboration 28
2.4.3 Réactivité chimique 29
2.4.4 Propriétés mécaniques 29
2.4.5 Lois de comportement simples en plasticité et fluage 35
2.4.6 Mécanismes de fissuration et critère de rupture: 41
2.5 LE TUNGSTENE DE L'ANODE DE RAYONS X: W LPPS 41
2.5.1 Microstructure du dépôt en tungstène L.P.P.S. 41
2.5.2 Porosité inhérente au tungstène L.P.P.S. 43
2.5.3 Propriétés thermiques 45
2.5.4 Propriétés mécaniques du tungstène LPPS 48
2.5.5 Contraintes résiduelles dans le dépôt tungstène LPPS 49
2.6 RESUME ET CONCLUSION 50

3 CONSTRUCTION D'UNE BASE EXPERIMENTALE : DISPOSITIF ET PROCEDURES DE CARACTERISATION MECANIQUE 51

3.1 INTRODUCTION 51
3.2 LE DISPOSITIF D'ESSAI MECANIQUE A HAUTE TEMPERATURE 51
3.2.1 Mode de sollicitation 51
3.2.2 Le principe de la flexion 51
3.2.3 La machine d'essai à très haute température 52
3.3 VALIDATION ET LIMITES DU DISPOSITIF 55
3.3.1 La mesure de flèche avec une ligne de charge peu rigide : précautions et validation. 55
3.3.2 Validation de la mesure de déformation sous charge quasi-constante 57
3.4 DEMARCHES DE CONSTRUCTION DE LA BASE EXPERIMENTALE. 58
3.4.1 Cas du graphite. 58
3.4.2 Cas du tungstène. 59
3.5 ESSAIS A VITESSE IMPOSEE SUR LE TUNGSTENE 59
3.5.1 Description des essais 59
3.5.2 Résultats et analyses 59

3.6 ESSAIS DE FLUAGE 63
3.6.1 Description des essais *63*
3.6.2 Résultats et analyse *63*
3.7 ESSAIS "MIXTES" 66
3.7.1 Description des essais *66*
3.7.2 Résultats et analyses *67*
3.8 COMPORTEMENT A RUPTURE DU TUNGSTENE LPPS 71
3.9 CONCLUSION 73

4 MODELISATION NUMERIQUE DE LA BASE D'ESSAIS MECANIQUES ET IDENTIFICATION D'UNE LOI DE COMPORTEMENT MECANIQUE. 74

4.1 DEMARCHE DU TRAVAIL 74
4.1.1 Problématique *74*
4.1.2 Code de calcul utilisé *74*
4.1.3 Méthode d'identification *74*
4.2 DEVELOPPEMENT DE LA LOI DE COMPORTEMENT DU TUNGSTENE. 75
4.2.1 Support théorique des lois phénoménologiques de comportement *75*
4.2.2 Le modèle à double déformation inélastique *75*
4.3 IDENTIFICATION DE LA LOI DE COMPORTEMENT 77
4.3.1 Démarche de travail : identification modulaire des potentiels. *77*
4.3.2 Simulation de nos essais par calcul aux éléments finis *77*
4.3.3 Résultats de l' identification des paramètres. *79*
4.4 RECAPITULATIF 88

5 SIMULATION THERMO-MECANIQUE DU RECUIT DE DEGAZAGE ET DU PROTOCOLE DE FONCTIONNEMENT D'UNE ANODE. 89

5.1 INTRODUCTION 89
5.2 CONDITIONS GENERALES DU CALCUL 89
5.3 MAILLAGE ET SOLLICITATIONS IMPOSEES 89
5.4 RESULTATS DU REFROIDISSEMENT POST-RECUIT. 91
5.5 RESULTATS DU PROTOCOLE. 95
5.6 RESULTATS DU PROTOCOLE LONG. 109
5.7 RESULTATS DE 5 PROTOCOLES LONGS. 114
5.8 RECAPITULATIF 119

6 RESUME ET PERSPECTIVES 120

ANNEXES. 121

ANNEXE 1: LA PROJECTION PLASMA À ARC SOUFFLÉ SOUS BASSE PRESSION 121
ANNEXE 2: TRANSFERT THERMIQUE SELON LE MODÈLE DU MUR SEMI-INFINI. 123
ANNEXE 3: VALIDATION DU MAILLAGE 2D AXISYMÉTRIQUE DE L'ANODE UTILISÉ POUR LA SIMULATION THERMIQUE ET LA SIMULATION MÉCANIQUE. 125
ANNEXE 4: ESTIMATIONS DE CONTRAINTES RÉSIDUELLES DANS DES PLAQUES EN TUNGSTÈNE LPPS PAR MESURE DE LEUR PROFIL. 128

BIBLIOGRAPHIE 130

INTRODUCTION: CONTEXTE INDUSTRIEL ET PROBLEMATIQUE SCIENTIFIQUE

L'imagerie médicale peut être définie comme l'ensemble des techniques et méthodes permettant d'obtenir une représentation du corps humain dans le but d'établir un diagnostic. On distingue plusieurs domaines suivant la physique sous-jacente s'y rattachant: la radiologie (conventionnelle et scanographique), l'I.R.M. (Imagerie par Résonance Magnétique), l'échographie et la médecine nucléaire. Notre étude entre dans le premier cadre.

Les appareils d'imagerie médicale de radiologie utilisent des rayons X comme source de photons. Les rayons X sont produits par le freinage des électrons dans la matière au sein d'un tube à vide (Figure 0-1) ou tube de Coolidge (1873-1975), du nom de son inventeur. Il est donc nécessaire de générer un faisceau d'électrons (la cathode constituée d'un filament chauffé assure cette fonction) et de l'accélérer par une haute tension en direction d'une cible émettrice de rayons X, appelée anticathode ou anode.

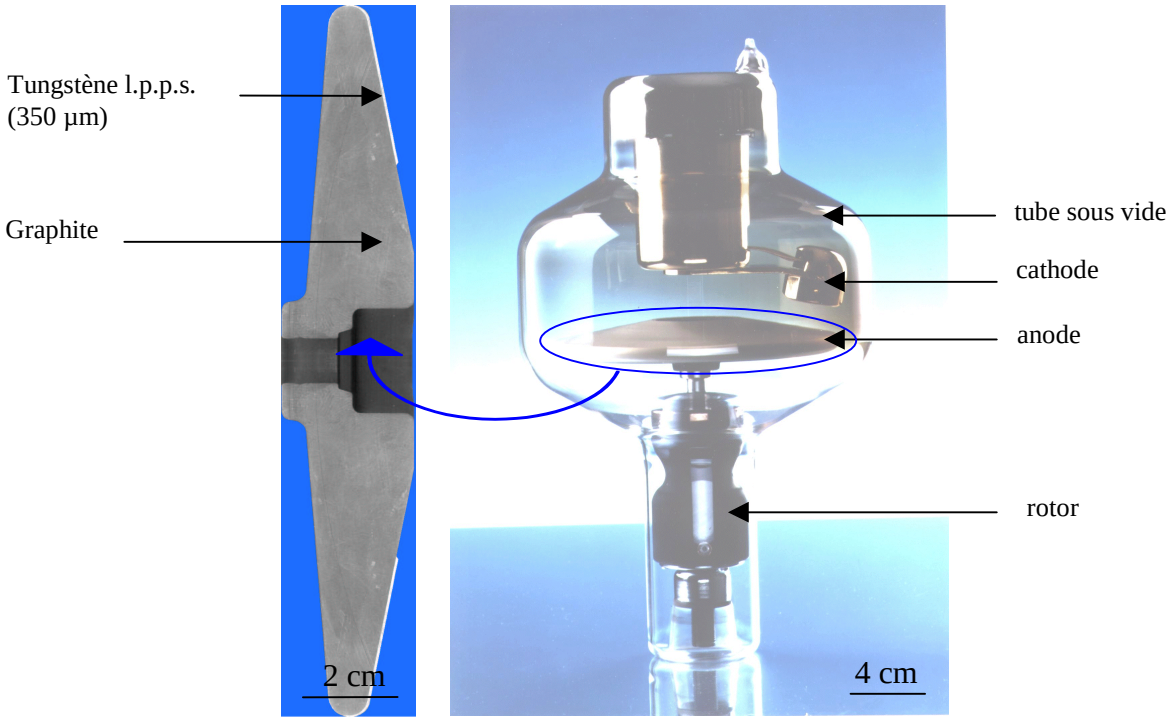


Figure 0-1: Tube à rayons X à anode tournante en graphite revêtu de tungstène.

Dans ses dispositifs médicaux d'imagerie pour applications vasculaires (neurographie, cardiographie, angiographie), General Electric Medical Systems utilise, comme générateur de rayons X, des anodes tournantes, dites légères, de diamètres 120 mm et 150 mm. Celles-ci sont constituées (Figure 0-1) d'un substrat épais (environ 20 mm) de graphite revêtu d'un dépôt fin (350 µm) de tungstène par projection plasma par arc soufflé sous basse pression (L.P.P.S. ou Low Pressure Plasma Spraying). C'est en 1975 que les nouvelles anodes tournantes ont vu le jour, suite à un besoin de forte puissance des tubes à rayons X. Compte tenu des grandes énergies mises en jeu et des problèmes thermiques associés, l'anode rotative a marqué un progrès important par rapport à l'anode fixe. En effet, le foyer, définissant la zone d'impact du faisceau électronique incident, reste fixé dans l'espace, mais la surface bombardée de l'anode change du fait de la rotation du composant. La puissance est alors répartie le long d'une couronne, permettant ainsi l'utilisation de faisceaux électroniques plus énergétiques, donc une émission de rayons X supérieure à celle de l'anode fixe.

Au cours de son utilisation, l'anode tournante est soumise à des sollicitations thermomécaniques particulièrement sévères, en raison des puissances mises en jeu (de l'ordre de 50 kW), du faible rendement du système (seul 1% de la puissance électrique est réémise sous forme de rayons X, le reste étant dissipée sous forme de chaleur dans l'anode) et la haute vitesse de rotation de l'anode (9000 tr/mn). Dans ces conditions, la température de la surface en tungstène bombardée par les électrons peut atteindre 2400°C.

Dans le futur, il est prévu d'équiper les dispositifs d'imagerie par rayons X, y compris les scanners, d'anodes de plus grand diamètre permettant d'augmenter la puissance, donc de réduire les temps d'exposition tout en maintenant la qualité d'image actuelle. Ceci implique naturellement des sollicitations mécaniques et thermiques qui iront au-delà de celles rencontrées à ce jour.

Le fonctionnement d'un tube à rayons X relève de nombreuses sciences physiques : la physique du solide (extraction des électrons du filament), l'électrostatique (guidage des électrons), l'interaction rayonnement/matière (production de rayons X), la thermique (transfert de la chaleur), la mécanique (contraintes à haute température). Repousser les limites technologiques du composant anode requiert des connaissances de plus en plus étendues dans l' ensemble de ces domaines. Dans le cadre de la conception de nouveaux produits, c' est de plus en plus souvent à travers la simulation numérique que sont valorisées ces connaissances.

Dans le contexte de ce travail qui s' intéresse essentiellement aux aspects thermiques et mécaniques, les codes de calcul par éléments finis sont un moyen puissant d' aide à l' interprétation des phénomènes et à la conception de pièces optimisées. La fiabilité des résultats obtenus dépend toutefois directement de la représentativité des données introduites dans le calcul, notamment les propriétés des matériaux. Dans notre cas, comme le souligne une étude sur la simulation d'une anode rotative (J. Eberhardsteiner 1991), les données font défaut: peu d' auteurs se sont intéressés aux comportement thermomécaniques des matériaux (graphite et surtout tungstène) aux températures très élevées atteintes par l' anode.

L' établissement d' un modèle de comportement mécanique des matériaux constitutifs revêt donc un intérêt particulier pour l' aide à la compréhension des conditions opérationnelles de sollicitation des matériaux de l' anode, donc comme aide à la conception des futures anodes.
Le travail présenté dans ce mémoire œuvre dans ce sens. L' étude consiste en la caractérisation mécanique et la modélisation du comportement mécanique des matériaux constitutifs de l'anode (graphite et tungstène), puis à l' exploitation des résultats modélisés dans la simulation des conditions de fonctionnement de l'anode.

La première partie du mémoire, constituant le premier chapitre, consistera à analyser les conditions opérationnelles de sollicitation de l' anode afin, entre autres, d' aboutir à la définition de notre domaine d' étude thermomécanique.
Le second chapitre sera consacré à une étude bibliographie sur le graphite et le tungstène, et à la présentation des matériaux objets de cette étude.
Le dispositif de flexion employé pour la réalisation des essais à haute température sera présenté dans le chapitre 3. Les modes opératoires suivis pour nos essais de caractérisation mécanique seront exposés.
Sont rassemblés dans le chapitre 4 les résultats d' essais mécaniques en température et les analyses de ceux-ci. Le comportement viscoplastique, observé à haute température sur le tungstène, sera discuté.
L' aspect numérique de ce travail, choix d' un modèle et identification de ses paramètres, à partir des résultats décrits dans le chapitre précédent, sera traité au chapitre 5. La confrontation du modèle avec les réponses expérimentales sera présentée, et les critiques du modèle seront exposées.
Enfin, le chapitre 6 illustrera l' exploitation du modèle pour la simulation numérique du fonctionnement du composant industriel, l' anode.

1 ANALYSE DES CONDITIONS DE FONCTIONNEMENT DE L'ANODE.

1.1 INTRODUCTION

L'objectif de ce chapitre est de permettre au lecteur de mieux appréhender le sujet à travers quelques informations relatives à la fabrication d'une anode tournante et aux sollicitations qu'elle rencontre en service.
Après avoir décrit un tube à anode tournante générateur de rayons X, nous nous intéresserons aux différentes étapes de sa fabrication et, en particulier, à celles relatives à l'anode. A partir des séquences de fonctionnement caractéristiques de l'anode et de calculs par éléments finis associés, le domaine d'étude des matériaux sera cerné, en termes de température et de vitesse de déformation.

1.2 LE TUBE A RAYONS X A ANODE LEGERE

Cet organe central (Figure 1-1) comprend principalement :

-Un émetteur d'électrons appelé cathode (Figure 1-2), constitué le plus souvent d'un filament de tungstène qui, porté à incandescence par un courant électrique, émet des électrons, et d'une pièce de concentration qui focalise le faisceau d'électrons.

-Un récepteur d'électrons, appelé anode (Figure 1-3), constitué d'un substrat en graphite recouvert d'un métal lourd (Molybdène, Tungstène) jouant le rôle d'anticathode et d'émetteur de rayons X. L'anode est mise en rotation, ce qui déplace le point d'impact du faisceau électronique sur l'anode et évite ainsi un sur-échauffement local endommageant. Une haute tension (150 kV), appliquée entre la cathode et l'anode tournante, permet d'accélérer les électrons, issus du filament, en direction de la piste en tungstène.

-Une enveloppe soit métallique, soit en verre, assurant le vide secondaire (10^{-9} Torr) nécessaire au bon fonctionnement de l'ensemble.

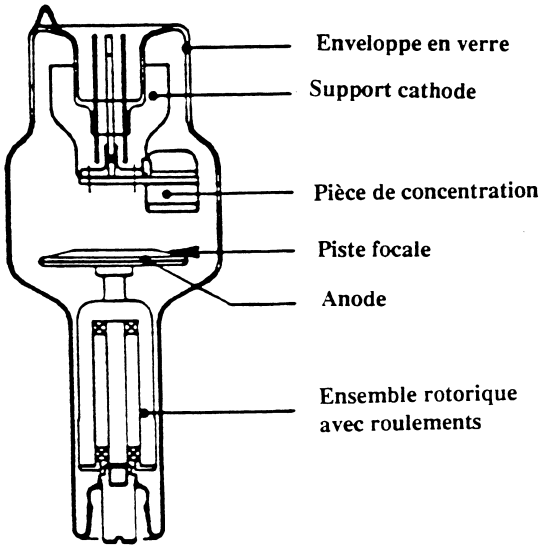


Figure 1-1: Tube à rayons X à anode rotative [BOUGLE, #2].

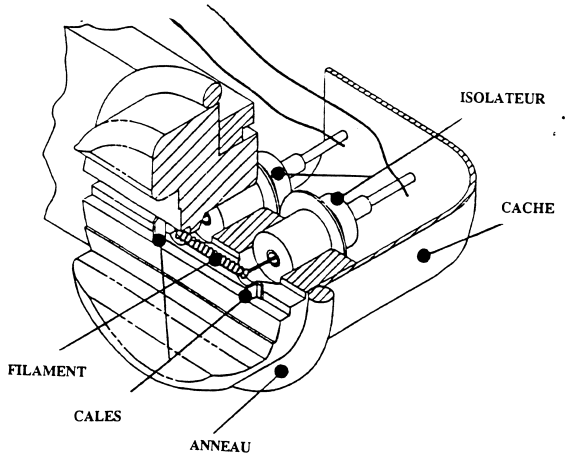


Figure 1-2: Cathode [BOUGLE, #2].

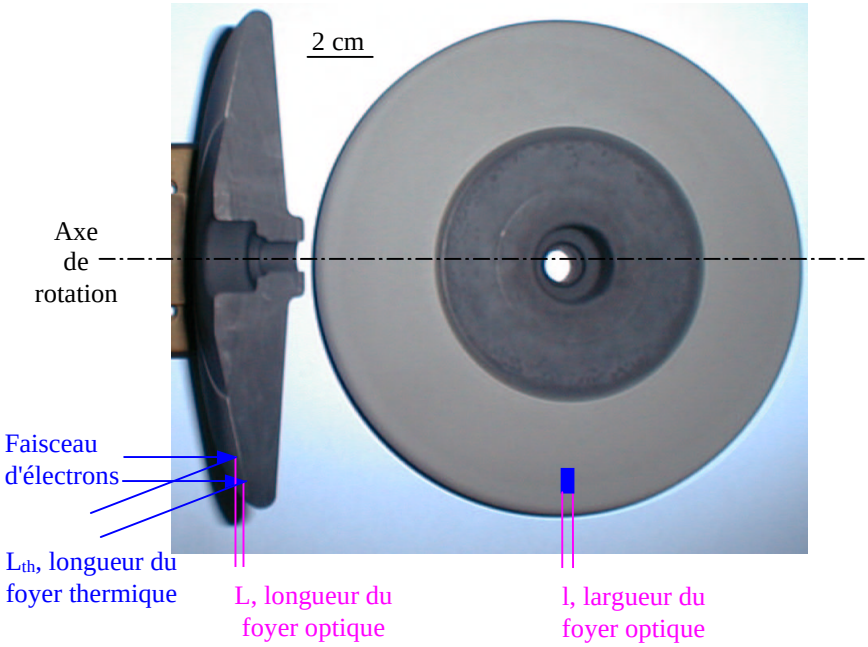


Figure 1-3: Anode tournante légère en graphite revêtu de tungstène.

Le tube est inséré dans une gaine remplie d'huile assurant le refroidissement du tube (Figure 1-4).

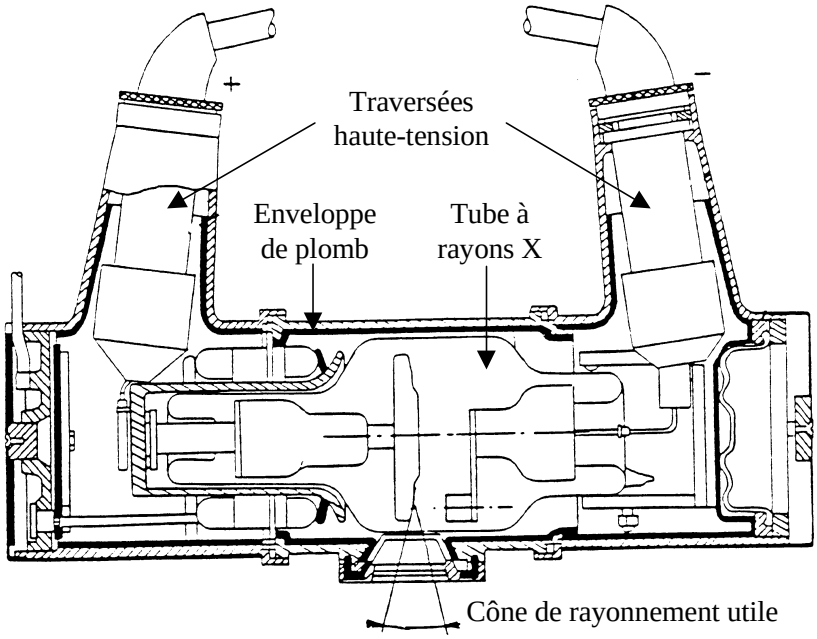


Figure 1-4: Tube à rayons X dans sa gaine en aluminium [BOUGLE, #2].

Les électrons pénètrent dans la cible en tungstène sur une profondeur moyenne de 1 à 5 microns comme l'illustre la Figure 1-5 issue d'une simulation, par la méthode de Monte-Carlo, des trajectoires des électrons dans l'épaisseur du matériau cible. Le rendement énergétique de l'opération, ratio de l'énergie rayonnée sous forme de rayons X sur l'énergie électrique consommée, n'étant que de seulement 1%, il est généralement considéré que toute la puissance incidente est dissipée en chaleur.

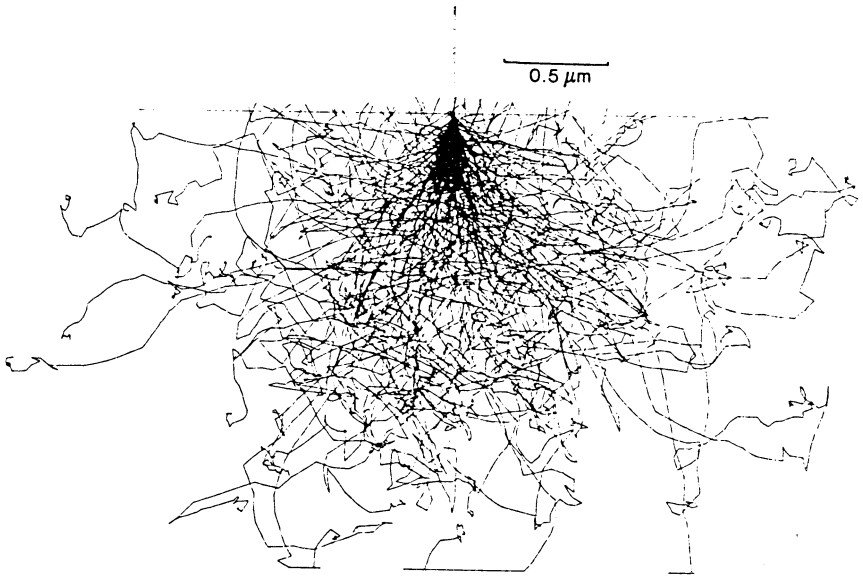


Figure 1-5: Trajectoires simulées (Monte-Carlo) des électrons dans une cible tungstène sous 120 kV (J.I. Goldstein 1984).

1.3 LA FABRICATION DES ANODES TOURNANTES

L'anode est composée d'un substrat en graphite polycristallin (qualité 2664, Le Carbone Lorraine), revêtu d'un dépôt de tungstène réalisé par la société Sulzer Metco par projection plasma à arc soufflé sous basse pression (Low Pressure Plasma Spraying). Le principe de la projection L.P.P.S. est rappelé en annexe 1. Les microstructures et propriétés des matériaux seront détaillées dans le Chapitre 2.

La Figure 1-6 illustre les différentes étapes de fabrication d'une anode. Après usinage de la forme désirée à partir d'un bloc de graphite, le substrat est lavé aux ultra-sons dans de l'eau désionisée puis dans l'alcool. Avant la projection proprement dite, le substrat est préchauffé à une température d'environ 1200°C par la torche plasma. Du rhénium est projeté sur le graphite sur une épaisseur d'environ 20 microns. Cette sous-couche agit comme barrière de diffusion entre carbone et tungstène, limitant ainsi la formation de carbures (K. Tokunaga 1998). L'expérience a montré qu'elle améliore aussi l'adhérence du dépôt en tungstène. La poudre de tungstène, de granulométrie moyenne de 10 microns, est ensuite projetée sur une épaisseur de 450 microns. L'anode ainsi fabriquée se refroidit naturellement dans l'enceinte. Une rectification de surface ramène le dépôt de tungstène à 350 microns. L'anode est ensuite traitée dans un four à 1450°C sous hydrogène, puis sous vide secondaire. Ce traitement thermique permet de dégazer l'anode et contribue à relaxer les contraintes résiduelles induites par le procédé plasma (cf. § 2.5.5). L'anode est ensuite montée sur le rotor puis dans le tube. Celle-ci est alors chauffée par induction à 1100°C sous vide secondaire. Ce tube est finalement scellé pour suivre l'étape dite de formation, qui enchaîne des tests d'épreuve vis-à-vis de la haute tension (180 kV), de la rotation (12000 tr/mn), et des tests fonctionnels, représentatifs des conditions typiques de service (cf. § 1.4). A titre de comparaison, la haute tension maximum d'examen de routine est de 120 kV et la vitesse de l'anode est de 9000 tr/mn pour une anode de diamètre 150 mm. Le succès à ces tests conditionne la mise en place du tube chez le client.

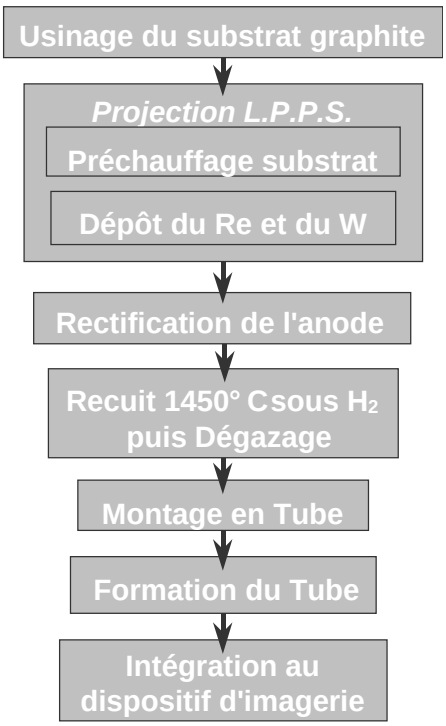


Figure 1-6: Schéma de fabrication d'une anode légère.

1.4 LES CONDITIONS TYPIQUES DE SERVICE (LE PROTOCOLE) ET LES DOMMAGES OBSERVES SUR LE DEPOT

Les conditions typiques de service d'une anode tournante servent de base à la détermination des protocoles de formation des tubes. On s'intéresse dans notre étude au protocole appliqué aux anodes de diamètre 150 mm, qui consiste en la simulation de la réalisation de 50 clichés radiographiques, suivis d'une pause de 300 secondes, schématisé sur la Figure 1-7. Le prise d'un cliché nécessite l'activation du faisceau d'électrons durant 120 ms, suivie d'une pause de 160 ms. L'anode tournant à 9000 tr/mn, pendant le temps d'exposition nécessaire à la prise d'un cliché, un point donné de la couronne passe donc 18 fois sous le faisceau d'électrons. Immobile au début du protocole, l'anode est accélérée jusqu'à 9000 tr/mn en 1,3 secondes environ avant le premier cliché, et maintenue à cette vitesse durant les 50 cycles. Après la dernière pose, elle est freinée à 3000 tr/mn en 1 seconde environ et s'arrête par inertie en 1 à 2 minutes.

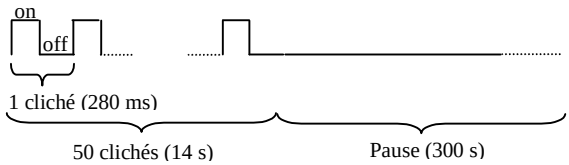


Figure 1-7: Séquence protocolaire d'allumage (on 120ms) / extinction (off 160ms) du faisceau d'électrons.

Les anodes ayant fonctionné sous de telles sollicitations présentent toutes un réseau de microfissures (faïençage) sur la couronne de tungstène bombardée par le faisceau (Figure 1-8).

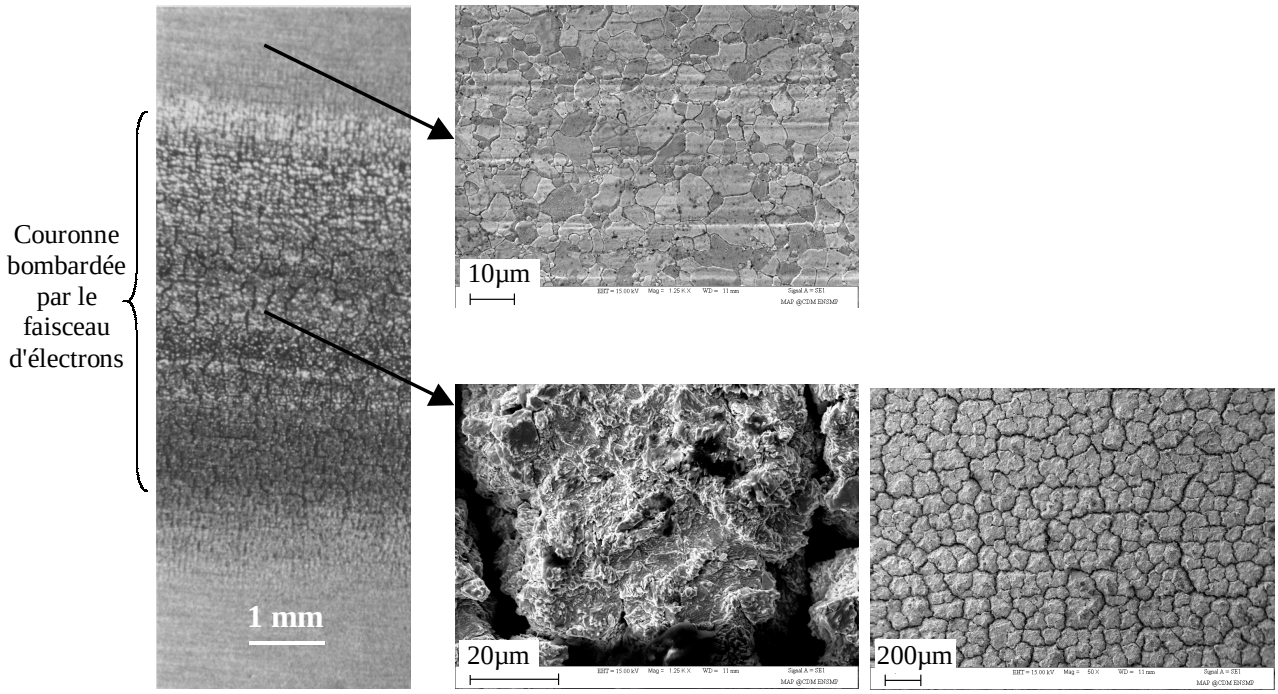


Figure 1-8: Faïençage de la piste en tungstène.

Un examen en coupe du dépôt de tungstène (Figure 1-9) montre que ces microfissures demeurent superficielles (une cinquantaine de microns).

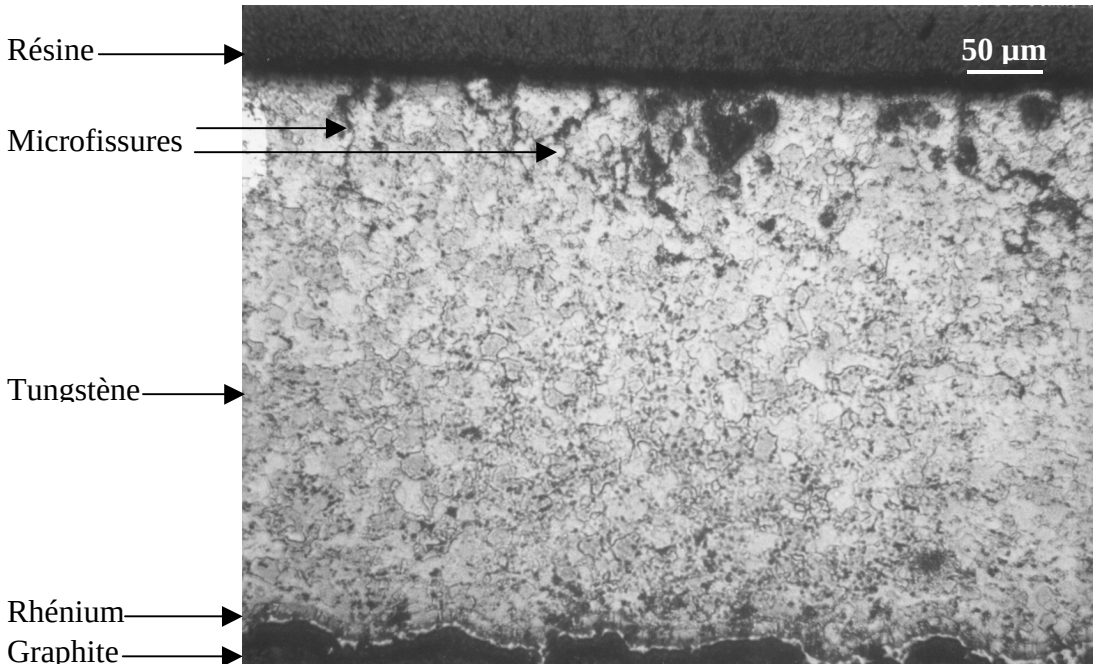


Figure 1-9: Microfissures localisées en surface de la piste du dépôt de tungstène.

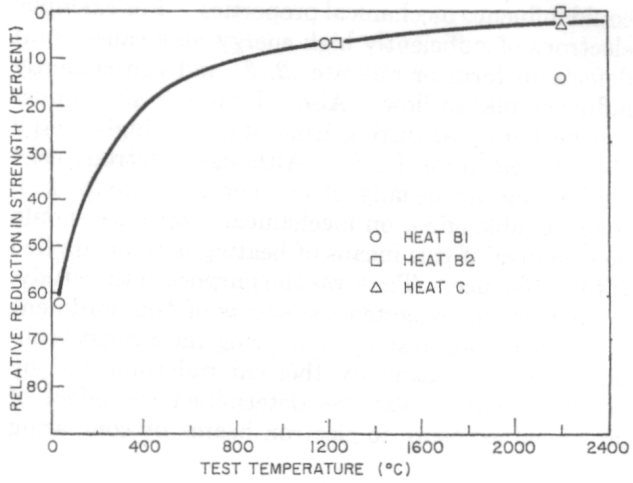


Figure 1-10: Réduction de la résistance mécanique d'échantillon faïencés en surface en fonction de la température d'essai (H. Doering 1966).

Ce dommage est inévitable compte tenu des gradients thermiques énormes rencontrés, qui seront estimés plus loin : un flux de chaleur 3,5 GW/m^2 est appliqué au foyer de l'anode (Figure 1-3) durant 27 µs. Des résultats sont disponibles dans la littérature, concernant l'endommagement du tungstène soumis à ce type de sollicitation thermique. Une étude (K. Tokunaga 1998), portant sur la faisabilité de dépôt tungstène sur un composite C/C comme matériau au contact du plasma dans les installations de fusion (tokamak), rapporte la génération de fissures sur le tungstène soumis à un niveau de flux de chaleur beaucoup plus faible, de l'ordre de 19 MW/m2 pendant 10 s. Un autre auteur (H. Doering 1966) note qu'un chauffage du tungstène jusqu'à 2200°C par un faisceau électronique de faible énergie (6 kW) entraîne un dommage de surface (aspect sablé, microfissuration) pour une fréquence de bombardement de 20 coups par seconde. Une autre étude (R.F. Brodick 1964) va dans le même sens en affirmant que, généralement, le dommage de surface peut être évité en utilisant des faibles fréquences de balayage. Ce type d'endommagement de surface est fréquemment rencontré chez les matériaux soumis à un fort gradient thermique. Il constitue souvent une auto-adaptation du matériau aux sollicitations d'origine thermique, la baisse locale du module d'élasticité associée à cette microfissuration permettant une diminution des contraintes associées à une sollicitation thermique donnée. Dans notre cas, ce faïençage initial ne semble en aucun cas constituer un facteur limitant la durée de vie des anodes, puisqu'on l'observe sur des anodes ayant eu une vie particulièrement longue. Cet endommagement superficiel ne sera pas pris en compte dans notre étude. De même, si les dépôts usagés peuvent parfois présenter quelques signes de recristallisation (grossissement de grains), celle-ci reste également limitée à leur surface. La profondeur du dépôt tungstène LPPS n'étant exposé à une température supérieure à 1500°C que quelques secondes au cours d'un protocole, la recristallisation n'a pas le temps d'opérer, de même que pendant le recuit effectué à 1450°C. Cette invariance de la microstructure de notre dépôt tungstène LPPS est une garantie de la validité de la loi de comportement que nous allons développer.

Ce travail traitera le problème de l'anode de manière axisymétrique, à un niveau plus macroscopique. C'est à cette échelle que nous allons donc maintenant nous intéresser aux conditions opérationnelles.

1.5 IDENTIFICATION DES SOLLICITATIONS THERMO-MECANIQUES LIEES AU FONCTIONNEMENT

Les contraintes imposées à l'anode sont de natures mécaniques et thermiques.
Les premières se réduisent :

- aux efforts centrifuges induits par la rotation de l'anode,
- aux couples de torsion induits par ses accélérations et freinages,
- aux efforts de serrage de l'anode sur l'axe du rotor.

Même si celles-ci peuvent jouer un rôle dans la rupture finale, l'expertise d'anodes rompues montre que ce sont essentiellement les contraintes d'origine thermique qui sont à l'origine de l'endommagement progressif des anodes.
Les sollicitations thermiques seront ici identifiées au travers de l'exemple d'une journée d'utilisation d'un système d'imagerie vasculaire dans un établissement hospitalier. L'ensemble du dispositif d'imagerie est allumé le matin. L'anode est préchauffée à environ 600-700°C par l'intermédiaire du faisceau électronique sous faible puissance, puis le tube est sollicité périodiquement sous forte puissance (50 kW) pour le diagnostic de chaque patient. Un ensemble de clichés scanographiques, construisant le diagnostic d'un patient, correspond à une série de cycles d'allumage / extinction du faisceau électronique. Entre deux séries de clichés, l'anode stabilise autour d'une température moyenne de 600°C. Notons que plusieurs séries de clichés peuvent être nécessaires à la constitution d'une base de diagnostic sur un patient.

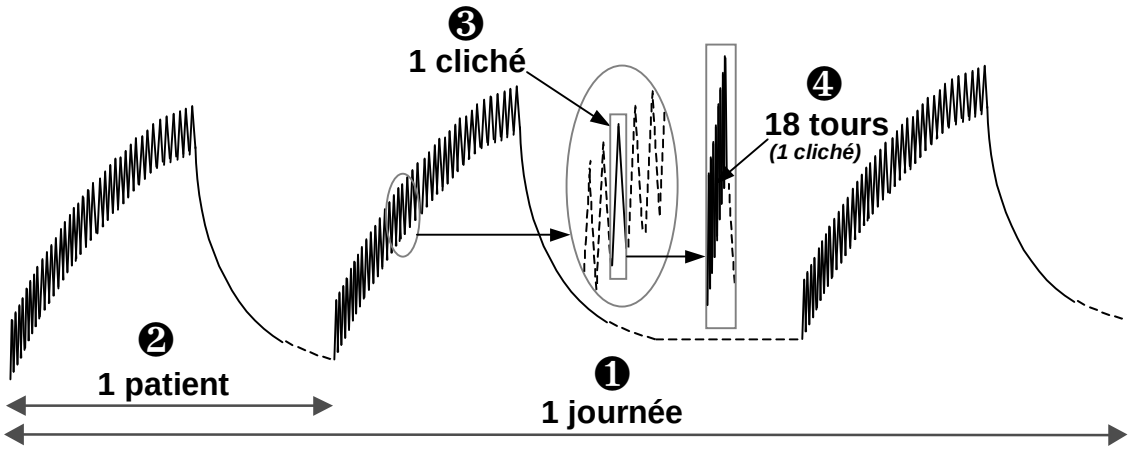


Figure 1-11: Evolution schématique de la température d'un point fixe de la couronne de l' anode lors d' une journée d' examens.

On peut, à travers le fonctionnement journalier, discerner plusieurs ordres de cyclage de l'anode suivant la fréquence des phénomènes (Figure 1-11) :

- le cyclage thermique très basse fréquence (❶) correspondant à la mise en service générale du dispositif d'imagerie (typiquement 24 heures),

- le cyclage thermique basse fréquence (❷) correspondant à la succession des patients donc des séries de clichés (quelques minutes),

- le cyclage thermique moyenne fréquence (❸) associé à la fréquence de prise des clichés (280 millisecondes),

- le cyclage thermique haute fréquence (❹) traduisant le passage d'un point fixe de l'anode sous le faisceau électronique lors de la prise d'un cliché (un tour d'anode soit 6,7 millisecondes). Le foyer est exposé durant 27 µs.

Nous allons donc, dans un premier temps, nous intéresser aux gradients thermiques induits par ces sollicitations, qui sont à l'origine de la création de contraintes dans les matériaux.

1.6 ANALYSE DES SOLLICITATIONS THERMIQUES

Le volume de matière concerné par une sollicitation thermique transitoire est directement lié à la durée de cette dernière. Cela est particulièrement vrai dans notre cas où, vu les très hautes températures atteintes en surface du tungstène, la chaleur sera préférentiellement éliminée par rayonnement plutôt que par diffusion dans le tungstène et le graphite. Se pose donc en premier lieu la question de la profondeur d'action du cyclage thermique à haute fréquence associé à la rotation de l'anode. En d'autres termes, si seule l'extrême surface du tungstène est affectée par la sollicitation haute fréquence, c'est-à-dire subit de fortes variations (i.e. gradients) de température, on pourra, dans le cadre de notre approche qui se veut macroscopique, négliger son effet. Pour répondre à cette question nous nous intéresserons à cette sollicitation thermique à haute fréquence à travers une simulation thermique, reposant sur un modèle de G.E.M.S. par décomposition de la température en surface du tungstène sous le faisceau, que nous nous proposons d'exposer au préalable.

Lors du bombardement par les électrons, la puissance du faisceau électronique se dissipe par conduction dans l'anode et par rayonnement vers le bain d'huile, dans lequel est plongé le tube. Considérons un point de la surface de la piste de tungstène. Lors de son passage sous le faisceau, celui-ci voit sa température augmenter brutalement pour atteindre une température maximale dite de foyer Tf. Après sa sortie du faisceau, durant le reste du tour, l'énergie transmise par le faisceau va se dissiper progressivement le long de la couronne focale en tungstène, parcourue par le foyer, et va être caractérisée par une température dite moyenne de couronne Tc. Enfin la chaleur diffuse dans la masse de l'anode qui atteint une température moyenne Tb, température dite de base (Figure 1-12).
Les informations utiles à l'analyse thermique du fonctionnement dans le composant sont les champs thermiques moyens et la température au point focal (point d'impact). On préféra donc, comme le détaille le paragraphe 1.7, simuler le fonctionnement de l'anode comme un problème axisymétrique. Ce calcul axisymétrique fournissant les températures moyennes de l'anode, notamment la température de couronne Tc, l'évaluation de la température réelle au point d'impact des électrons reste inaccessible par cette simulation. Nous allons exposer dans la suite un modèle permettant d'évaluer la température de foyer Tf à partir de la température moyenne de couronne Tc et de l'incrément de température dit "température d'impact", Ti, associé au passage, à haute fréquence, d'un point de la couronne sous le faisceau.

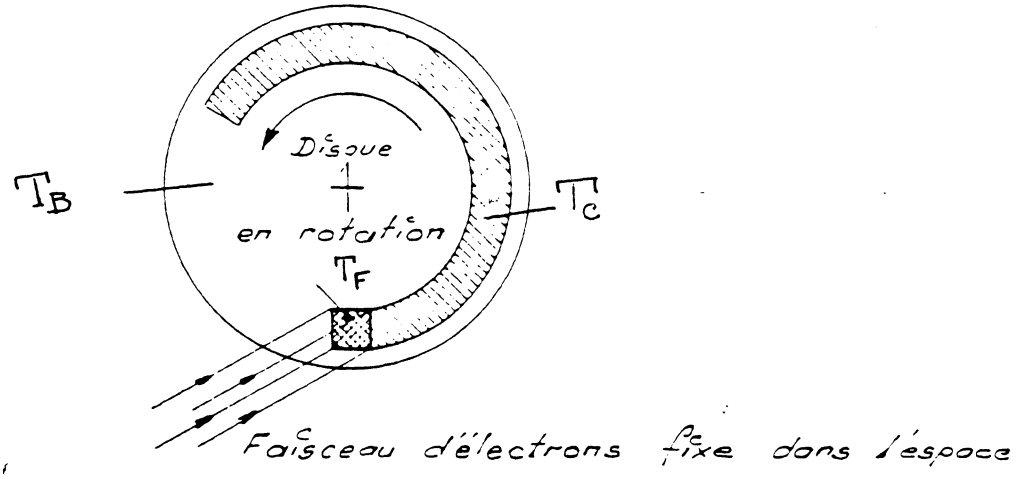


Figure 1-12: Schéma de distribution des température dans une anode (Bouglé).

Le modèle thermique utilisé par G.E.M.S. considère que la température de foyer Tf peut être calculée par sommation de la température de couronne Tc et de l'incrément de température dit température d'impact Ti. En raison de l'axisymétrie de l'anode, un simple calcul thermique axisymétrique permet d'estimer les températures de couronne et de substrat. L'incrément de température induit par le passage sous le faisceau, Ti, peut être calculé soit par simulation numérique, comme nous le verrons plus loin, soit à partir d'un modèle analytique unidimensionnel de mur semi-infini décrit en annexe 2, représentant l'anode et sa surface en tungstène. Initialement le mur est à une température homogène égale à celle de la couronne, issue du calcul axisymétrique. Dans cette modélisation, la puissance du faisceau électronique incident associée à la surface du foyer est appliquée sur le mur semi infini pendant une durée égale au rapport de la largeur sur la vitesse linéaire du foyer. Ce calcul simple par sommation de température a été validé par une expérience en réduisant progressivement la vitesse d'une anode, il est possible d'atteindre la fusion du foyer en tungstène (3410°C). La vitesse de rotation correspondante de l'anode permet de calculer par le modèle du mur semi-infini la température Ti associée, et d'estimer par simulation axisymétrique par éléments finis la température de couronne Tc associée. On vérifie ainsi l'aptitude du modèle à prévoir la température de surface.

Ce résultat a servi de base au développement d'un code de simulation thermique utilisé par G.E.M.S. pour simuler la température du tungstène sous le faisceau et dégager des profils de température dans l'épaisseur (en profondeur) et latéralement (radialement) en fonction du temps. Le logiciel T.T.A.P. (Track Temperature Analysis Program) simule un passage de la piste en tungstène d'une anode, de diamètre 150 mm dans notre cas, sous le faisceau électronique incident. Ce logiciel est constitué de 2 modules. Le premier programme a pour fonction de calculer la répartition volumique du flux énergétique apporté par le faisceau lors des interactions électrons / tungstène. Il réalise une simulation par la méthode de Monte-Carlo des trajectoires des électrons pénétrant dans l'anode (statistique de 10 simulations avec 100000 électrons) (Figure 1-5). Il calcule la perte d'énergie de chaque électron à chaque collision élastique dans le dépôt, tout en enregistrant la position de l'interaction. Il en déduit alors une distribution d'énergie dans la profondeur du dépôt. La Figure 1-13 montre le profil d'énergie ainsi obtenu.

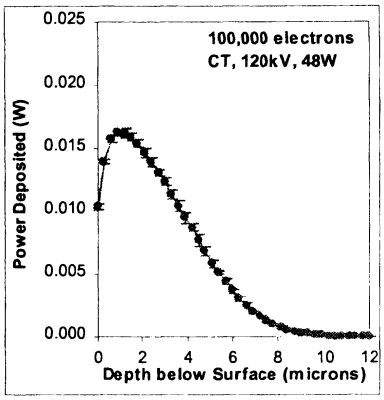


Figure 1-13: Profil d'énergie dissipée dans le dépôt, simulé par la méthode de Monte-Carlo (V. Mani 2000).

Le profil énergétique ainsi calculé sert au second programme à évaluer, par un calcul aux éléments finis, le profil de température associé à ce dégagement pulsé d'énergie, en fonction du temps. Le modèle thermique considère comme mécanisme de transport actif la seule conduction. Le tube fonctionnant sous vide secondaire (10^{-9} Torr), les phénomènes de convection sont justement ignorés. Plus étonnamment, le transport radiatif a également été négligé. Nous commenterons son influence lors de l'exploitation des résultats. Les profils de température sont fonction du matériau cible, de la tension entre la cathode et l'anode, de la puissance du faisceau et de l'angle entre la surface et le faisceau. La température initiale de la cible, le tungstène, est considérée égale à celle de la couronne, soit 1720°C selon la simulation axisymétrique des conditions en service d'une anode, réalisée au chapitre 5. Nous verrons, lors de l'exposé des résultats, que la température d'entrée sous le faisceau est très proche de la température moyenne de couronne, car, après la sortie du faisceau, la température foyer chute très rapidement en comparaison de la période de rotation de l'anode.
Avant de procéder à la simulation, il convient de se demander si considérer un maillage axisymétrique couvrant non seulement l'épaisseur du dépôt mais aussi la dimension radiale du foyer (longueur du foyer thermique Lth sur la Figure 1-3) présente un intérêt. En d'autres termes, la chaleur déposée en surface se diffuse-t-elle très majoritairement dans l'épaisseur ou bien la part de chaleur qui diffuse radialement est-elle significative ? Le premier élément de réponse est qualitatif. Le flux de chaleur déposé sur le foyer étant uniforme en surface, le gradient latéral de température (radial et tangentiel) induit au centre du foyer est nul, la diffusion latérale de la chaleur depuis le centre du foyer vers le bord se trouve donc réduite. En revanche le gradient de température induit dans l'épaisseur ne l'est pas. Le deuxième élément de réponse est quantitatif. La diffusion de la chaleur dans l'épaisseur de 350 microns de tungstène est plus de dix fois plus rapide que la diffusion latérale sur une demi-longueur de foyer, 4,75 mm. Un maillage unidimensionnel dans l'épaisseur suffira donc pour traiter correctement le problème de conduction.

Attachons-nous maintenant à commenter les évolutions de la température en fonction du temps à différentes profondeurs (Figure 1-14). A la surface, on observe la montée très rapide en température de 1720°C à 2320°C lors du passage sous le faisceau, soit une température d'impact de 600°C. On peut d'ailleurs noter à ce propos que la vitesse de déformation du tungstène associée par calcul thermoélastique, est également très élevée puisqu'elle atteint 150 s^{-1}. Hors de portée du faisceau, la surface se refroidit ensuite également rapidement, atteignant environ 1900°C 70 µs plus tard. Au fur et à mesure que l'on pénètre dans le dépôt, l'amplitude des variations diminue rapidement. De 600°C en surface, les oscillations ne sont plus que de 200°C à 40 µm de profondeur.
L'évaluation suivante du temps d'exposition t_e, ou durée de bombardement du foyer, et du temps de diffusion t_d, durée du transfert de chaleur sur 350 microns permet de comprendre cette différence de cinétique thermique entre l'extrême surface bombardée et le tungstène à cœur. La formulation de ces deux durées et les valeurs des paramètres sont détaillées ci-dessous:

$$t_e = w / 2\pi.f.R$$
$$t_d = L^2. \rho.C_p / K$$

w, largeur (dimension tangentielle) du foyer thermique (1,5 mm)
f, fréquence de rotation (150 Hz)
R, rayon moyen du foyer optique (59 mm)
L, longueur de diffusion considérée, épaisseur du dépôt (0,350 mm)
ρ, masse volumique du tungstène (19300 kg/m^3)
C_p, chaleur spécifique du tungstène (184 J/kg.°C)
K, conductivité du tungstène (97 W/m.°C)

Compte tenu de la forte valeur du temps de diffusion sur l'épaisseur du tungstène (t_d=4485 µs) vis-à-vis du temps d'exposition (t_e=27 µs), nous pouvons conclure que la chaleur n'a pas le temps de diffuser sur toute l'épaisseur pendant le passage sous le faisceau et le surcroît d'échauffement reste localisé sur une fine peau du dépôt de tungstène. Une autre conséquence, que l'on peut aussi noter sur les profils de températures, est le décalage temporel des différentes courbes, qui s'explique par le temps nécessaire à la diffusion de la chaleur dans l'épaisseur du dépôt.
La micrographie du dépôt de tungstène, en arrière plan de la Figure 1-14, rappelle que la microfissuration de la piste en tungstène est aussi localisée en surface (cf. § 1.4). On peut aisément imaginer que cet endommagement surfacique n'est pas étranger au cyclage thermique haute fréquence subi.

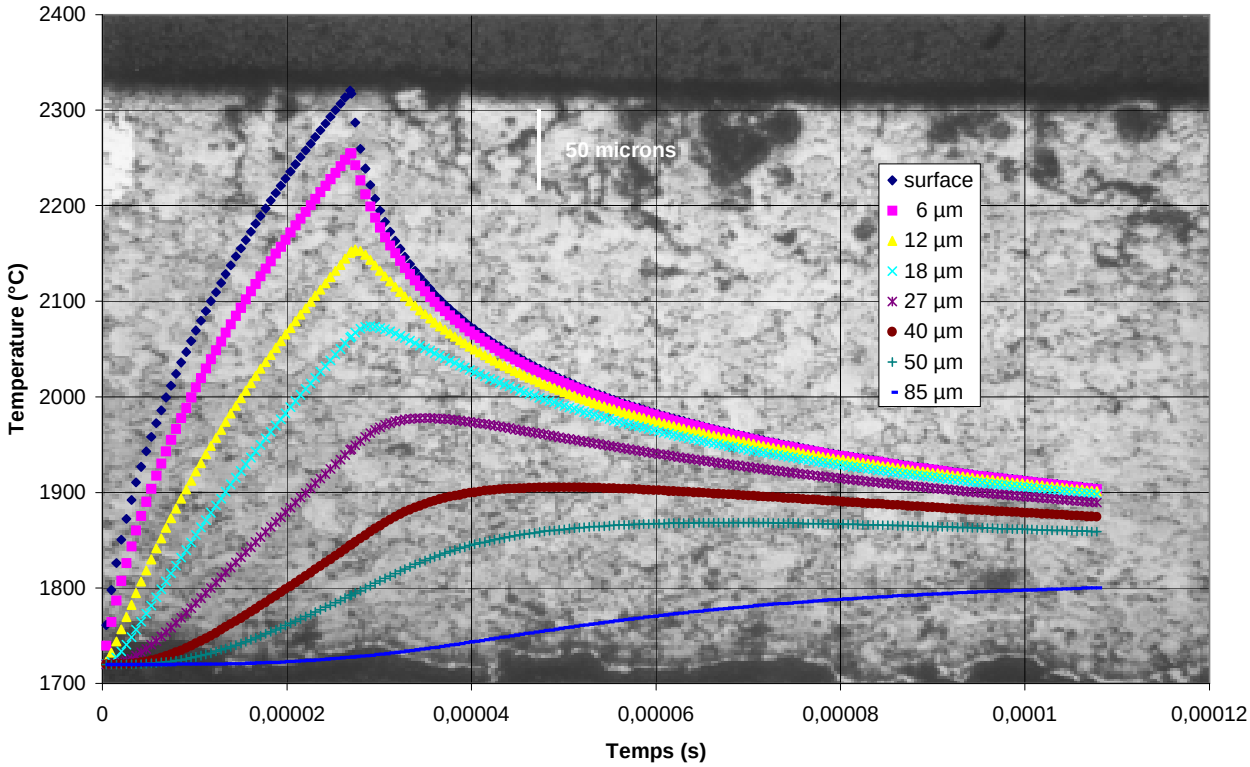


Figure 1-14 : Profil de température sous la piste tungstène pendant et peu après le passage sous le faisceau d'électrons.

En tout état de cause, les oscillations importantes en température ne concernent que l'extrême surface du dépôt de 350 µm d'épaisseur. Il faut enfin noter que la prise en compte des échanges radiatifs, négligés dans ce calcul, conforterait ce résultat, l'énergie restituée par rayonnement par la surface du tungstène ne participant plus à l'échauffement par diffusion du matériau sous-jacent. De même, la prise en compte des diffusions radiales et tangentielles de chaleur , aurait tendu à diminuer l'échauffement local en surface du tungstène.
Ce résultat a en pratique une importance considérable pour la suite de notre étude. Lors de nos simulations ultérieures du fonctionnement de l'anode et sous réserve de ne pas s'intéresser aux phénomènes affectant l'extrême surface du tungstène, l'énergie pourra être supposée répartie sur l'ensemble de la couronne en tungstène. Le problème à traiter devient alors, par axisymétrie, bidimensionnel.

1.7 DEFINITION DU DOMAINE DE NOTRE ETUDE

La simulation axisymétrique par éléments finis des conditions thermiques d'opération de l'anode a une double fonction. D'une part, elle nous donne accès aux champs thermiques dans l'anode, que nous pouvons utiliser comme base pour une simulation thermo-mécanique par éléments finis. D'autre part, elle nous informe sur les températures et sur la cinétique de ses variations lors du fonctionnement. Ce sont les bornes de ces données qui nous permettront de cadrer le domaine d'investigation de notre étude mécanique non seulement en température, mais aussi, par calculs thermoélastiques, en déformation et vitesse de déformation.

Afin de cerner les conditions de sollicitation de l'anode, nous avons procédé à un calcul thermoélastique préliminaire. Les conditions générales du calcul seront détaillées dans le chapitre 5. Un protocole, tel que celui précédemment défini (§1.4 et Figure 1-7) a été simulé.

La Figure 1-15 illustre le champ thermique dans l'anode à l'issue des 50 clichés. La zone la plus chaude est située naturellement en surface de la piste en tungstène, et la plus froide le long de l'axe, dans le graphite. La température maximum atteinte est d'environ 1720°C dans le tungstène et 1690°C dans le graphite sous-jacent. Dans nos conditions de sollicitation, contrairement au cas précédemment évoqué de la rotation, la chaleur a cette fois le temps de diffuser dans le tungstène, ce qui explique le faible gradient observé dans le dépôt. Nous mènerons donc des essais mécaniques jusqu'à 1800°C. La déformation du tungstène, associée par un calcul thermoélastique à cette température extrême de 1720°C, vaut à peine 1%. Nos essais mécaniques devront donc imposer au tungstène des déformations de cet ordre de grandeur.

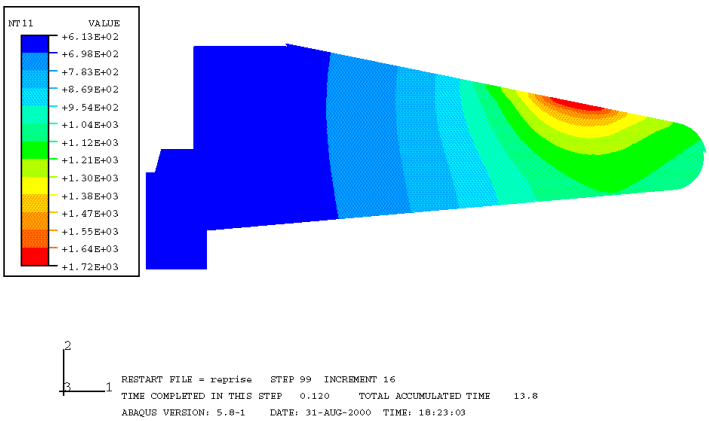


Figure 1-15: Champ thermique dans l'anode après 50 clichés (Tmax=1720°C).

Intéressons-nous à la zone la plus chaude qui va conditionner la définition de notre domaine d'étude en vitesse de déformation du tungstène et du graphite. L' évolution de température en surface du tungstène sous l'impact du faisceau électronique au cours du protocole est représentée sur la Figure 1-16. Les évolutions de température à l'interface graphite-tungstène sont analogues à celles du tungstène en surface, la température maximale atteinte dans le graphite étant naturellement plus faible, comme précisé précédemment.

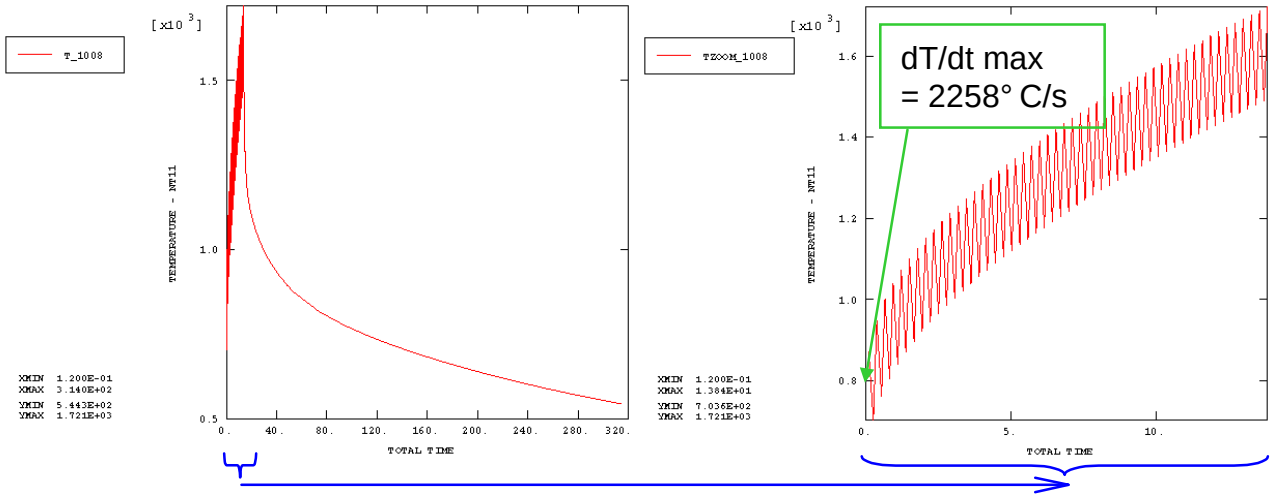


Figure 1-16: Evolution de la température de la surface de la piste en tungstène au cours du protocole.

Les variation de températures les plus rapides dans le tungstène et dans le graphite au cours du protocole valent respectivement 2258°C/s et 2037°C/s, dès le premier cliché, comme le montre la Figure 1-16. Un calcul thermoélastique permet d'associer des vitesses de déformation à ces deux cinétiques limites de montée en température, connaissant le coefficient de dilatation thermique du tungstène et du graphite. On arrive ainsi dans les deux cas à une cinétique maximale de déformation d'environ 10^{-2} s^{-1}.

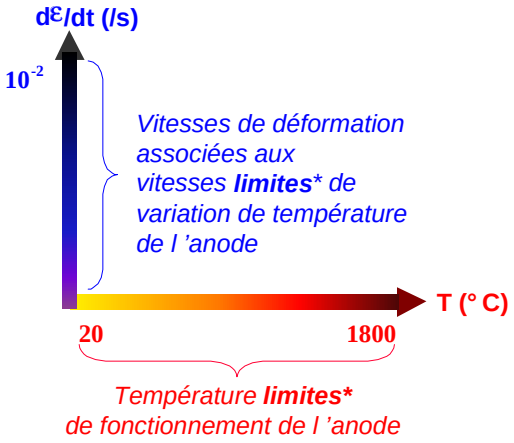


Figure 1-17: Domaine d'investigation thermo-mécanique (*issu du fonctionnement axisymétrique simulé).

En conclusion, comme le résume la Figure 1-17, nous étudierons le comportement mécanique de nos matériaux de l'ambiante à 1800°C et pour des vitesses de déformation maximales de 10^{-2} s^{-1}. La déformation maximale de nos essais sur le tungstène sera de 1%, valeur correspondante à sa dilatation thermique entre l'ambiante et 1800°C.

1.8 RECAPITULATIF

Les anodes légères montées dans les tubes à rayons X d'appareils vasculaires sont des composants soumis à quelques sollicitations mécaniques (assemblage, rotation à 9000 tr/mn, accélération, freinage) mais surtout à des sollicitations thermiques sévères (bombardement électronique de 50 kW sur 15 mm^2). On a pu recenser plusieurs phénomènes de cyclage thermique dont le plus rapide en fréquence ne concerne qu'une couche très superficielle du dépôt de tungstène. Nous ne nous intéresserons pas dans ce travail à ce phénomène très localisé, qui n'affecte pas le bon fonctionnement des anodes. La simulation thermique par éléments finis du fonctionnement de l'anode peut, de ce fait, être réalisée par un calcul axisymétrique, en répartissant le flux de chaleur associé à chaque cliché sur la couronne de tungstène circulant sous le faisceau. Les résultats de simulation d'un protocole, représentatif des conditions de service d'une anode de diamètre 150 mm, nous ont conduit à définir notre domaine d'investigation par une température maximale de 1800°C et une vitesse de déformation inférieure à 10^{-2} s^{-1}.

2 ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE ET CARACTERISATION DE BASE DES MATERIAUX CONSTITUTIFS DE L'ANODE: LE GRAPHITE ET LE TUNGSTENE

2.1 INTRODUCTION

Ce chapitre constitue une synthèse de travaux bibliographiques et expérimentaux réalisés dans l'objectif de cerner les comportements chimiques, physiques et mécaniques des matériaux constitutifs de l' anode, dans le but de définir les essais mécaniques en température.

La présentation de chacun des matériaux concernés, graphite et tungstène, sera organisée en deux parties : on fournira en premier lieu des informations d' ordre général (voie d' élaboration, propriétés chimiques, physiques, mécaniques) disponibles dans la littérature, puis, en second lieu, des données spécifiques au graphite 2664 et au tungstène LPPS.

Le couple tungstène/graphite est très intéressant pour une utilisation à haute température comme matériaux d' anode. Le graphite est le matériau élémentaire le plus réfractaire avec une température de sublimation de 3650°C. Le tungstène est le second avec un point de fusion à 3410°C. Alors qu' à température ambiante le graphite présente un faible rapport résistance/densité comparé à celui du tungstène, il affiche dès 2500°C un rapport plus élevé que ce dernier (Losty 1970). La Figure 2-1 illustre ce propos. Le substrat graphite allégeant la structure, permet ainsi d' assurer aussi, à haute température, sa bonne tenue mécanique. Enfin, tungstène et graphite présentent des coefficients de dilatation thermique proches, ce qui favorise la compatibilité entre ces matériaux lors d'excursions en température.

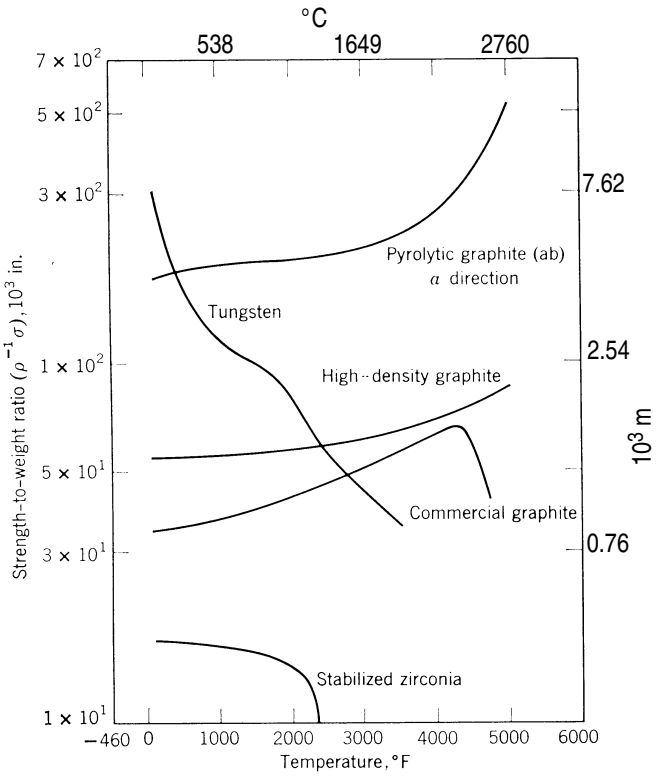


Figure 2-1: Evolution de la résistance spécifique en fonction de la température (I.E. Campbell 1967).

2.2 LE GRAPHITE

Le carbone se décline dans la nature à l' état de graphite et de diamant. De manière synthétique il est possible d' en obtenir d' autres variétés. Le graphite est la forme la plus courante des matériaux carbonés industriels. Les autres formes du carbone, désordonnées structuralement, sont généralement dénommées par le terme "carbones".

2.2.1 Arrangement cristallin

Le graphite est l' arrangement cristallin, stable à l' équilibre thermodynamique, du carbone solide à pression ordinaire (Richards 1965). Le carbone créant des combinaisons de structures à liaison à la fois métalliques et covalentes,

forme la structure graphitique. Les atomes de carbone utilisent trois de leurs liaisons covalentes possibles pour s'arranger en feuillets, appelé plans graphitiques (Figure 2-2).

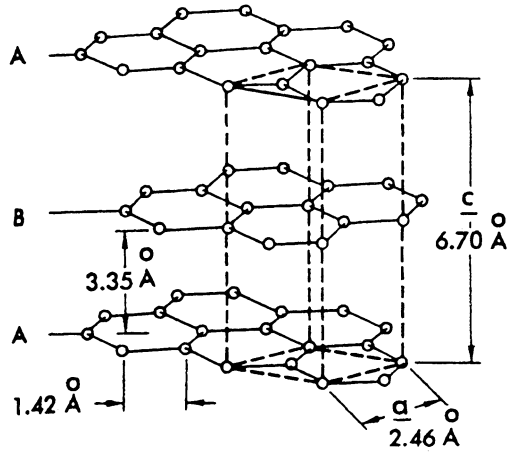


Figure 2-2: schéma de la structure du graphite.

Dans chaque couche ou plan graphitique, les atomes de carbone forment un réseau régulier d'hexagones (angle de 60° entre les bords) avec une distance interatomique de 0,1415 nm (A.R. Ubbelhode 1960). La liaison restante de chaque atome assure le maintien des couches entre elles. Un graphite polycristallin est une structure liée de plusieurs cellules ou cristallites de taille élémentaire d'environ 100 nm. On dénomme graphitation la transformation du carbone amorphe en graphite artificiel ou synthétique, c'est-à-dire à la formation croissante de plans d'atomes qui adoptent l'empilement du graphite avec un espace interplan de 0,3354 nm selon l'axe cristallographique *c*. Les plans graphitiques s'arrangent le plus couramment suivant un empilement hexagonal de type *ABA* (voir Figure 2-2). Dans l'empilement rhomboédrique, noté *ABC*, le plan *C* est décalé du plan *B* de la même manière que *B* est décalé du plan *A*. Cette dernière forme est presque toujours absente des graphites artificiels.

2.2.2 Elaboration

L'élaboration de graphite se fait à partir d'une matière première carbonée, le plus souvent du coke. Celle-ci est produite par décomposition thermique (pyrolyse en phase condensée solide) de substances carbonés végétales ou minérales (P. Renard 1985). La transformation vers 2500-3000°C du coke en graphite est réalisée dans des fours électriques.

La masse volumique du graphite à empilement hexagonal est 2,265 g/cm^3. En pratique, les graphites synthétiques dépassent rarement 2 g/cm^3 de densité.

2.2.3 Réactivité chimique

Le graphite réagit rapidement avec l'oxygène dès 500°C sous air, et est donc sujet à des dégradations par oxydation. Au-delà de 800°C, le taux d'oxydation croît de manière exponentielle avec la température comme l'illustre la Figure 2-3.

Riley (Riley 1967) définit la température seuil d'oxydation comme la température pour laquelle un échantillon perd environ 1% de sa masse en 24 heures sous air. Pour le graphite elle se situe entre 520°C et 560°C selon les matières premières et le mode d'élaboration.

Au contact du tungstène, le graphite forme des carbures WC et W_2C à partir de 1400°C.

Pour ces raisons, comme nous le verrons au chapitre 3, nos essais mécaniques sur le graphite et le tungstène ont du être conduits sous atmosphère inerte.

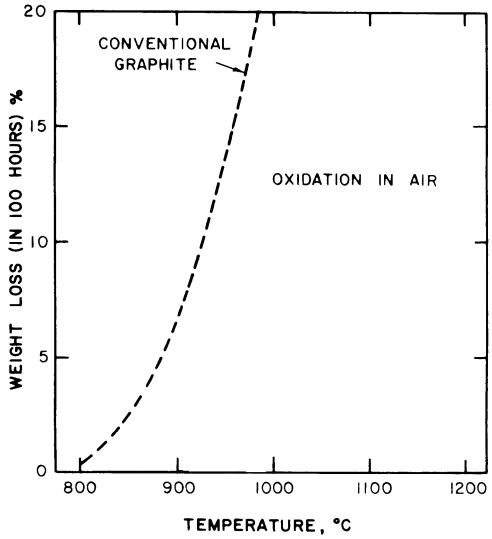


Figure 2-3: Perte de poids du graphite sous air en fonction de la température (Kohl 1967).

2.2.4 Propriétés mécaniques

Le graphite a un comportement mécanique légèrement non linéaire, dit quasi-fragile, comme le montre une courbe typique de chargement contrainte-déformation (Figure 2-4) obtenue à partir d'un essai de compression (J. Rappeneau 1966) à froid.

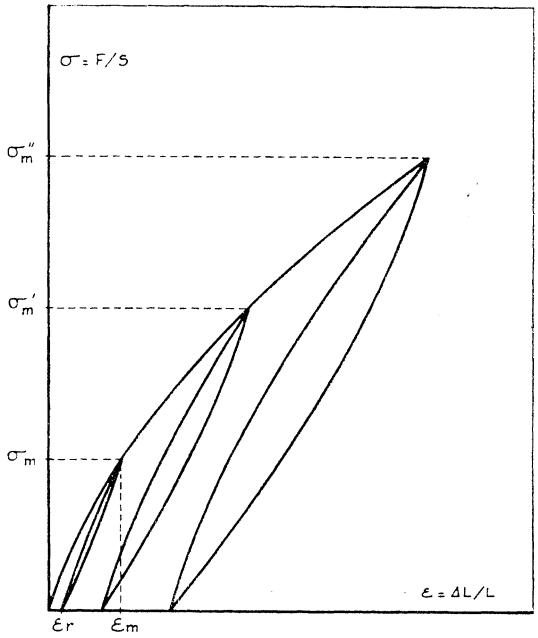


Figure 2-4: Courbe de comportement en compression du graphite (J. Rappeneau 1966).

Cette réponse du matériau est liée à la présence de microfissures ou micropores, créés lors du refroidissement suivant l'élaboration du graphite. ARRAGON et BERTHIER (P. Arragon 1958) définissent le module paraélastique E_p:

$$E_p = \frac{\sigma_m}{\varepsilon_m - \varepsilon_r}$$

Les valeurs de module d'élasticité des graphites sont de l'ordre d'une dizaine de Gigapascals.

La déformation à froid des carbones, donc dans les graphites polycristallins, est contrôlée par les faibles liaisons interlamellaires (J. Rappeneau 1965). La cohésion interlamellaire dépend de la population des défauts (lacunes, dislocations, trous), dans et entre les feuillets graphitiques. A basse température, les déformations peuvent être considérées comme élastiques, en dépit des frottements internes associés au cisaillement intralamellaire qui

entraînent expérimentalement une hystérésis lors des cycles de chargement. La rupture est de type fragile y compris à haute température.

L'évolution du module d'élasticité du graphite avec la température est tout à fait remarquable : le module est d'autant plus fort que la température est élevée, et ce jusqu'à environ 2000°C. Au delà, une plasticité macroscopique intervient et la rigidité chute, comme l'illustre la Figure 2-5.

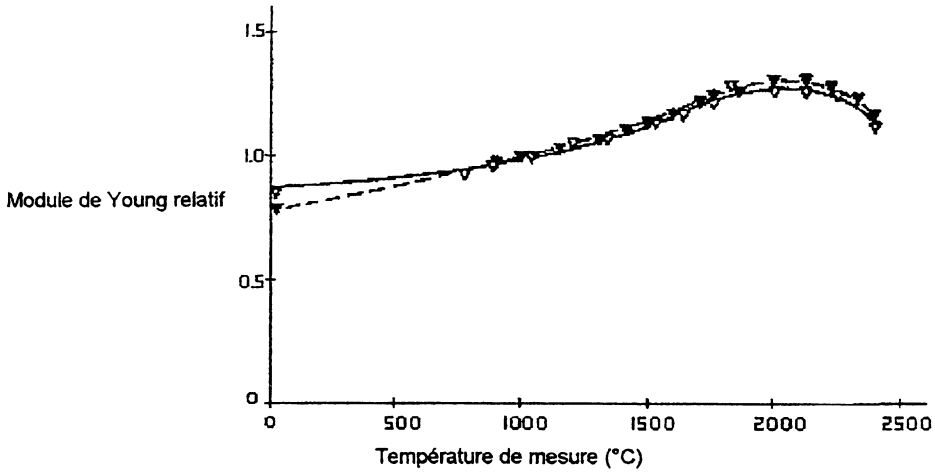


Figure 2-5: Evolution du module d'Young du graphite polycristallin avec la température (Gras-Naulin 1996).

Hove (Hove 1958) explique le comblement progressif des pores et des vides entre les cristallites pendant le chauffage par la forte dilatation thermique des cristaux suivant l'axe cristallographique *c* (axe perpendiculaire aux plans graphitiques), près de 50 fois supérieure aux axes *a* et *b* (axes définissant un plan graphitique) (Ravel 1994). Cette forte anisotropie des propriétés dilatométriques des cristallites induit donc des contraintes dans le graphite lors du chauffage et procure ainsi une plus grande rigidité au graphite. Le taux de croissance du module dépend de la graphitation. Ainsi une croissance maximum de 50% peut être obtenue avec des matières graphitables comme le coke de brai. Les graphites issus de matières à faible pouvoir de graphitisation telles que la cellulose présentent une augmentation plus faible, 10% environ. Une autre explication pourrait être la fermeture, pendant le chauffage, des pores créés lors du processus de fabrication (J. Lemaitre 1985).

La Figure 2-6 rassemble les évolutions de la résistance à rupture en fonction de la température de divers graphites polycristallins commerciaux. L'évolution de la résistance en compression ou traction des graphites cristallins avec la température présente une croissance de 100% jusqu'à environ 2500°C puis décroît de nouveau.

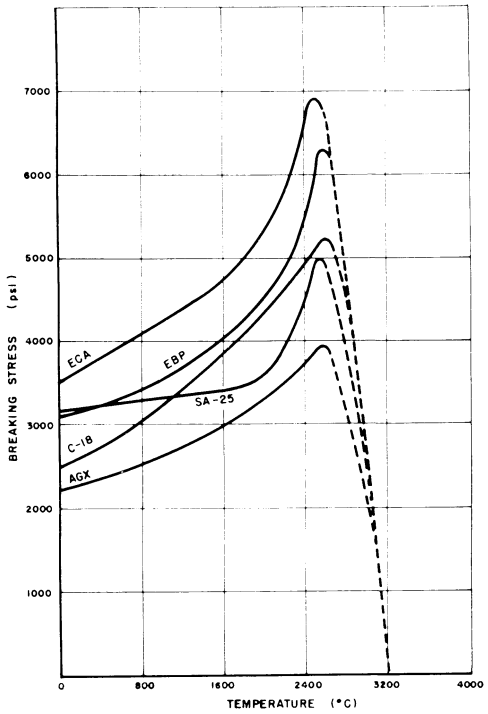


Figure 2-6: Contrainte à rupture de graphites commerciaux en fonction de la température (C. Malstrom 1951).

Diefendorf (Diefendorf 1960) a reporté une étude sur l'influence de la vitesse de déformation sur la contrainte à rupture, que la Figure 2-7 illustre. On retiendra que pour des vitesses de sollicitations comprises entre 10^{-5} s^{-1} et 10^{-2} s^{-1}, l'effet de la vitesse est inférieur à 10%. Dans le domaine de vitesse de sollicitation de notre étude, de 10^{-5} s^{-1} à 10^{-2} s^{-1}, nous considèrerons donc que la composante élastique du comportement ne dépend pas de la vitesse de sollicitation. L'auteur précise que le module d'élasticité du graphite n'affiche également aucune dépendance à la vitesse de sollicitation.

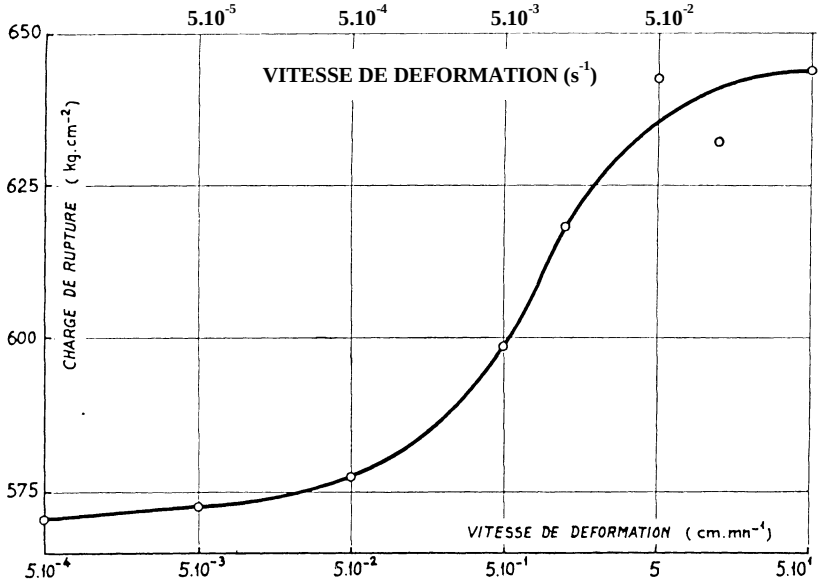


Figure 2-7: Effet de la vitesse de sollicitation sur la contrainte à rupture du graphite à 20°C (Diefendorf 1960).

2.2.5 Mécanismes de fissuration et critère de rupture :

Jouquet (Jouquet 1974) a observé le mode de fissuration dans les graphites isotropes, à l'échelle de l'éprouvette, et a conclu que, généralement, la fissure amorcée à un pore contourne les grains, provoquant ainsi dans son cheminement une tortuosité.

La fissuration sous-critique (propagation de fissure à des facteurs d'intensité de contrainte K_1 inférieurs à la ténacité K_{1C}) précédant la rupture brutale a d'abord été observée dans les graphites par un effet de corrosion sous contrainte (Diefendorf 1960). Mais le graphite travaillant sous vide secondaire dans le tube, cet aspect ne sera pas pris en compte dans notre étude. Nadeau (J.S. Nadeau 1975) puis Wood (J.L Wood 1980) ont étudié la propagation lente de fissures dans des graphites polycristallins à grains fins. A titre d'exemple, Wood évalue la ténacité à 1,4 MPa.m$^{1/2}$ (taux de libération d'énergie G_{1C} 155 J/m^2) pour un graphite élaboré par moulage isostatique, de densité 1,84 g/cm^3 (soit 18,4% de porosité), avec une taille moyenne de pores de 1,5µm.

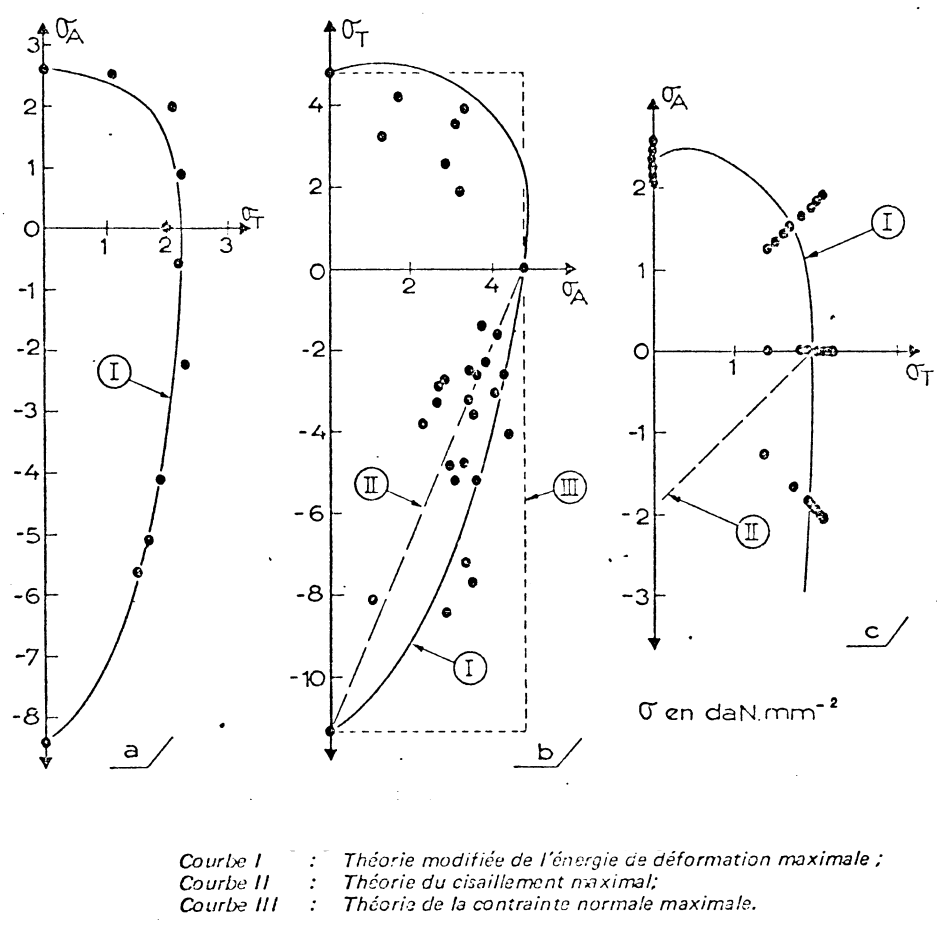


Figure 2-8: Rupture de graphites en contraintes biaxiales; tests de divers critères. (a) (Ely 1968), (b) (L.J. Broutman 1970), (c) (G.T. Yahr 1973).

Jouquet (Jouquet 1974) , en comparant plusieurs travaux (Ely 1968) (L.J. Broutman 1970) (G.T. Yahr 1973) relatifs à la définition de critères de rupture, estime que le critère développé par Ely décrit le mieux le comportement réel du graphite Figure 2-8. L'écriture de ce critère découle d'une modification de la théorie de l'énergie de déformation maximale.

2.2.6 Déformation à chaud:

Les graphites polycristallins peuvent fluer dès 1200°C, mais c'est vers 2500°C que ce fluage s'accélère (Blackman 1970). Un graphite élaboré à 3000°C peut ne pas présenter de déformation plastique avant 2300°C (Keen 1950). Les déformations permanentes à chaud, au delà de 2000°C, s'explique par l'afaiblissement des contraintes de liaison qui autorise le cisaillement interlamellaire (L. Greenstreet 1969).

Davidson et Losty (H.W. Davidson 1958) ont proposé une loi de fluage représentative de nombreux graphites entre 1200°C et 2000°C:

$$\varepsilon_t = \sigma\left\{\frac{1}{E_T} + \frac{C}{E_0}\log_{10}\left(\frac{t}{\tau}+1\right)\exp\left(-\frac{E_1}{RT}\right) + B_0 t\exp\left(-\frac{E_2}{RT}\right)\right\}$$

où : ε_t est la déformation totale au temps t (min)

σ la contrainte appliquée(dyne/cm^2)

E_0, E_T les modules d'élasticité à température ambiante et à T (°K)

C une constante (environ 13)
τ une constante (1 min)
E_1, E_2 les énergies d'activation du fluage primaire et secondaire, respectivement 20 et 40 kcal/mol
B_0 une constante (3.10^{11} cm^2/dyne.min)
R la constante des gaz parfait (1,988 kcal/mol.°K).

Nous allons démontrer, à partir de l'exploitation de cette relation, que la déformation inélastique du graphite 2664 de notre étude peut être négligée. Pour cela, nous considérons la température maximum atteinte par le graphite dans l'anode tournante au cours du protocole, soit environ 1500°C, et la contrainte moyenne à rupture en traction fournie par le fabricant, 40 MPa (4.10^8 dyne/cm^2) à l'ambiante.
A partir de cette relation, nous pouvons évaluer la vitesse de fluage stationnaire à cette température sous cette contrainte, en prenant des modules d'Young à 20°C et 1500°C de respectivement 9 GPa (9.10^{11} dyne/cm^2) et 12 GPa (12.10^{11} dyne/cm^2) (données du fabricant, Le Carbone Lorraine). Le calcul donne une vitesse de fluage d'environ $2{,}6.10^{-9}$ /s. La vitesse de fluage du tungstène sous les mêmes conditions, évaluée à partir de la loi de comportement déterminé au cours de cette thèse et reportée au chapitre 4, donne une vitesse de fluage d'environ 10^{-6} /s. Le test de fluage du graphite 2664 menée à 1800°C reporté au § 2.3.4 confirmera une déformation en fluage négligeable.
Trois ordres de grandeur séparent les vitesses de fluage, et nous considérerons donc le comportement du graphite comme purement élastique pour cette application d'anode tournante.

2.2.7 Influence de la porosité

Une relation linéaire entre la densité du graphite et son module d'élasticité a été mise en évidence par plusieurs auteurs (Mrozowski 1956), (Hasselman 1963).
Une étude de Lund et Bortz (H.H. Lund 1960) remarque que l'accroissement relatif du module d'Young avec la température n'est pas modifié significativement par l'accroissement de densité. Ceci explique pourquoi des graphites différents présentent un accroissement similaire du module d'élasticité. On exploitera ce résultat pour estimer l'évolution du module d'Young en température de notre graphite 2664, à partir de la détermination de sa valeur à l'ambiante.
Plusieurs auteurs (Mrozowski 1956), (H.H.W. Losty 1962) sont en accord sur l'existence d'une relation linéaire entre la contrainte à rupture et la porosité des graphites polycristallins.

2.2.8 Influence du volume des éprouvettes

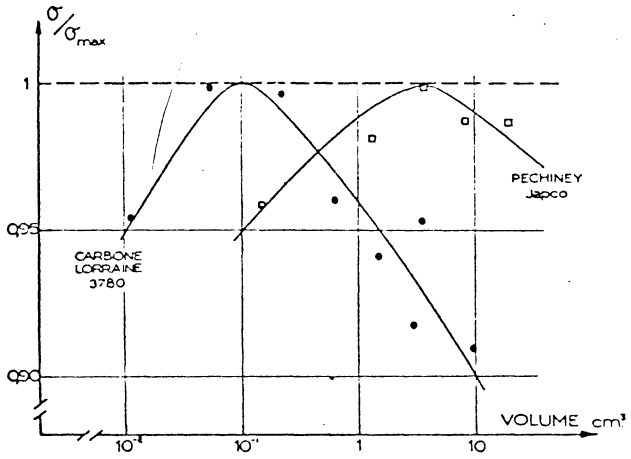


Figure 2-9: Relation entre volume et contrainte à rupture du graphite (F. Lanza 1973).

Masson (Masson 1962) puis Lanza (F. Lanza 1973), en testant en flexion des barreaux de différentes tailles, observent une dépendance non monotone de la contrainte à rupture au volume sollicité (Figure 2-9). La croissance de la contrainte à rupture à faible volume d'éprouvette est expliquée par Jouquet (Jouquet 1974) par l'importance trop grande de la taille des grains vis-à-vis de celle de l'échantillon, l'essai n'étant plus représentatif de l'agrégat. A volume plus élevé, la rupture est conditionné par la quantité de défauts présents dans l'éprouvette. De plus, les défauts étant répartis de manière aléatoire dans le matériau, une dispersion est associée à la contrainte à rupture du matériau. Ces deux caractéristiques sont des conséquences directes du comportement fragile du graphite.

2.3 LE GRAPHITE DE NOTRE ETUDE : G2664

2.3.1 Mode d' élaboration du G2664 de Le Carbone Lorraine

Le graphite 2664 est élaboré à partir de matières premières carbonées (noir de pétrole, coke, graphites naturels et artificiels) mélangées avec des liants (goudrons, brais, résines) dans une opération dite de "malaxage". La pâte

obtenue est ensuite cuite, puis rebroyée pour obtenir une poudre de granulométrie définie. Cette poudre est comprimée isostatiquement en blocs. Une opération de cuisson à 1200°C conduit à une matière densifiée: le carbone amorphe. La graphitation proprement dite est ensuite réalisée par chauffage à plus de 2500°C. Les traitements thermiques durent plusieurs semaines. Ce que l'on désigne par "lot" est un ensemble réalisé avec la même matière première pendant la même campagne de malaxage. Un lot représente 5 à 15 tonnes. L'unité de produit inférieure est le bloc qui pèse approximativement 100 kg. Un bloc est débité en rondins dans lesquels on peut usiner 5 à 10 ébauches de substrat d'anodes.

2.3.2 La porosité dans le G2664

Des mesures sur 3 lots de graphite 2664 ont permis d'évaluer la densité apparente de notre matériau qui s'élève à 1,86 g/cm^3 : la porosité totale est donc de 17,8%, dont 8,6 % de porosité ouverte. La porosimétrie à mercure, qui permet d'identifier la répartition en taille des pores, appliquée sur ces mêmes lots, indique que la population est constituée à plus de 70% de pores de taille comprise entre 2 et 4 microns, et que la taille maximale est de 360 microns (Figure 2-10). La Figure 2-11 présente un faciès de rupture sur une large plage d'un échantillon de graphite 2664 dont l'aspect granuleux est caractéristique d'une structure isotrope à grains fins. A plus fort grandissement (Figure 2-12) on distingue le réseau de porosité ouverte.

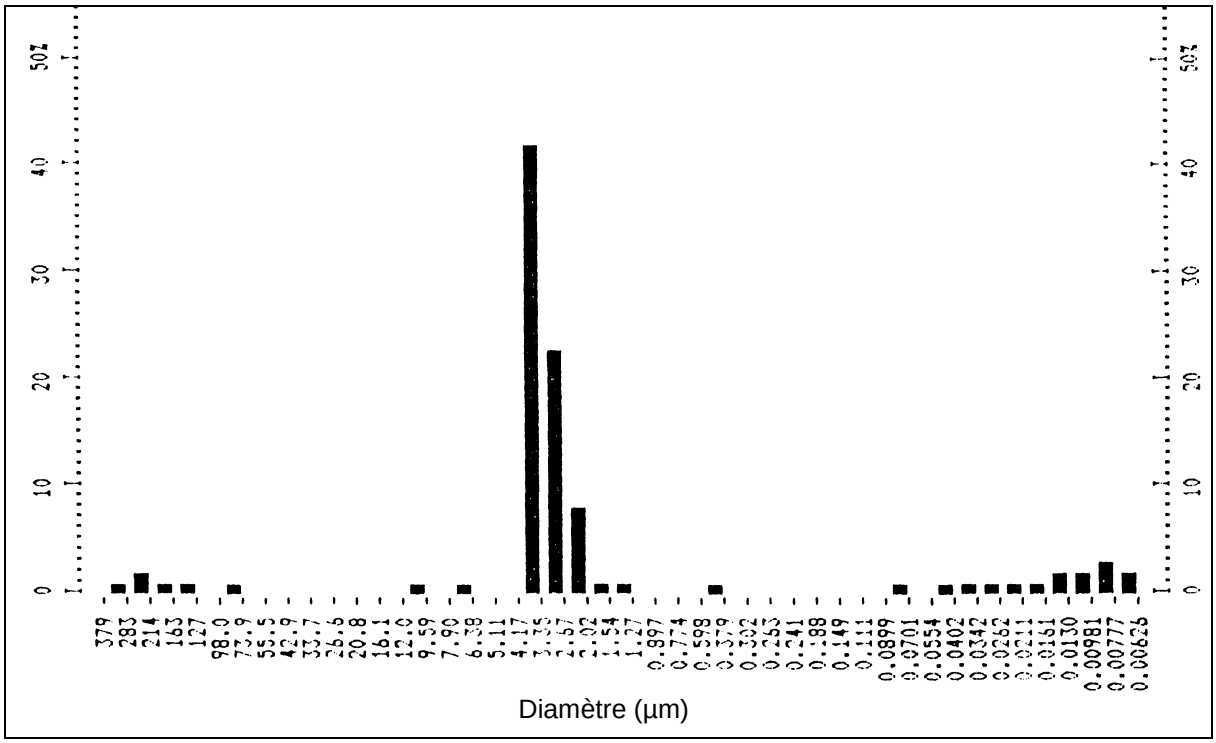


Figure 2-10: Histogramme de la porosité relative par classe (porosimétrie à mercure).

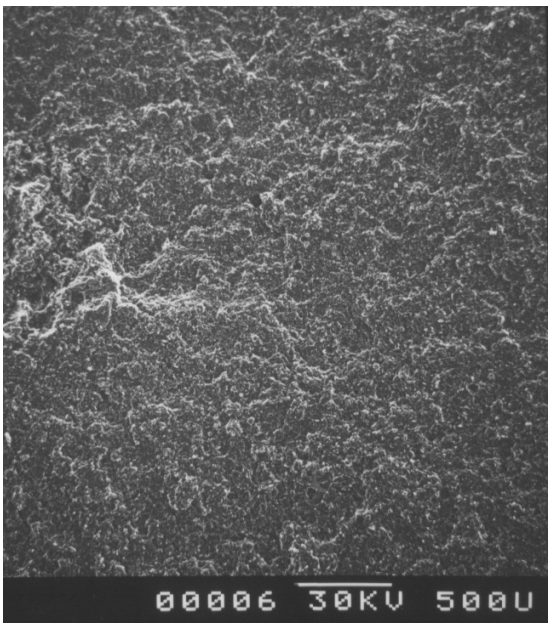


Figure 2-11: Faciès de rupture du graphite 2664.

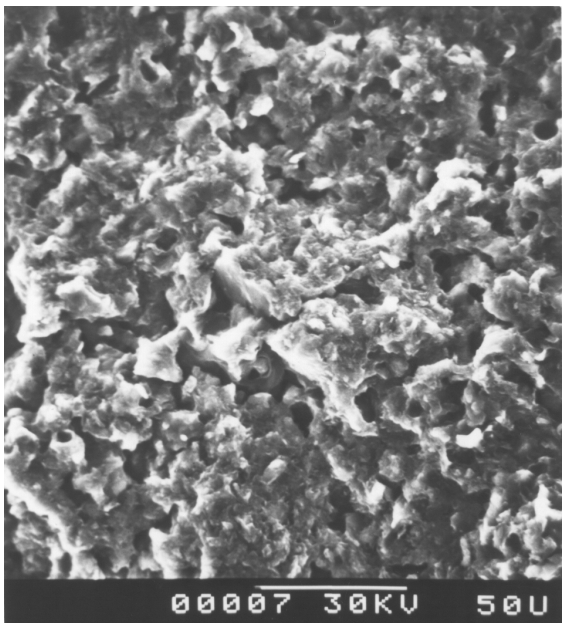


Figure 2-12: Fractographie du graphite 2664 montrant les grains et les porosités.

La Figure 2-13 représente une coupe polie du graphite 2664, sur laquelle nous apercevons clairement des pores de plus de 10 microns, ce qui est en bon accord avec la Figure 2-10 et notre évaluation de la taille critique du pore du graphite G2664 (2.3.4).

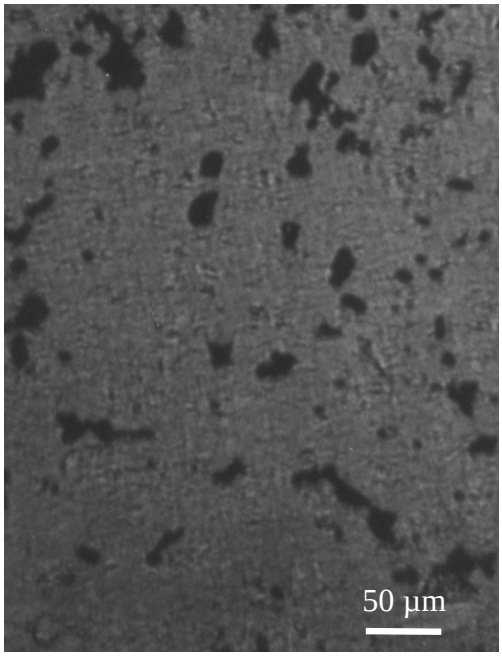


Figure 2-13: Micrographie du graphite 2664.

2.3.3 Les propriétés thermiques

Le graphite affiche des propriétés d'échange de chaleur par rayonnement supérieures à celles des métaux. Ainsi le graphite 2664 a un coefficient d'émissivité de 0,8 alors que celui du tungstène n'est que de 0,29.

Les graphites artificiels polycristallins ont des conductivités thermiques élevées (Figure 2-14) comparables à celles des métaux. L'association de cette propriété à une faible dilatation thermique et un faible module d'Young confère aux graphites polycristallins une excellente résistance aux chocs thermiques.

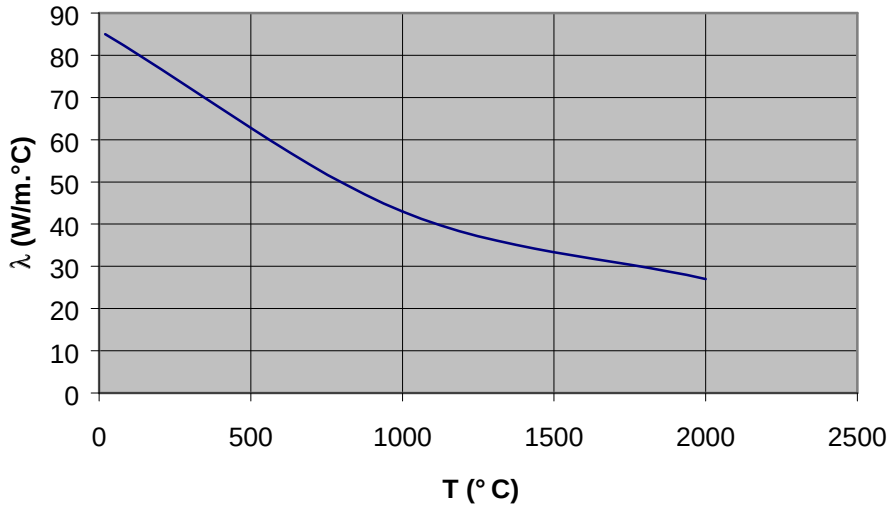


Figure 2-14: Conductivité thermique du graphite 2664 (L.C.L.).

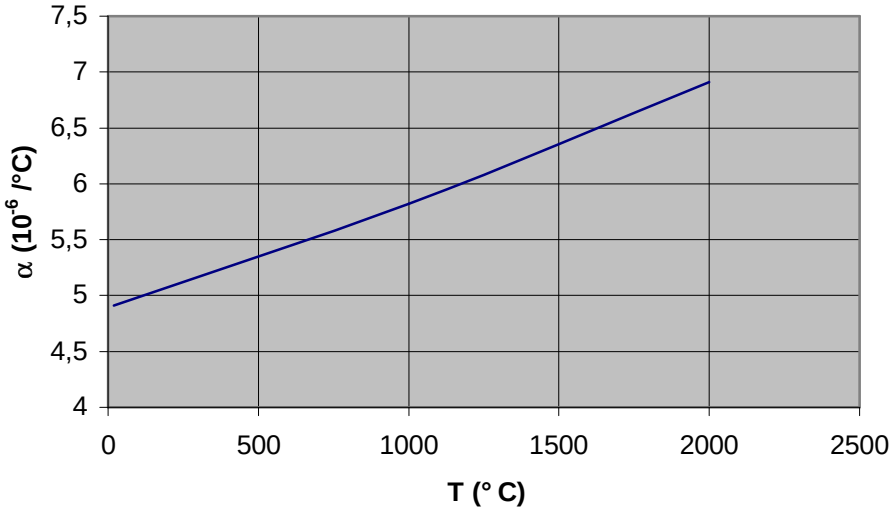


Figure 2-15: Coefficient de dilatation thermique linéaire du graphite 2664 (L.C.L.).

L'évolution de la chaleur spécifique du graphite G2664 en fonction de la température est représentée sur la Figure 2-16.

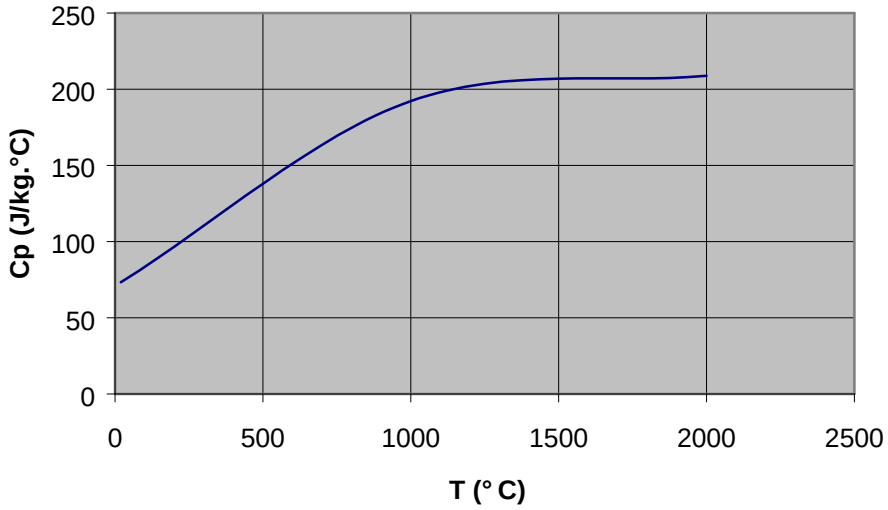


Figure 2-16: Chaleur spécifique du graphite 2664 (L.C.L.).

2.3.4 Les propriétés mécaniques

Nous avons procédé à des essais mécaniques cyclés de flexion 4 points à température ambiante sur des barreaux de graphite, afin d'évaluer le module d'élasticité. Celui-ci est calculé à partir de la charge appliquée *P*, de la déformation ε d'une jauge collée sur la face en tension de l'éprouvette sollicitée, des dimensions de celle-ci (largeur *b=4 mm*, épaisseur *e=3 mm*), et des entraxes de sollicitation (entraxe extérieur L=24 mm, entraxe intérieur l=12 mm), selon la formule suivante:

$$E = \frac{3P(L-l)}{2be^2} \cdot \frac{1}{\varepsilon}$$

Le graphite 2664 affiche un module moyen d'élasticité de 13,0 ± 0,5 GPa.

Cet essai montre d'autre part que l'hystérésis du comportement mécanique est quasi inexistante (Figure 2-17). Par conséquent, le graphite sera considéré ici comme ayant un comportement élastique linéaire.

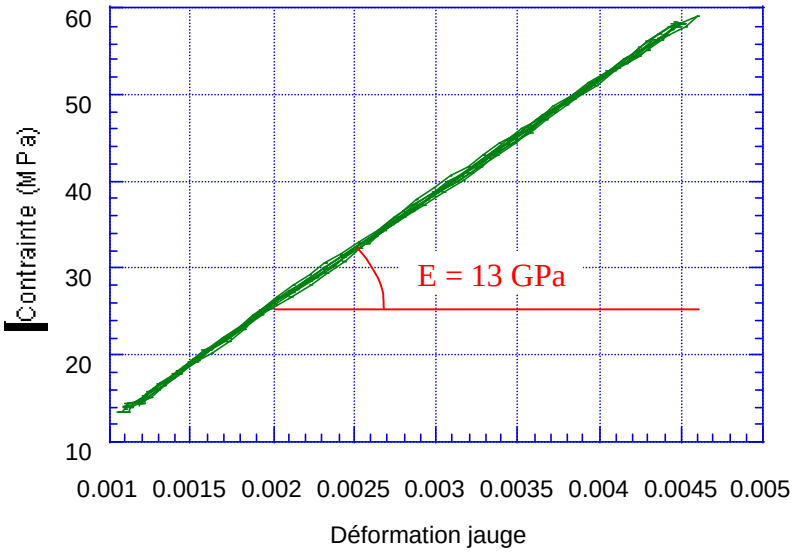


Figure 2-17: Comportement du graphite 2664 lors d'un essai de flexion à 20°C.

Un essai cyclé a été mené en flexion sur le graphite 2664, avec incrément de charge jusqu'à rupture de l'éprouvette. L'augmentation de la charge maximum du cycle imposé, n'entraîne ni élasticité non linéaire, ni déformation rémanente comme le montre la Figure 2-18. On peut donc considérer le graphite 2664 comme fragile.

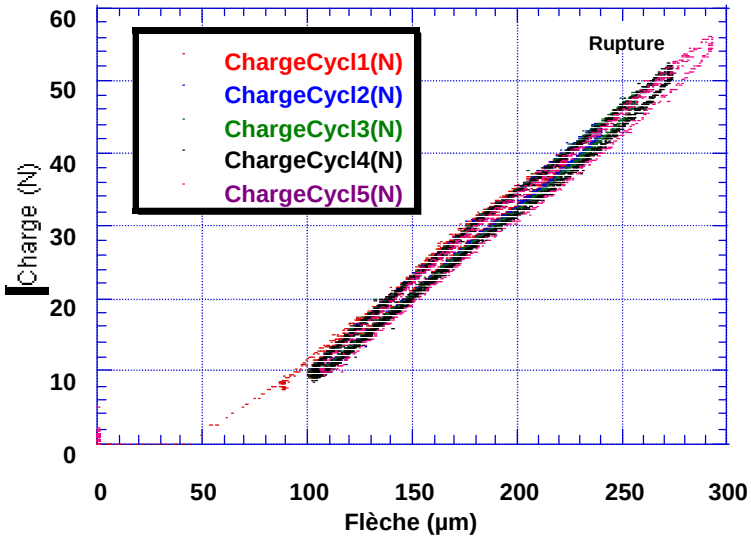


Figure 2-18: Cyclage en charge incrémentale du graphite 2664: absence de déformation rémanente.

Le module d'élasticité du graphite 2664 a été mesuré par méthode dynamique de 20°C à 1500°C (Figure 2-19). Cette technique détermine la vitesse de propagation d'ondes ultrasonores dans l'éprouvette, ce qui permet le calcul du module d'élasticité. Une croissance de 20% du module d'élasticité est observable entre 20°C et 1500°C.

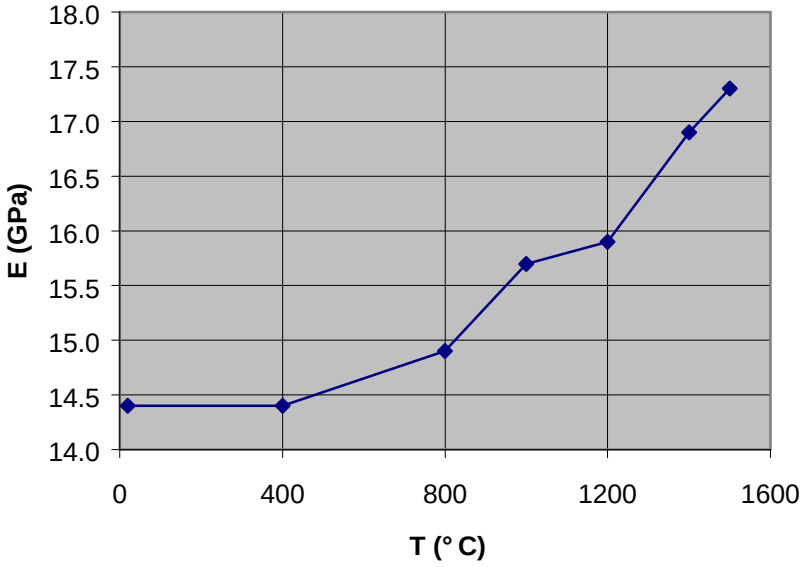


Figure 2-19: Module d'élasticité dynamique du graphite 2664 en température (S.F.C. 1993).

Il est tout à fait classique que la méthode dynamique donne une valeur du module d'élasticité légèrement supérieure à la méthode mécanique, en raison des déformations très faibles qu'elle impose au matériau. Ce phénomène a également été constaté sur le graphite (W. Schulle 2000). Pour le graphite 2664, l'écart relatif, à température ambiante, du module élastique dynamique, 14,4 GPa (Figure 2-19), au module élastique statique (jauge en flexion), 13 GPa (Figure 2-17), est de 11%. Jouquet (Jouquet 1965) a observé un bon accord entre les modules d'élasticité dynamique, et ceux obtenus par flexion et par compression sur un graphite anisotrope (Figure 2-20). Une autre étude (Nightingale 1962) chiffre à environ 10% l'écart moyen entre les trois méthodes de sollicitation. Nos données sont donc en accord avec la littérature.

Direction de mesure	Module dynamique (GPa)	Module flexion (GPa)	Module traction (GPa)
Parallèle au grain	9.04	8.12	8.05
Perpendiculaire au grain	6.83	6.01	6.56
Anisotropie	1.32	1.35	1.23

Figure 2-20: Module d'un graphite polycristallin déterminé par 3 méthodes (Jouquet 1965)

Le comportement à rupture :

La contrainte à rupture σ_r en flexion 3 points se calcule à partir de la charge à rupture *P*, de l'entraxe de flexion *L*, et des dimensions du barreau de graphite 2664 de largeur *b* et d'épaisseur *e* :

$$\sigma_r = \frac{3PL}{2be^2}$$

Neuf barreaux de graphite 2664 rompus en flexion 3 points à l'ambiante nous ont permis d'évaluer la contrainte à rupture de notre graphite à 66 MPa avec un écart-type de 2 MPa.
Le fournisseur, Le Carbone Lorraine, annonce une résistance en traction de 35 à 45 MPa, en flexion de 55 à 72 MPa et en compression de 110 à 150 MPa, ordres de grandeur bien en accord avec nos propres résultats.

Des essais de flexion 3 points sur éprouvettes S.E.N.B. (Single Edge Notched Beam) de graphite 2664 ont permis d'évaluer sa ténacité à environ 1,4 MPa.m$^{1/2}$ (S.F.C. 1993). La ténacité K_{IC} est calculée à partir de la charge à rupture *P* d'un barreau de flexion pré-entaillé, de l'entraxe *L* de flexion, des dimensions du barreau de largeur *b* et d'épaisseur *d*, et de la profondeur *a* de l'entaille:

$$K1c = \frac{3PL}{2bd^{3/2}} f(a/d)$$

La valeur de la ténacité obtenue est tout à fait similaire à celle obtenue par Wood (J.L Wood 1980) (cf. § 2.2.5) avec un graphite ayant des propriétés très proches de celles du 2664.

A partir de l'équation de Griffith (Griffith 1920) reliant la résistance à rupture σ_r et la taille de défaut *2a* à la ténacité du matériau K_{IC}:

$$K_{IC} = \sigma_r \sqrt{2\pi a}$$

il est possible d'estimer la taille des défauts critiques dans notre matériau à environ 400 µm, en accord avec les mesures de porosimétrie (Figure 2-10).

Le fluage du graphite 2664:

L'étude bibliographique préliminaire a permis d'estimer en première approximation la vitesse de fluage du graphite 2664, grâce à un modèle établi à partir du comportement de nombreux graphites industriels. Les vitesses relatives de fluage du graphite et du tungstène montraient alors que le comportement en fluage du graphite pouvait être négligé.
Nous avons préféré mener notre propre essai de fluage sur le graphite 2664. La température d'essai a été choisie comme la limite de notre domaine d'étude soit 1800°C. La charge constante imposée a été fixée à 50 N, soit une contrainte maximum de 50 MPa dans le barreau de graphite testé (largeur 4 mm, épaisseur 3 mm, entraxe 24 mm). Rappelons que la limite à rupture du graphite 2664 est de 66 MPa en flexion. La Figure 2-21 fournit l'évolution de la charge et de la flèche durant l'essai qui a duré environ une heure. L'invariance de la flèche durant l'étape sous charge constante imposée, démontre que le graphite 2664 ne flue pas à 1800°C, température maximale qui sera atteinte lors de nos essais.
Notre résultat expérimental vient bien confirmer le calcul exécuté précédemment à partir d'un modèle publié (2.2.6).
Notre graphite 2664 peut donc bien être considéré comme élastique fragile sur le domaine d'étude.
A la fin de l'essai, l'éprouvette a été rompue afin de mesurer sa résistance à la rupture. La contrainte à rupture de 105 MPa ainsi mesurée correspond à 60% d'augmentation de la contrainte à rupture par rapport à l'ambiante (66 MPa). Cette croissance relative de la limite à rupture est tout à fait en accord avec les évolutions visibles sur la Figure 2-6 pour divers graphites commerciaux.

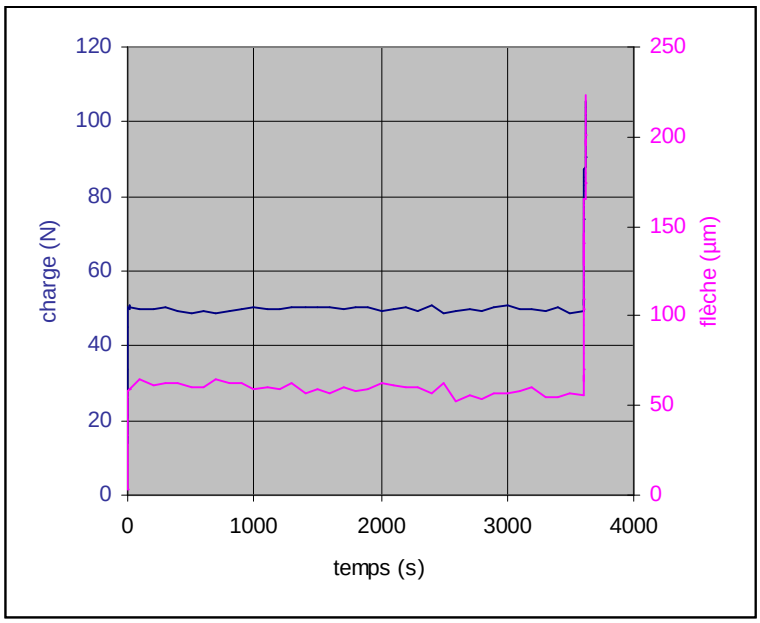


Figure 2-21 : Evolution de la charge et de la flèche lors de l'essai de fluage (charge imposée de 50N) à 1800°C, suivie d'un chargement à vitesse imposée jusqu'à rupture.

2.4 LE TUNGSTENE

Le tungstène est le métal le plus réfractaire avec un point de fusion à 3410°C. Il présente d'autre part la tension de vapeur la plus basse de tous les matériaux métalliques (10^{-6} Torr à 2400°C), ce qui autorise des applications sous vide poussé jusqu'aux plus hautes températures. Les limites d'utilisation du tungstène sont fortement liées à son caractère oxydable ; ses principales applications comme élément pur (filaments de lampes, résistances de four sous vide) (Briant 2000) obligent à le protéger de l'air. Les données disponibles sur le tungstène datent majoritairement d'avant 1973, date à laquelle les programmes d'études sur les systèmes spatiaux de propulsion nucléaire ont été réduits, et les céramiques ont été préférées aux métaux réfractaires pour la navette spatiale (Klopp 1984). La voie d'élaboration par projection plasma a donné lieu à très peu de publications ; en particulier des données sur les caractéristiques mécaniques sont quasi inexistantes pour le tungstène élaboré par cette technique relativement nouvelle.

2.4.1 Arrangement cristallin

Le tungstène cristallise selon une structure cubique centrée (Figure 2-22), avec un paramètre de maille de 0,316 nm.

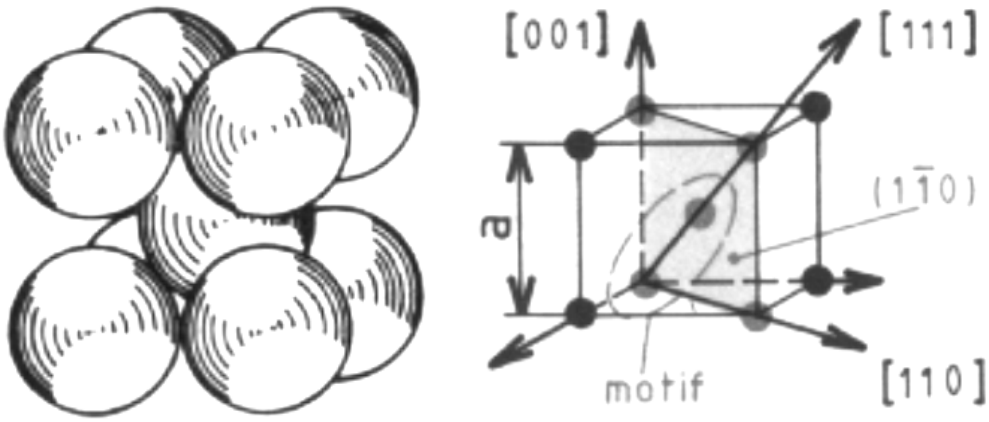


Figure 2-22: Arrangement cristallographique du tungstène en structure cubique centré.

2.4.2 Mode d' élaboration

Le tungstène métal est extrait des minerais les plus fréquemment rencontrés que sont la wolframite ($FeWO_4$, $MnWO_4$) et la schéelite ($CaWO_4$). La réduction par l'hydrogène à environ 1000°C et la séparation des autres métaux permet d'obtenir in fine de la poudre de tungstène.

Les produits en tungstène sont fabriqués à partir de cette poudre principalement par trois procédés principaux : la fusion à arc classique (Arc-Melted ou AM), la fusion au faisceau électronique (Electron-Beam melted ou EB) et la

métallurgie des poudres (Powder Metallurgy ou PM). Ces trois techniques aboutissent à une morphologie de grains équiaxes.
La voie par fusion à arc (AM) aboutit à des grains de tungstène plus gros que le matériau fritté (PM). Yih (S.W.H. Yih 1979) indique que, pour des conditions de recristallisation identiques, le tungstène PM présente une meilleure résistance mécanique que le tungstène AM. La technique EB permet d'atteindre, par fusion de zone notamment, des niveaux de pureté inégalables par les autres techniques (Kohl 1967).
Le tungstène PM présente généralement des grains plus fins mais un taux d'impuretés interstitielles plus élevé, principalement de l'oxygène et du carbone.

2.4.3 Réactivité chimique

Sous air, l'oxydation du tungstène commence vers 400°C et devient rapide à 500°C (Figure 2-23) (Briant 1994). Les oxydes de tungstène sont WO_3 (jaune), W_4O_{11} (bleu) et WO_2 (marron). Au contact du graphite, on a formation de carbures dès 1200-1300°C sous atmosphère neutre, argon par exemple, et dès 1400°C sous vide.

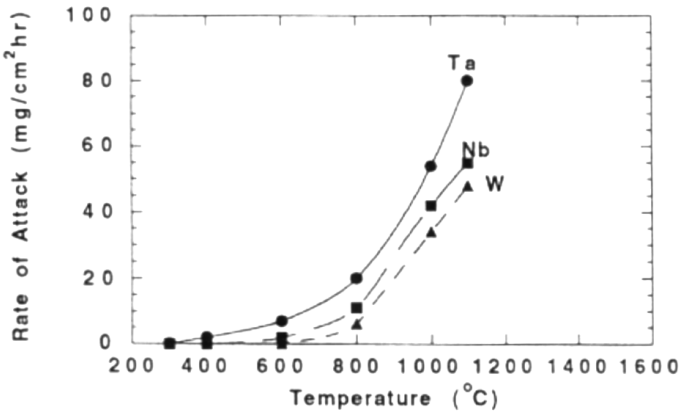


Figure 2-23: Taux d'oxydation du tungstène en fonction de la température (Briant 1994).

2.4.4 Propriétés mécaniques

Module d'élasticité, contrainte d'écoulement et contrainte à rupture :

Le module d'élasticité du tungstène dense, de l'ordre de 410 GPa à température ambiante, décroît quasi linéairement avec la température jusque vers 1500°C, puis chute plus rapidement au-delà (Figure 2-24). La dépendance à la température du module d'élasticité et du coefficient de Poisson est illustrée sur la Figure 2-25. Ces données sont en accord avec celles d'Amstrong et Brown de la Figure 2-24.

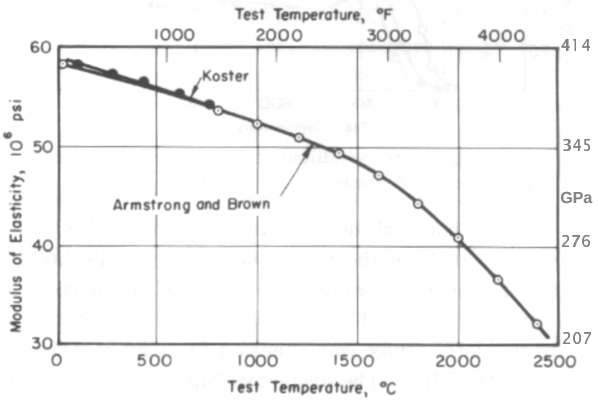


Figure 2-24: Evolution du module d'élasticité du tungstène en fonction de la température (J.L. Tietz 1965).

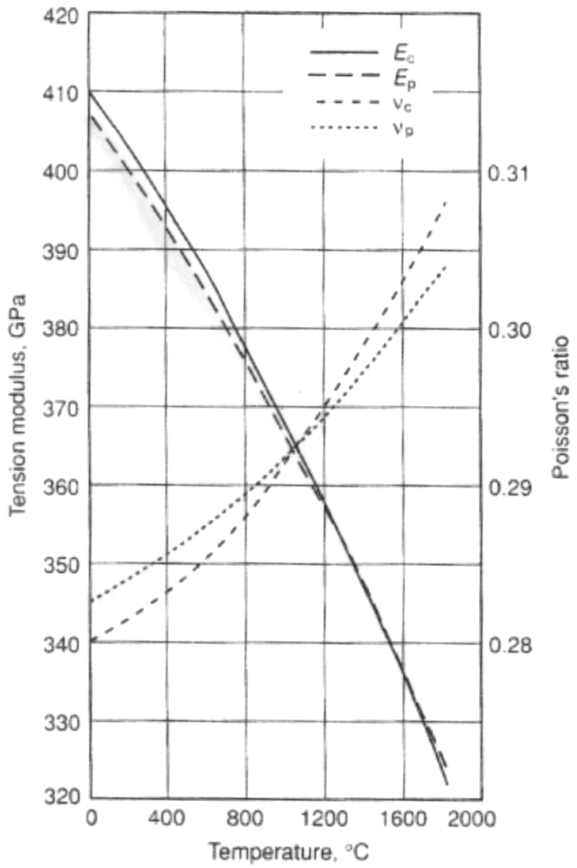


Figure 2-25: Modules d'élasticité et coefficient de Poisson du tungstène en fonction de la température (p: polycristal, c: monocristal) (Handbook 1990).

Le tungstène est fragile à basse température sans aucune déformation plastique. Comme tous les métaux cubiques centrés, il présente un changement de comportement mécanique qui intervient autour d'une température appelée température de transition ductile/fragile (TTDF). Sa détermination exacte étant difficile, on définit généralement une zone de transition ductile/fragile (ZTDF) : pour le tungstène recristallisé cette zone s'étale entre 200°C et 500°C. Pugh (Pugh 1957) note une TTDF de 300°C pour un tungstène PM recristallisé de taille moyenne de grain de 45 µm.

Au-dessus de la TTDF les déformations à chaud peuvent être importantes, de l'ordre de 50%. Le tungstène affiche néanmoins une haute résistance mécanique jusqu'à des températures élevées. La Figure 2-26 montre l'évolution avec la température de la limite d'écoulement, de la résistance à rupture et de l'allongement à rupture d'un tungstène PM recristallisé. Il faut noter la brutale variation de la limite d'élasticité entre 200°C et 400°C. On note qu'en dessous de 200°C, les déformation permanentes sont nulles et, qu'au-dessus de 400°C, elles atteignent en moyenne 50%. Cette gamme de température correspond au domaine de transition ductile/fragile du matériau. Une différence sur les courbes de rupture en température apparaît dès 500°C. Elle est liée à la présence d'un crochet de traction attribué à la présence d'éléments d'insertion.

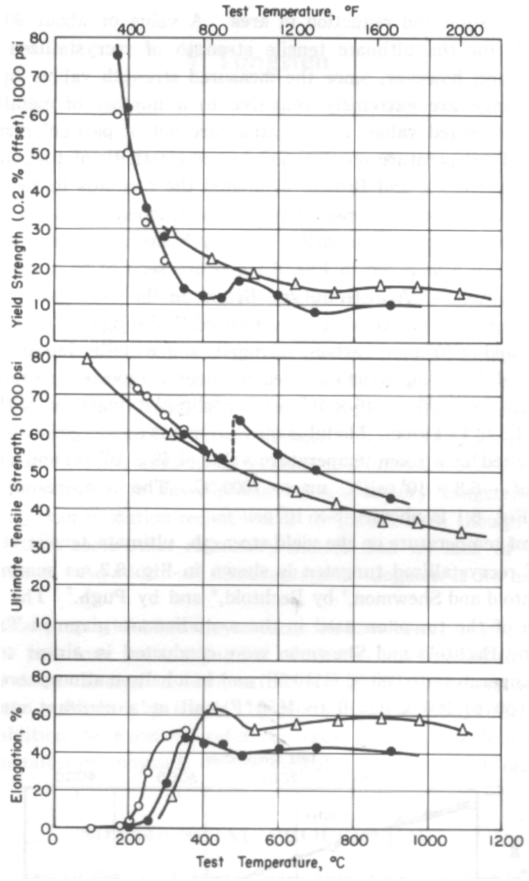


Figure 2-26: Propriétés mécaniques d'un tungstène PM recristallisé (3 études) (J.L. Tietz 1965).

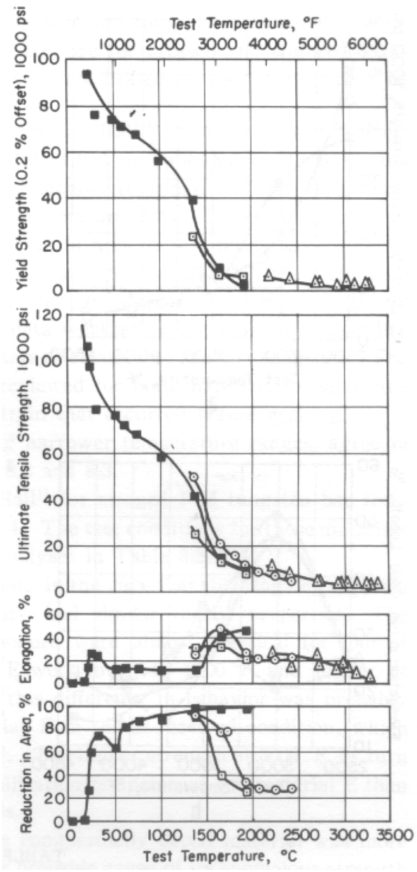


Figure 2-27: Propriétés mécaniques d'un tungstène PM écroui (plaques pressées) (4 sources) (J.L. Tietz 1965).

<u>Influence de l' écrouissage</u>:

Les propriétés mécaniques du tungstène sont très dépendantes de l'histoire mécanique et thermique du métal.

La Figure 2-28 illustre l'effet de cette histoire sur la contrainte à rupture de l'ambiante à 2000°C. Sur la Figure 2-29 on peut voir qu'un filament en tungstène brut d'étirage, échantillon A sur la figure, possède une forte résistance mécanique. Le même filament recuit à 2700°C pendant 1 minute, échantillon B, voit sa résistance chuter. Il est important de noter que, quelle que soit l'histoire thermo-mécanique de l'échantillon, les courbes de résistance se rejoignent vers 1600°C. Il est admis que la température de recristallisation du tungstène, libre de contrainte c'est-à-dire n'ayant subi aucun de travail mécanique, se situe vers 1500°C. La Figure 2-30 illustre la dépendance de la résistance, de la TTDF et de la température de recristallisation du tungstène, à l'état métallurgique du matériau. Des traitements thermiques au-delà de la température de recristallisation auront pour conséquence de faire grossir les grains, fragilisant le matériau tout en diminuant sa dureté. En fait, pendant l'échauffement à des températures supérieures à 1500°C, le tungstène se restaure (annihilation des dislocations, relaxation des contraintes résiduelles) voire recristallise (formation de nouveaux grains libres de dislocations à partir des anciens grains). Par conséquent, quel que soit l'état initial, les propriétés mécaniques sont celles du tungstène recristallisé au-delà de cette température.

Les propriétés mécaniques (limite d'écoulement, résistance à rupture et allongement à rupture), de l'ambiante à 2400°C, sont rassemblées sur la Figure 2-27 pour un tungstène écroui. Commentons les courbes de l'ambiante à 1200°C. La limite d'élasticité et la limite à rupture sont logiquement plus élevées que celles du tungstène recristallisé (Figure 2-26). La ductilité se trouve aussi diminuée, soit de 50% à 15% au-dessus de 500°C. On peut remarquer que les limites d'élasticité et à rupture du tungstène écroui sont proches sur cette gamme de température. Ce qui signifie que ce tungstène possède peu de capacité de durcissement. Au-delà de 1200°C, les contraintes d'écoulement et à rupture chutent rapidement et la ductilité monte à plus de 20%. Cette perte de résistance est à attribuer à la restauration du matériau écroui à l'approche de sa température de recristallisation. Le tungstène écroui étant par définition très travaillé, la température à laquelle il recristallise est plus faible que 1500°C, température de recristallisation d'un tungstène n'ayant subi aucun travail mécanique. Pour cette raison, on observe une chute des propriétés dès 1300-1400°C pour tendre vers des valeurs d'un tungstène non écroui. Des données d'autres auteurs (J.L. Tietz 1965) sur plusieurs barres brutes de filage en tungstène élaborées par métallurgie des poudres (voie PM) sont en bon accord avec les précédentes.

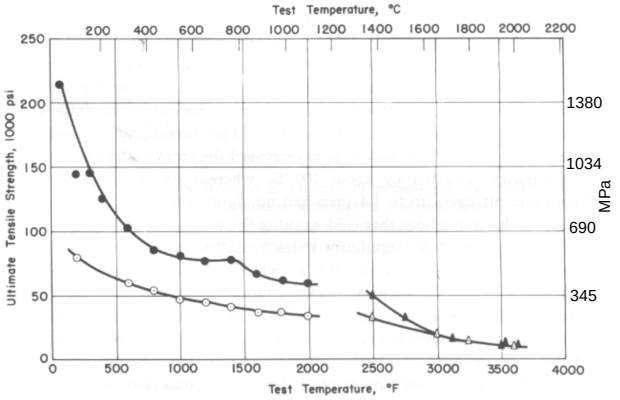


Figure 2-28: Résistance mécanique selon l'état métallurgique (○détensionné, △recristallisé, ● estampé, ▲recristallisé) (J.L. Tietz 1965).

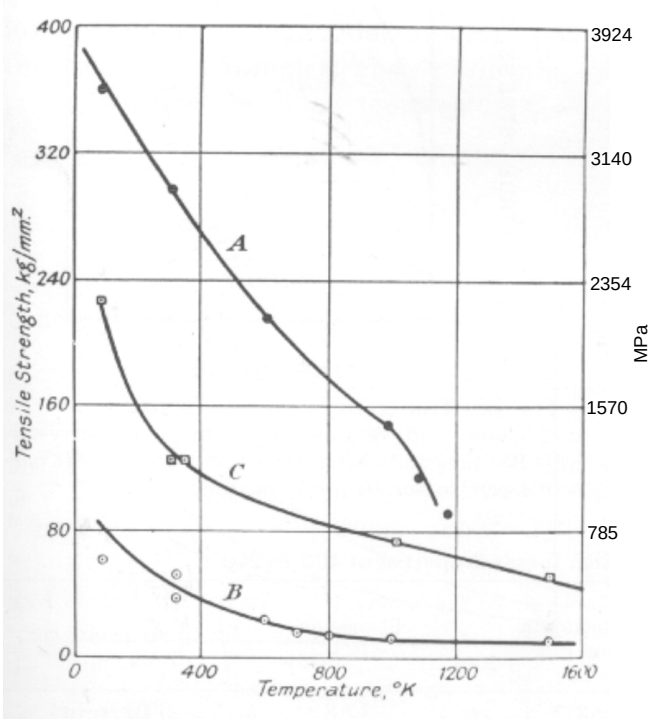


Figure 2-29: Effet de l'histoire mécanique et thermique sur la résistance mécanique de filaments en tungstène (A: brut d'étirage, B: recristallisé, C: monocristal W-ThO_2) (Kohl 1967).

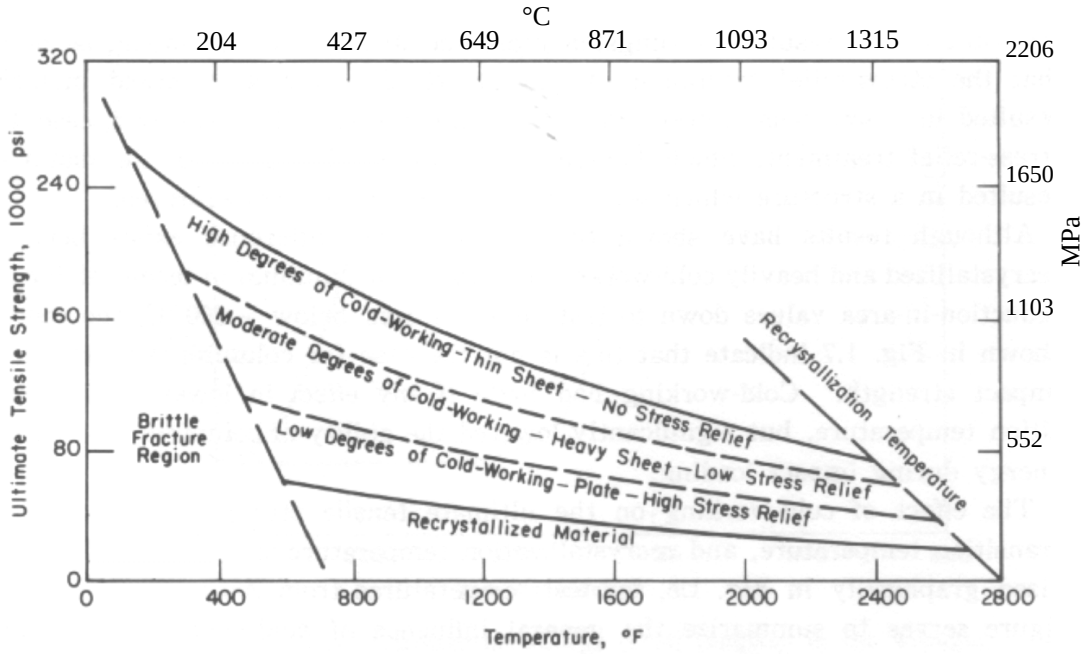


Figure 2-30: Température de recristallisation et TTDF selon l'état métallurgique du tungstène (Kohl 1967).

Influence des impuretés:

La présence d'impuretés interstitielles (oxygène, azote, carbone) augmente la contrainte d'écoulement (Figure 2-31) et, dans une moindre mesure, la résistance à la rupture du tungstène. L'influence de ces impuretés est surtout significative à basse température (J.L. Tietz 1965). La Figure 2-32 illustre l'effet des impuretés interstitielles sur la TTDF du tungstène. Ces impuretés sont à l'origine du crochet de traction parfois observable à basse température. En effet, les atomes étrangers tendent à migrer vers les vacances du réseau ou vers des régions d'énergie plus élevée, telles que les dislocations, et à s'arranger en ligne que l'on appelle atmosphère. Ce nuage formant une barrière à la mobilité des dislocations, l'écoulement du matériau aura lieu pour un saut de contrainte capable de déplacer les dislocations (Cottrell 1953).

Les éléments de substitution généralement augmentent la TTDF, à l'exception du rhénium. L'effet bénéfique du rhénium sur la plasticité à basse température est expliqué par une combinaison d'une amélioration du clivage et d'une réduction de la solubilité des interstitiels.

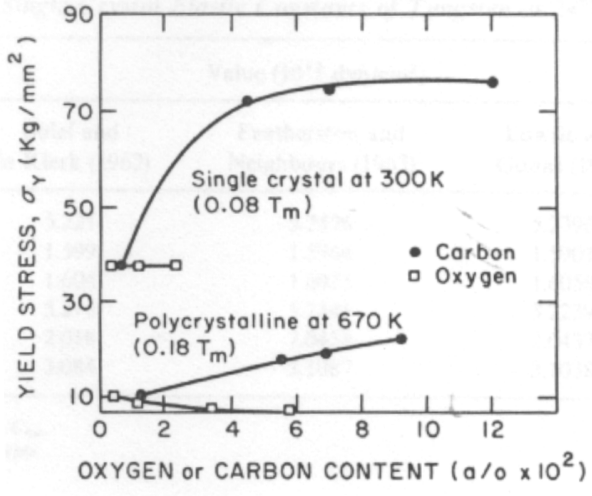


Figure 2-31: Sensibilité aux impuretés de la limite d'écoulement du tungstène (S.W.H. Yih 1979).

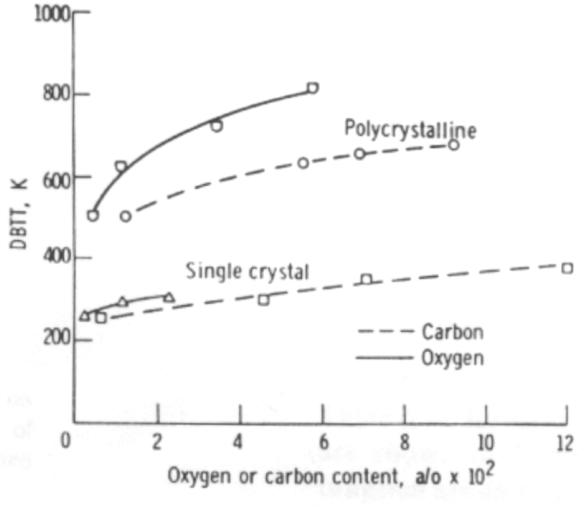


Figure 2-32: Sensibilité aux impuretés de la Température de Transition Ductile Fragile du tungstène (S.W.H. Yih 1979).

Influence de la taille de grains:

Il est admis que, en dessous d'environ la moitié de leur température de fusion, une diminution de la taille de grains des métaux augmente leur limite d'écoulement, leur contrainte à rupture et leur exposant d'écrouissage (capacité de

durcissement) (J.L. Tietz 1965). Ce phénomène est attribué à l'augmentation du nombre de joints de grains qui agissent comme barrières aux mouvements des dislocations, et à la difficulté aux glissements d'opérer du fait que chaque joint de grain est signe de désorientation pour des systèmes de glissement fixés. La limite d'élasticité est plus sensible à la taille de grains que la contrainte à rupture. En effet, au premier stade de la déformation, les obstacles aux dislocations sont minimes, les joints de grains en sont les principaux et ont donc plus d'influence que lors des déformations suivantes, où d'autres obstacles naissent à l'intérieur du grain. La température de transition ductile/fragile est donc aussi fortement dépendante de la taille de grains (Figure 2-33).

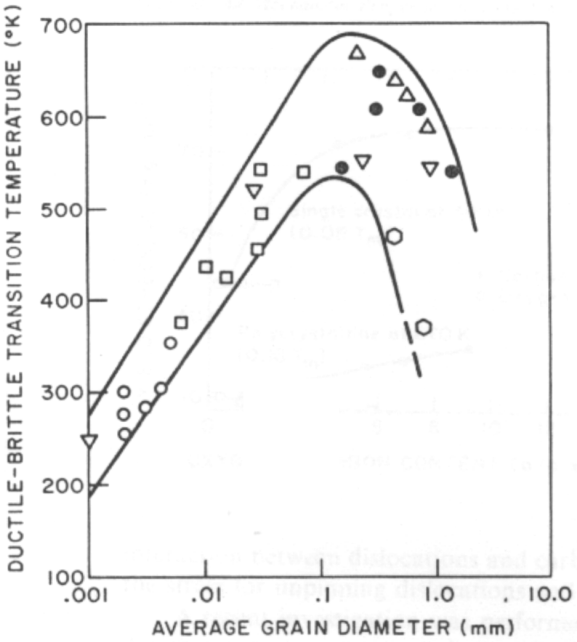


Figure 2-33: Effet de la taille de grain sur la TTDF du tungstène (S.W.H. Yih 1979).

A plus haute température, où le fluage intervient, les déformations opérant principalement aux joints de grains, un matériau à gros grains sera plus résistant. Parker (Parker 1954) reporte que cette tendance peut être inversée en augmentant la quantité de joints de grains à faible énergie de montée de dislocations par rapport à la quantité de joints de grains à forte énergie.

Influence de la vitesse de déformation:

Le tungstène peut afficher une sensibilité à la vitesse de déformation. Une vitesse de déformation plus rapide appliquée aux échantillons se traduit par une contrainte plus élevée. Bechtold (Bechtold 1956) a établi à basse température une relation entre la limite d'élasticité et la vitesse de déformation:

$$\sigma_y = C.(d\varepsilon/dt)^m$$

Il trouve une valeur de m de 0,15 à 525°K (252°C) comme l'illustre la Figure 2-34. Luo (A. Luo 1992) attribue l'effet de la vitesse de sollicitation à haute température à l'effet analogue sur la limite de plasticité vis-à-vis de la vitesse. La Figure 2-35 illustre qu'à 2000°K (1727°C), m vaut 0,184 pour des sollicitations en vitesse entre 10^{-3} et 10^{-2} /s. Pugh (Pugh 1957), avec du tungstène recristallisé de taille de grains 45 µm, note que m décroît de 0,01 à 425°C à 0,0038 à 1090°C. On note alors clairement, à travers les travaux de ces trois auteurs couvrant globalement un domaine en température très large et quasi-continu, un effet de la vitesse de sollicitation sur la contrainte bien moins marqué sur la gamme [400°C; 1000°C].

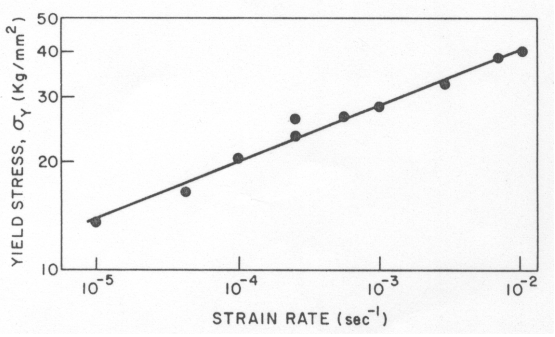


Figure 2-34: Sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation du tungstène PM à 525°K (Bechtold 1956).

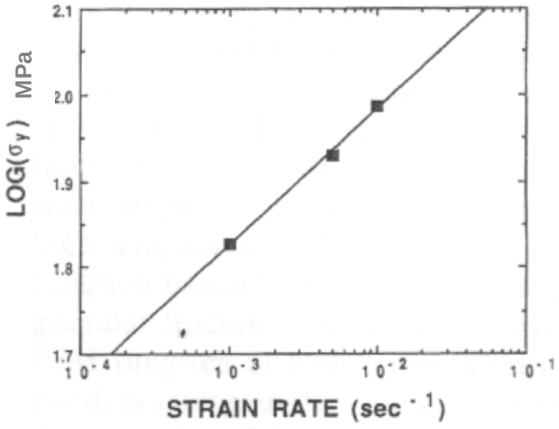


Figure 2-35: Sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation du tungstène PM à 2000°K (A. Luo 1992).

Cette influence de la vitesse de déformation s'observe aussi sur la TTDF qui croît avec le taux de déformation (Figure 2-36).

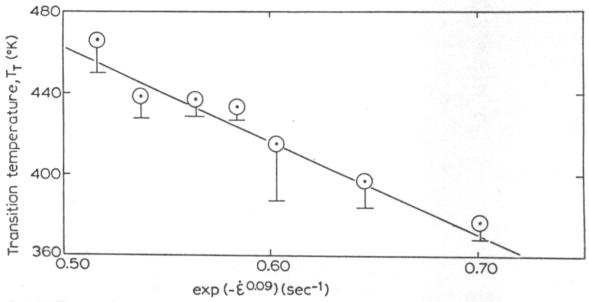


Figure 2-36: Effet de la vitesse de déformation sur la TTDF du tungstène (S.W.H. Yih 1979).

2.4.5 Lois de comportement simples en plasticité et fluage

Le tungstène, comme de nombreux métaux, présente un comportement plastique avec écrouissage par la déformation. Le modèle analytique de comportement de Ludwik (Ludwik 1909) permet de décrire la relation entre la contrainte et la déformation plastique de matériaux qui s'écrouissent sous l'effet de la déformation :

$$\sigma=\sigma_y+B.\varepsilon^n$$

où σ_y est la contrainte limite d'élasticité, B une constante et n l'exposant d'écrouissage. Plus n est grand, plus le matériau se consolide avec la déformation, à limite d'écoulement équivalente (Pugh 1957). Luo (A. Luo 1992) a étudié le comportement mécanique en traction de barreaux en tungstène PM de taille de grains 50 µm et en tungstène AM de taille de grains 180 µm, de 870°C à 1480°C. L'auteur ne précise pas s'ils ont été recristallisés. Les courbes de la Figure 2-37 présentent respectivement la limite d'élasticité, la résistance à rupture et n dans le domaine de température étudié par Luo (A. Luo 1992). De l'ambiante à 1200°C(2200°F), Pugh (Pugh 1957) a déterminé les valeurs de cet exposant de consolidation pour un tungstène PM recristallisé de taille de grain de 45 µm. Les courbes des Figure 2-38 et Figure 2-39 présentent respectivement la limite élastique et la résistance à rupture , et l'exposant d'écrouissage dans le domaine de température étudié par Pugh (Pugh 1957).

Aucun modèle ne prend en compte l'écrouissage du matériau par la déformation au sens de Chaboche (Chaboche 1978), c'est-à-dire en introduisant une variable d'écrouissage.

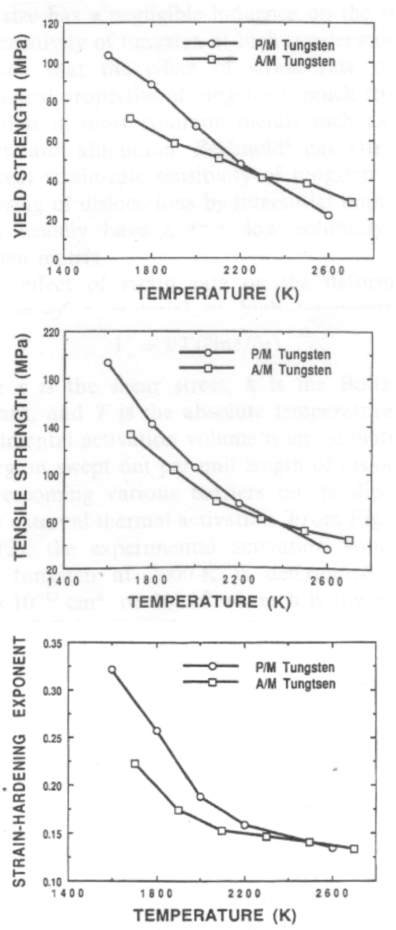


Figure 2-37: Limite d'élasticité, contrainte à rupture et exposant d'écrouissage de tungstène AM et PM à haute température (A. Luo 1992).

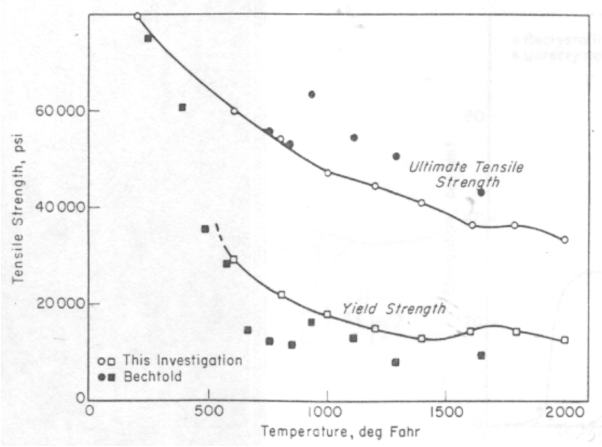


Figure 2-38: Limite d'élasticité et contrainte à rupture de tungstène PM recristallisé (Pugh 1957).

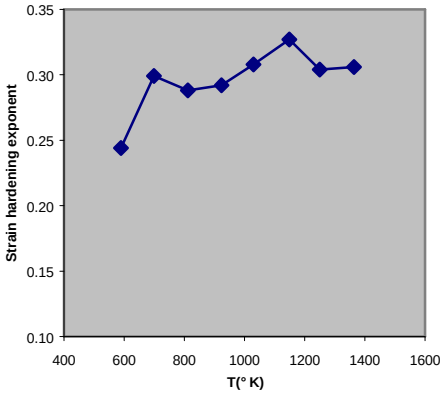


Figure 2-39: Exposant d'écrouissage de tungstène PM recristallisé (Pugh 1957).

Le fluage peut être défini comme la déformation inélastique qu'accuse au cours du temps un matériau soumis à une contrainte mécanique. Ce mode de déformation visqueux (dépendant du temps) opère dans les métaux et alliages à des températures supérieures à environ le tiers de leur température de fusion. Ces déformations sont rendues possibles par des mécanismes physiques de transport de matière dans le matériau (mobilité de dislocations, diffusions d'atomes).
Le mode opératoire usuel d'observation du fluage consiste à exercer une contrainte ou charge constante sur une éprouvette et à enregistrer la déformation au cours du temps. La Figure 2-40 donne l'allure générale d'un essai de fluage jusqu'à rupture qui présente trois zones :

1. Le fluage primaire ou transitoire où la vitesse de fluage décroît régulièrement, ce qui correspond à un écrouissage du matériau.
2. Le fluage secondaire ou stationnaire où la vitesse de déformation reste constante. On dit que les mécanismes en compétition, d'un côté de renforcement par écrouissage et de l'autre d'adoucissement par restauration thermique, s'équilibrent.
3. Le fluage tertiaire: la vitesse augmente de nouveau jusqu'à la rupture finale de l'éprouvette.

Quelle que soit la zone considérée, une contrainte ou une température plus élevées impliquent une vitesse de fluage plus grande et un temps à rupture plus court. Le fluage est un processus thermiquement activé déclenché par l'application d'une contrainte. En général, la vitesse de déformation en fluage stationnaire $\dot{\varepsilon}$ sous une contrainte σ et à une température T répond à la relation suivante appelée loi de Norton :

$$\dot{\varepsilon} = A\sigma^n \exp(\frac{-Q}{RT})$$

où A est une constante, n l'exposant de sensibilité à la contrainte ou exposant de Norton et Q l'énergie d'activation du mécanisme de fluage.

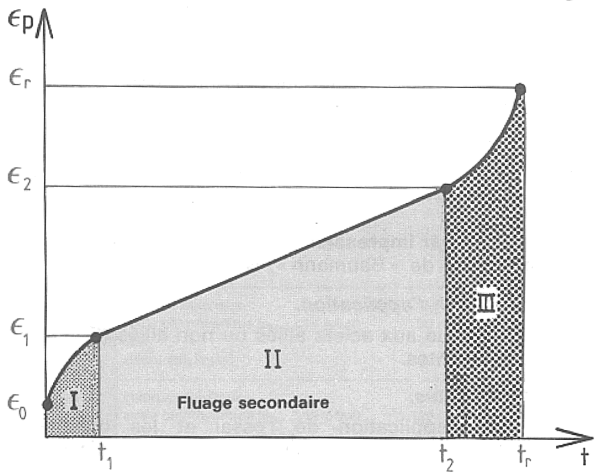


Figure 2-40: Courbe typique de fluage sous contrainte constante.

Une synthèse des travaux sur le fluage de tungstène recristallisé a été réalisée par Gilbert (E.R. Gilbert 1965) en termes de comportement en fluage stationnaire. L'ensemble des données couvrent une gamme de température de de 40 à 90% de la température de fusion du tungstène (3410°C). L'effet de la température sur la vitesse de fluage

stationnaire entre 800°C et 2800°C est montré sur la Figure 2-41. Gilbert, au vu des différentes pentes, a défini quatre régions de température, associées chacune à une énergie d'activation. L'auteur écrit la vitesse de fluage stationnaire sous la forme suivante:

$$\dot{\varepsilon}_s = S(\sigma,T)\, f(\sigma) \exp[\frac{-Q_c(\sigma)}{RT}],$$

où:

$S(\sigma,T)$ est un facteur de structure dépendant notamment du pré-traitement thermique, de la taille des grains, de la méthode d'élaboration, des impuretés,

$f(\sigma)$ est une fonction de la contrainte,

$Q_c(\sigma)$ est l'énergie d'activation.

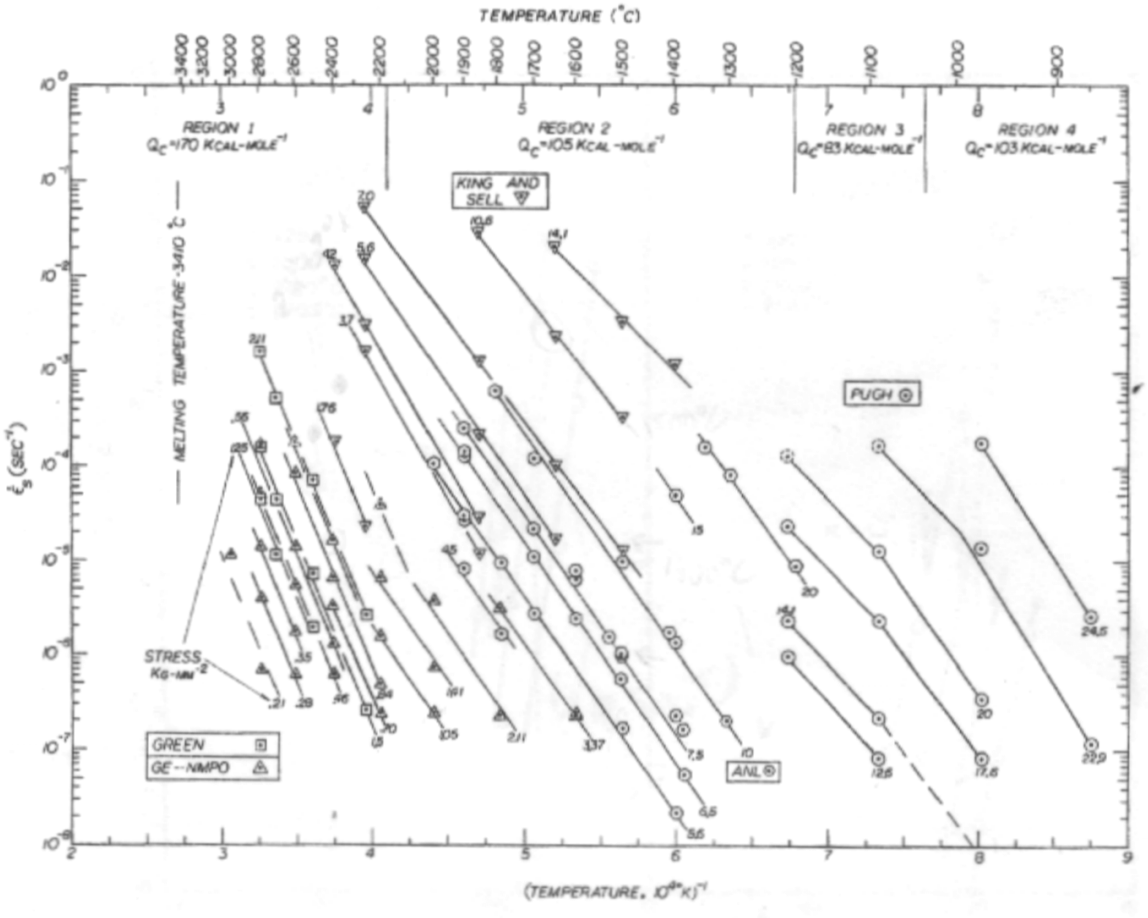


Figure 2-41: Relation entre vitesse de fluage stationnaire et température du tungstène (E.R. Gilbert 1965).

Généralement, il est admis qu'un matériau à grains fins est plus sensible au fluage. Gilbert (E.R. Gilbert 1965) n'a recherché l'effet de la taille de grain qu'à 1500°C. Il remarque cependant l'effet inverse pour deux échantillons PM. Ces différences sont intégrées dans le facteur de structure S dans l'écriture adoptée par l'auteur. L'influence de la contrainte appliquée sur la vitesse de fluage stationnaire est décrite par la fonction $f(\sigma)$. La relation entre la vitesse de fluage et la contrainte dépendrait de l'intervalle de température considéré. Ainsi $f(\sigma)$ serait une fonction puissance σ^N dans les régions haute température 1 et 2, et exponentielle $e^{k\sigma}$ dans les régions moyenne température 3 et 4. Le Tableau 2.1 donne Q_c, S et $f(\sigma)$ pour les différentes régions de température.

Region	S*	f(σ)kg-mm^{-2})	Type of Material	Reference
1 Q_c = 170 kcal mole^{-1}	≈ 5 x 10^7 - ≈ 1 x 10^{11}	$\sigma^{6.9}$ $\sigma^{5.0}$ ** $\sigma^{4.3}$	Pressed & sintered Pressed & sintered Vacuum arc melted	Green King & Sell GE-NMPO
2 Q_c = 105 kcal mole^{-1}	≈ 8 - -	$\sigma^{7.0}$ σ^{7} ** $\sigma^{4.0}$	Pressed & sintered Pressed & sintered Vacuum arc melted	ANL King & Sell GE-NMPO
3 Q_c = 83 kcal mole^{-1}	≈3 x 10^2	e$^{0.67\sigma}$	Pressed & sintered	Pugh
4 Q_c ≈ 103 kcal mole^{-1}	≈2 x 10^{-4}	e$^{1.66\sigma}$	Pressed & sintered	Pugh

Tableau 2.1: Valeurs de l'énergie d'activation Q_c , du facteur de structure S et de la dépendance en contrainte $f(\sigma)$ dans les quatre régions définies par Gilbert (E.R. Gilbert 1965).

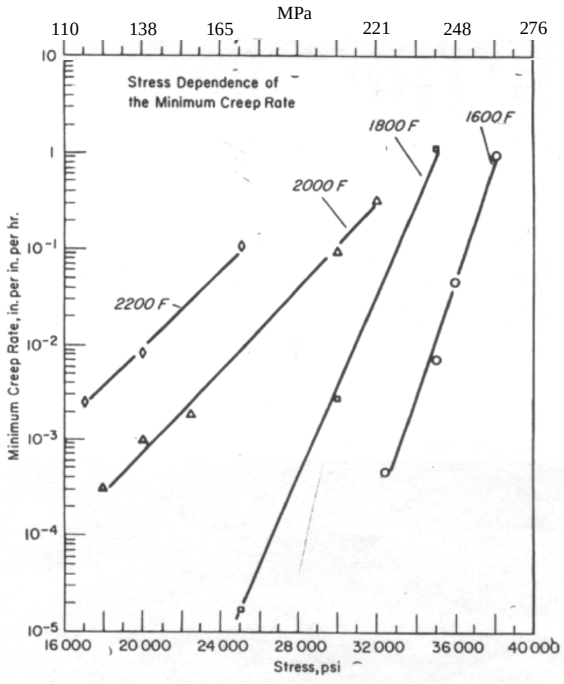


Figure 2-42: Vitesses de fluage stationnaire de tungstène recristallisé en fonction de la contrainte et de la température (Pugh 1957).

Intéressons-nous en particulier aux régions 2 et 3 qui couvrent notre domaine d'étude. Un fort changement de pente entre ces zones est visible (Figure 2-41). Pugh (Pugh 1957) a étudié le comportement en fluage du tungstène recristallisé (taille de grains 45 µm) dans cette zone, de 870°C à 1200°C. Les vitesses de fluage secondaires déterminées sont affichées en fonction de la contrainte appliquée sur la Figure 2-42. Cette représentation montre que la vitesse de fluage stationnaire n'est pas une fonction puissance de la contrainte comme dans l'autre domaine mais répond plutôt à la relation suivante :

$$\dot{\varepsilon}_{stationnaire} = B.e^{k\sigma}$$

Le net changement de pente k, de 1,66 $h^{-1}psi^{-1}$ à 0,67 $h^{-1}psi^{-1}$ au-delà de 1000°C (entre 1800 et 2000°F), dénote un changement de comportement. Nous avons réemployé les données de Pugh (Pugh 1957) pour les traiter selon la loi de Norton classique, liant la vitesse de fluage stationnaire à la contrainte par une loi puissance :

$$\dot{\varepsilon}_{stationnaire} = C.\sigma^{n}$$

La Figure 2-43 illustre que les points expérimentaux s'alignent bien dans la représentation log-log. On a pu ainsi déterminer deux valeurs de *n*, appelé coefficient de sensibilité à la contrainte; *n*=34 à 982°C et *n*=9,5 à 1204°C.

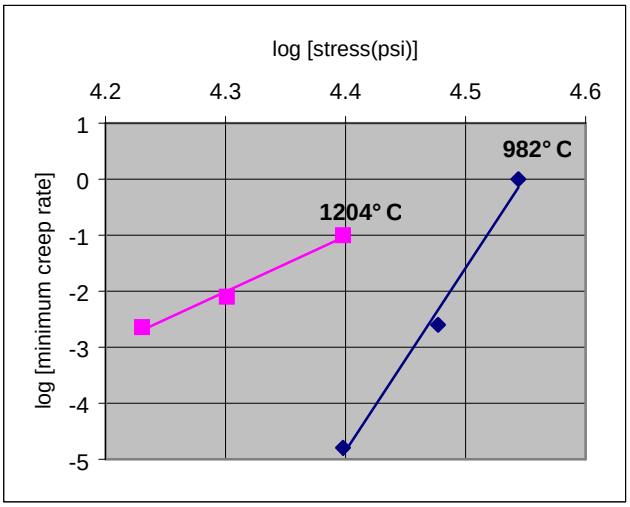


Figure 2-43: Relation de Norton entre vitesse de fluage stationnaire et contrainte de tungstène recristallisé à 1000°C et 1200°C.

Quelle que soit l'exploitation de ces essais mécaniques à contrainte imposée, il ressort, en dessous de 1000°C, que le tungstène présente une forte sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte, c'est-à-dire qu'une faible variation de contrainte entraîne une forte variation de la vitesse de déformation. Or, comme nous l'avons précédemment évoqué, Pugh (Pugh 1957) avait relevé, avec des essais à vitesse imposée sur le même tungstène, des faibles valeurs du coefficient de sensibilité à la vitesse en dessous de 1000°C; une vitesse de déformation plus grande n'entraînait alors qu'une faible augmentation de la contrainte. Cette propriété est à rapprocher du comportement en fluage. Les mécanismes de déformation mis en jeu sont les mêmes quelle que soit la variable contrôlée, la contrainte dans le cas d'un essai de fluage ou la vitesse de déformation dans le cas d'un essai à vitesse de déformation imposé.
Une étude du comportement en fluage à plus haute température, entre 1230°C et 2280°C, a été mené par Klopp (W.D. Klopp 1965) sur du tungstène non recristallisé (voies AM et EB). Il montre qu'en dessous de 1510°C, le fluage secondaire est inexistant pour des contraintes de traction de 29 à 47 MPa. Klopp (W.D. Klopp 1965) note un exposant de fluage secondaire *n* de 5,8 entre 1648°C et 2200°C. Il précise que ce coefficient a tendance à baisser avec la température. Il est en effet général d'observer une décroissance de *n* avec la température. Cela traduit que le matériau tend vers un comportement de moins en moins visqueux, la limite étant celle d'un fluide.
La rupture en fluage à très haute température de tungstène PM, recristallisé et de taille moyenne de grains inférieure à 100 µm, a été l'objet d'une étude menée par (Green 1959) entre 2250°C et 2800°C. La Figure 2-44 illustre la relation linéaire existant entre le logarithme de la contrainte et le logarithme de la vitesse de fluage stationnaire. L'exposant de fluage secondaire *n* vaut 6,3. Cette valeur est proche de la valeur de 5,8 identifiée par Klopp (W.D. Klopp 1965) pour des températures inférieures comprises entre 1648°C et 2200°C.

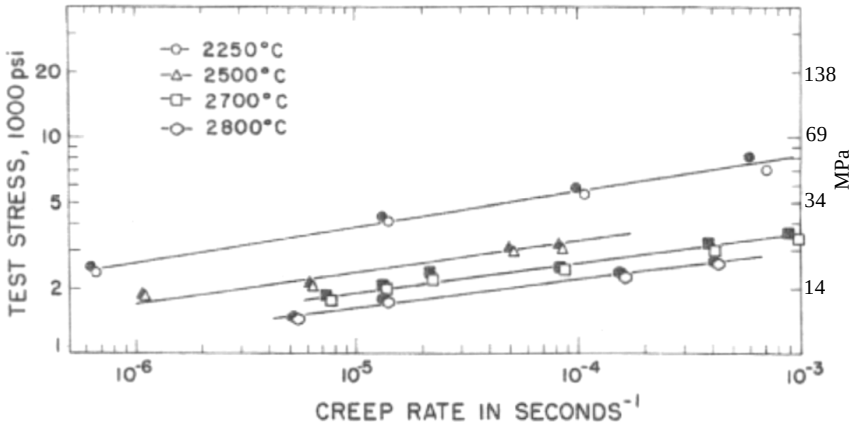


Figure 2-44: Relation entre la contrainte et la vitesse de fluage stationnaire (Green 1959).

2.4.6 Mécanismes de fissuration et critère de rupture:

Le mode de rupture à basse température du tungstène, selon son état métallurgique et sa vitesse de déformation, a fait l'objet d'une étude récente (W.S. Lee 1998). Le tungstène recristallisé, sous sollicitations quasi-statiques (10^{-3} /s), se caractérise par une rupture intergranulaire (Figure 2-45). Des vitesses très élevées, 10^{3} /s, peuvent générer un mode de fissuration mixte intergranulaire / clivage intragranulaire. Du tungstène écroui (brut de filage), à grains très déformés, présente une rupture principalement intragranulaire avec quelques zones de clivage intergranulaire sous conditions statiques, alors qu'à forte vitesse, seule la rupture transgranulaire est observable. Le manque de mobilité des dislocations, vis en particulier, dû aux contraintes de Peierls, permet d'expliquer cette fragilité (Ilman 1995). (J.H. Bechtold 1954) a mené une étude sur la rupture à relativement basse température (autour de 300-400°C) sur du tungstène recristallisé de taille moyenne de grains de 26 µm. Le mode de rupture passe d'intergranulaire pour des températures inférieures à 300°C, à intragranulaire dès 400°C. Au-delà de cette température-ci un allongement des grains est de plus en plus prononcé avec la température, les strictions d'éprouvettes atteignant 60% pour 40% d'allongement. Pour ce tungstène, la TTDF se situe entre 300 et 400°C.

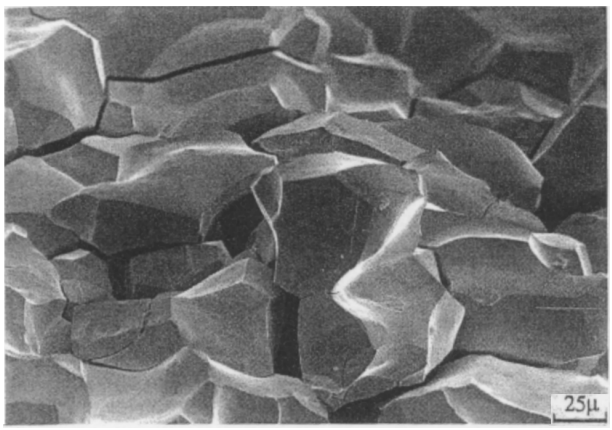


Figure 2-45: Mode de fissuration intergranulaire à 20°C sous sollicitation lente (10^{-3} /s) de tungstène recristallisé (W.S. Lee 1998).

La Figure 2-46 rapporte les faciès de rupture en flexion de barreaux préentaillés de tungstène. A température ambiante, le mode de rupture est fragile principalement par clivage. A 800°C, le mode de rupture est mixte, associant clivage intragranulaire et rupture intergranulaire. A 1000°C et 1200°C, la fissuration est mixte avec formation de microcavités. Au-delà de 1400°C, la rupture est intergranulaire.

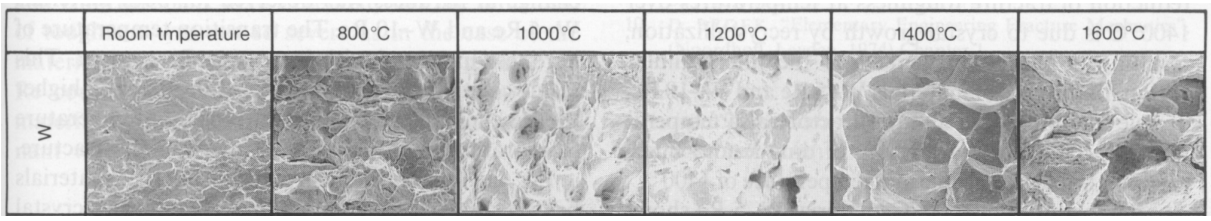


Figure 2-46: Fractographies de tungstène PM testé à différentes températures (Y. Mutoh 1995)

A plus haute température, la rupture du tungstène s'opère par glissement intragranulaire pour des température inférieures à la température dite d'équicohésion, environ 2000°C. A cette température, la résistance du grain est égale à celle du joint de grains. A plus haute température le glissement est intergranulaire. La répartition des porosités et des impuretés, dans le grain ou à sa périphérie conditionne aussi le mode de rupture.

2.5 LE TUNGSTENE DE L'ANODE DE RAYONS X: W LPPS

2.5.1 Microstructure du dépôt en tungstène L.P.P.S.

La voie d'élaboration employée pour la fabrication de nos anodes, est la projection plasma à arc soufflé sous faible pression (Low Pressure Plasma Spraying ou LPPS). Le tungstène déposé par cette technique présente une morphologie de grains équiaxes comme l'illustre la Figure 2-47 représentant une coupe polie de l'épaisseur du dépôt. On n'observe pas une morphologie sous forme de lamelles empilées ou « splats » (Figure 2-48), caractéristique des dépôts plasma, souvenir des gouttes projetées sur le substrat. Le préchauffage du substrat en graphite à environ 1200°C contribue très probablement à la formation d'une microstructure équiaxe (W. Cai 1994). Mc Kechnie (Kechnie 1993) a observé clairement l'influence de la température du substrat sur la morphologie des grains du dépôt tungstène. En effet, le tungstène déposé sur un substrat froid affiche une microstructure en splats (lamelles) très marquée, associée à une forte porosité interlamellaire (Figure 2-48). Projeté sur un substrat chaud, le tungstène

ne présente plus aucune particularité associée à la projection plasma (Figure 2-49); la morphologie équiaxe des grains est commune aux autres modes plus classiques d'élaboration.
L'explication plausible de la formation de cette morphologie est que les gouttes de tungstène fondues par la torche plasma se refroidissent plus lentement au contact du substrat chaud et forment plus facilement des grains isotropes. La diffusion atomique est activée à haute température, et favorise donc le contact et les liaisons entre les grains (A. Itoh 1993).
Singleton (Singleton 1962) indique qu'un tungstène LPPS voit sa teneur en oxygène significativement réduit dès qu'il est chauffé à 1250°C. Le traitement thermique de dégazage à 1450°C devrait donc réduire la contamination de notre dépôt par l'atmosphère de projection.

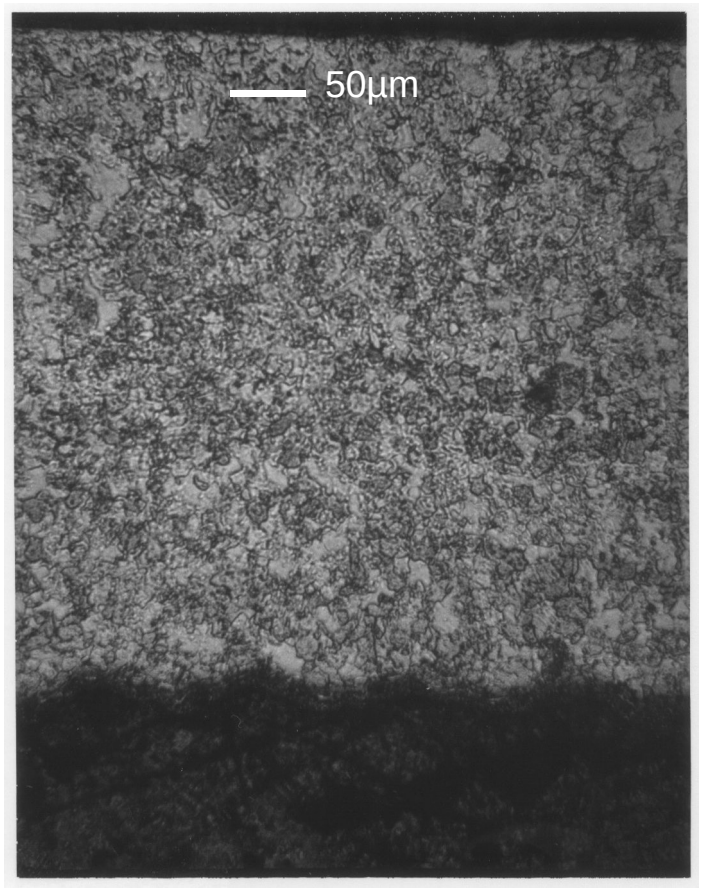


Figure 2-47: Microstructure du dépôt de tungstène LPPS (vue dans l'épaisseur, MEB électrons secondaires).

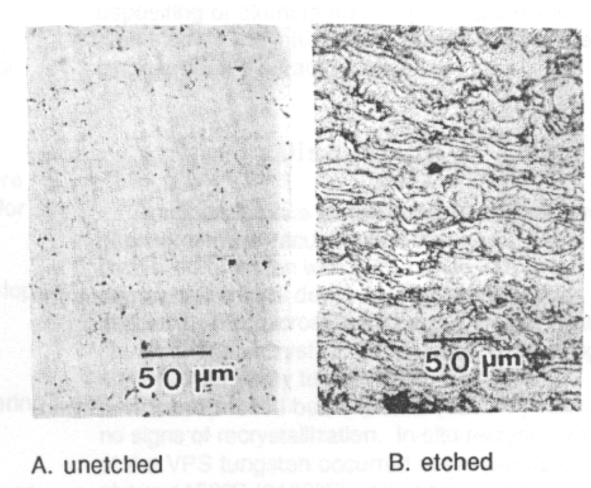


Figure 2-48 : Microstructure en splats d'un dépôt tungstène LPPS (projection sur substrat froid) (Kechnie 1993).

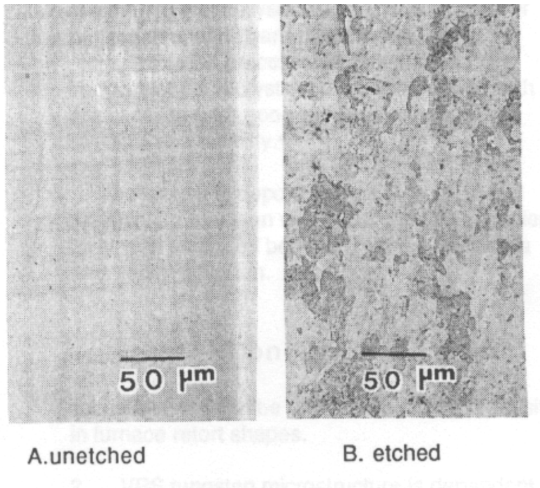


Figure 2-49: Microstructure équiaxe d'un dépôt tungstène LPPS (projection sur substrat chaud) (Kechnie 1993).

Le dépôt de tungstène de l'anode de rayons X affiche une taille moyenne de grain de 5 µm soit un indice de grains 12 (indice ASTM) (Figure 2-50).

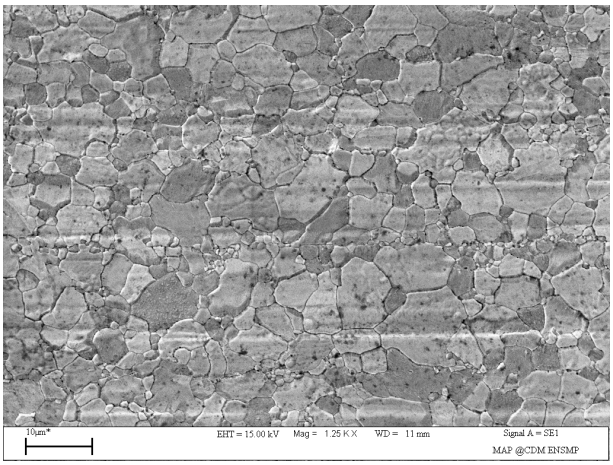


Figure 2-50: Microstructure du dépôt tungstène LPPS (surface du dépôt, MEB électrons secondaires)

2.5.2 Porosité inhérente au tungstène L.P.P.S.

La présence de porosité dans les dépôts plasma est inéluctable. Cai (W. Cai 1994) a recensé les causes de porosité (Tableau 2.2) :

Origine de la porosité	Type de porosité
Particules non fondues dans le jet plasma	Intergranulaire
Courbure des gouttes au refroidissement	Intergranulaire
Retrait de solidification	Intergranulaire et intragranulaire
Porosité initiale des grains de poudre	Intragranulaire

Tableau 2.2: Sources de formation de porosités dans les dépôts plasma.

La projection plasma permet parfois d'obtenir des dépôts relativement denses, sans contamination par l'oxygène (R.H. Singleton 1961) (Deschka 1996). Cai (W. Cai 1994) note d'ailleurs une baisse du taux d'oxygène entre la poudre initiale (250 ppm) de tungstène et le dépôt LPPS (154 ppm) projeté sur du graphite, associé à une hausse du taux de carbone de 10 ppm à 100 ppm. Il obtient un dépôt de densité 17,5 g/cm^3 soit 9,3% de porosité avec une taille moyenne de grains de 17 microns. Une autre étude (R.A. Neiser 1993) relate l'élaboration de dépôts de masse volumique 17,4 g/cm^3 soit environ 90% de la masse volumique théorique avec une structure combinée de splats et de grains isotropes.

Nous avons évalué par deux techniques la masse volumique du tungstène projeté sur les anodes, à partir de barreaux de section rectangulaire débités à partir d'une plaque brute de projection et d'une dégazée à 1450°C. La masse volumique de nos dépôts est calculée à partir de mesures dimensionnelles au palmer et massiques à la microbalance. Le Tableau 2.3 rassemblant les résultats des mesures fait ressortir une masse volumique de 17,1 g/cm^3 de notre dépôt, avant ou après recuit, soit une porosité relative totale de 11%.

	W lpps Brut			***W lpps Dégazé***		
	éch. 1	*éch. 2*	*éch. 3*	*éch. 4*	*éch. 5*	*éch. 6*
Masse(mg)	3354.24	3351.22	3382.88	3602.20	3802.17	3685.60
L(mm)	26.88	26.82	26.85	29.92	29.91	29.91
b(mm)	4.050	4.061	4.053	3.924	4.030	4.001
e(mm)	1.812	1.799	1.811	1.794	1.848	1.803
Masse volumique (g/cm3)	**17.00**	**17.10**	**17.17**	**17.10**	**17.07**	**17.08**
Moyenne [écart-type]		***17.09***	***[0.10]***		***17.08***	***[0.10]***

Tableau 2.3: Evaluation de la masse volumique de tungstène LPPS (mesures géométriques et massiques de barreaux).

La seconde technique utilisée est la méthode des trois pesées. Le Tableau 2.4 rapporte des masses volumiques dites "apparentes" légèrement supérieures à celles évaluées par la première méthode. Par exemple le tungstène brut de dépôt affiche une masse volumique apparente de 17,5 g/cm^3, plus élevée que celle précédemment déterminée (17,1 g/cm^3). Selon nous, cette dernière est sous-estimée de par une surestimation des dimensions (mesures sur les

crêtes des barreaux avec le palmer). Compte tenu de l'incertitude associée au calcul de la masse volumique, de l'ordre de 0.2 g/cm^3, principalement due à la sensibilité de la méthode (étape d'essuyage manuel des échantillons après leur sortie de l'eau et avant la pesée de l'échantillon humide), le traitement thermique ne modifie pas de manière significative la masse volumique du dépôt. On retiendra que la masse volumique apparente du tungstène dégazé vaut 17,7 g/cm^3 et contient 8% de porosité totale.

	W lpps Brut			***W lpps Dégazé***		
	éch. 1	*éch. 2*	*éch. 3*	*éch. 4*	*éch. 5*	*éch. 6*
Masse volumique relative (%)	91.07	90.98	90.65	91.77	91.68	92.31
Porosité ouverte (%)	0.17	0.68	1.91	-0.25	0.17	0.00
Porosité totale (%)	8.94	9.02	9.35	8.23	8.32	7.69
Porosité fermée (%)	8.77	8.33	7.44	8.48	8.15	7.69
Masse volumique apparente (g/cm^3)	**17.58**	**17.56**	**17.50**	**17.71**	**17.69**	**17.82**
Incertitude de mesure (g/cm^3)	**0.19**	**0.19**	**0.19**	**0.18**	**0.18**	**0.18**
Moyenne [écart-type]		***17.54***	***[0.04]***		***17.74***	***[0.07]***

Tableau 2.4: Evaluation de la masse volumique et de la porosité de tungstène LPPS (méthode des 3 pesées).

La Figure 2-52 donne un aperçu grandi 200 fois, de la répartition de la porosité dans un dépôt tungstène LPPS. La porosité est fine et aléatoirement distribuée. L'observation, à une échelle plus fine, d'une fractographie du même dépôt LPPS (Figure 2-53) nous apporte davantage d'informations : la porosité est répartie autour des grains mais également dans les grains. Les pores intragranulaires ont une taille d'environ 1 à 2 µm, alors que les pores intergranulaires sont plus volumineux.
Singleton (Singleton 1962) a projeté du tungstène par plasma à arc sous atmosphère inerte et obtient un matériau à 93% de la densité théorique. Il note très peu de densification du dépôt suite à un post-traitement thermique même à des températures de 2500°C (Figure 2-51). Neiser (R.A. Neiser 1993) en étudiant la conductivité thermique de tungstène LPPS, poreux à 10%, ne note aucune densification suite à des mesures à 1500°C. Ces observations confortent notre résultat d'invariance de la densité suite au traitement de dégazage à 1450°C sous hydrogène.

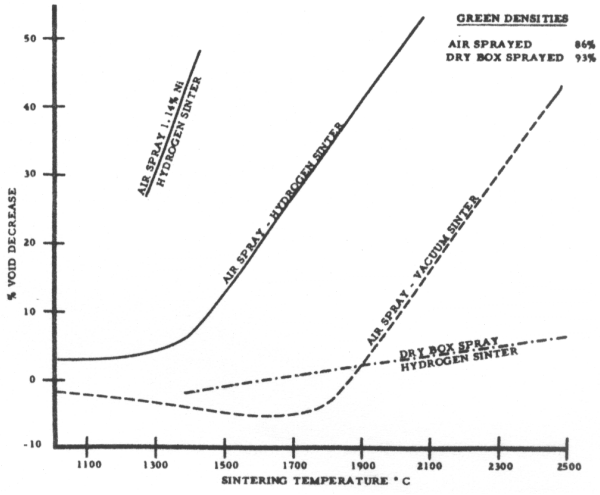


Figure 2-51: Effet de la température de recuit sur la densification de tungstène LPPS ("dry box spray" = inert atmosphere), densité brut de dépôt 93% (Singleton 1962).

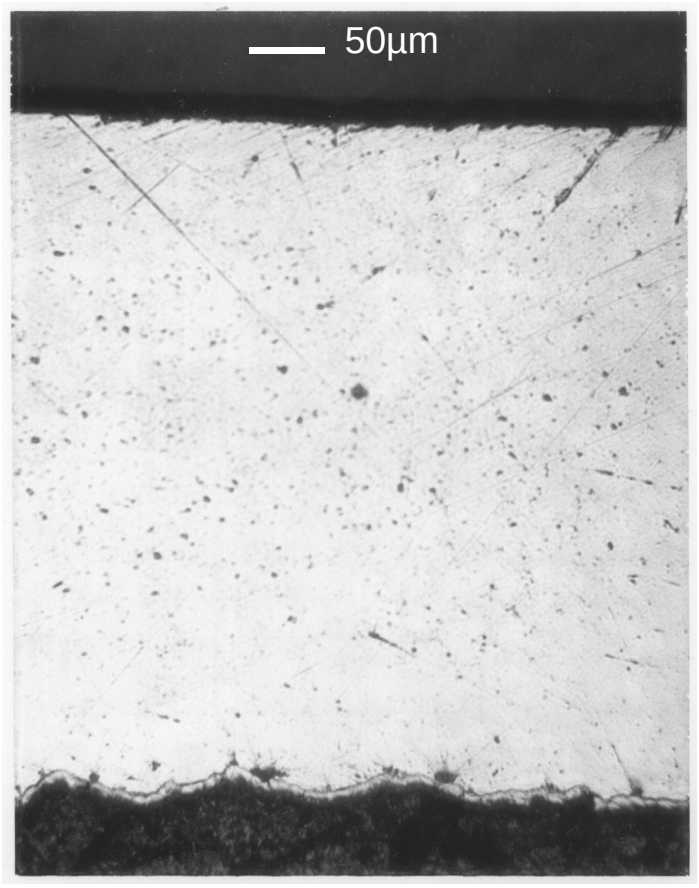


Figure 2-52: Répartition de la porosité dans le dépôt tungstène LPPS.

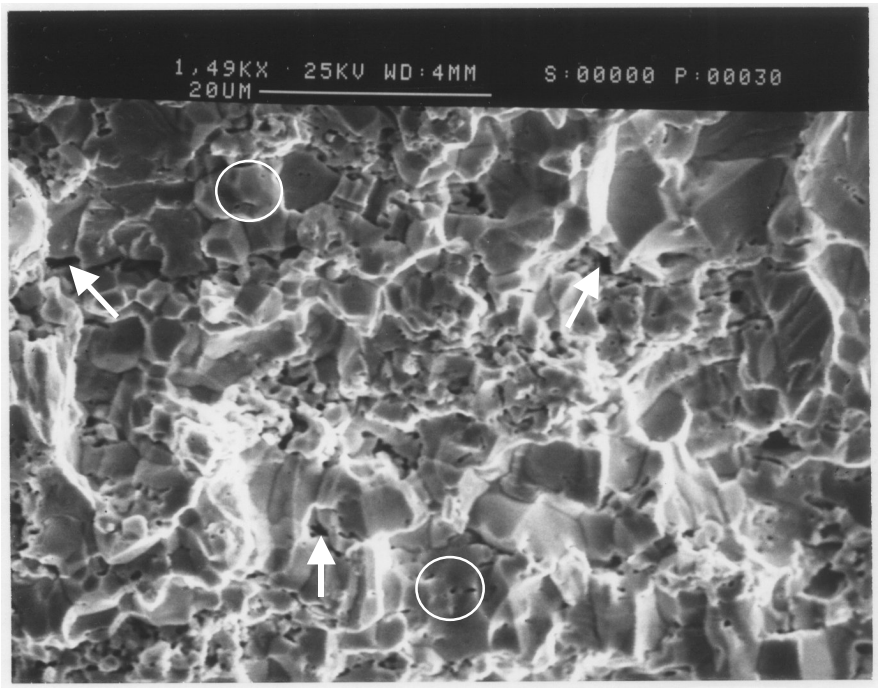


Figure 2-53: Fractographie du tungstène LPPS rompu à 20°C, montrant la porosité intergranulaire (flèches) et la porosité intragranulaire (cercles).

2.5.3 Propriétés thermiques

Ni le taux de porosité ni la structure de la porosité n'influencent les propriétés dilatométriques, donc le coefficient de dilatation d'un dépôt plasma est similaire à celui du matériau dense (S. Kuroda 1991). La dilatation thermique du tungstène est la plus faible des métaux purs réfractaires (Figure 2-54).

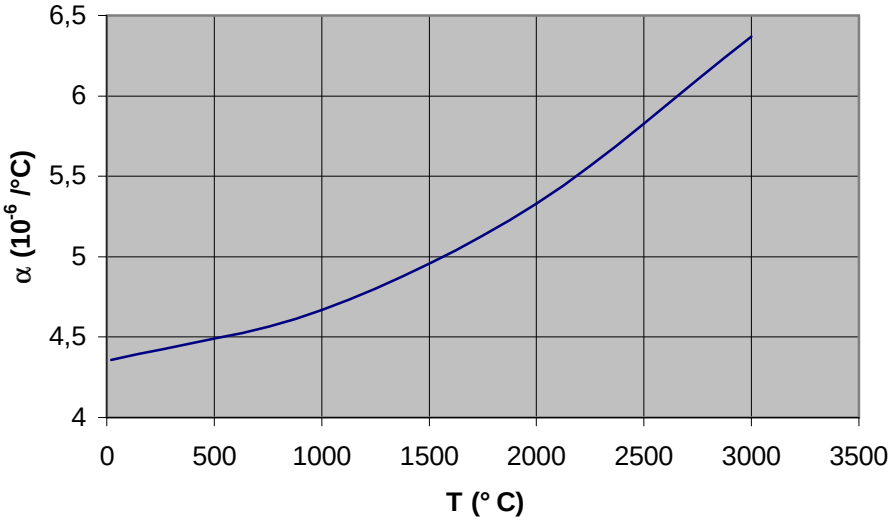


Figure 2-54: Coefficient de dilatation thermique linéaire du tungstène en fonction de la température (Plansee 1992).

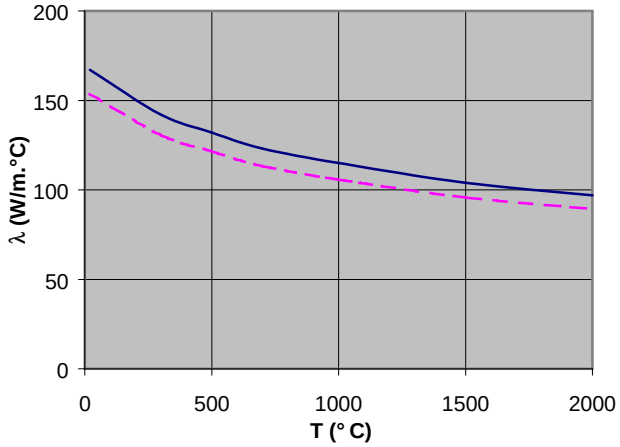


Figure 2-55: Conductivité thermique du tungstène dense (C.Y. Ho 1968) (trait plein) et conductivité thermique modélisée de notre tungstène LPPS (trait pointillé).

L'évolution de la conductivité thermique du tungstène dense est disponible dans la littérature. Les données publiées (C.Y. Ho 1968), (Johnson 1990), (S.W.H. Yih 1979) sont en bon accord. Nous reportons à la Figure 2-55, les propriétés issues de la NASA (C.Y. Ho 1968), et employées par G.E.M.S.

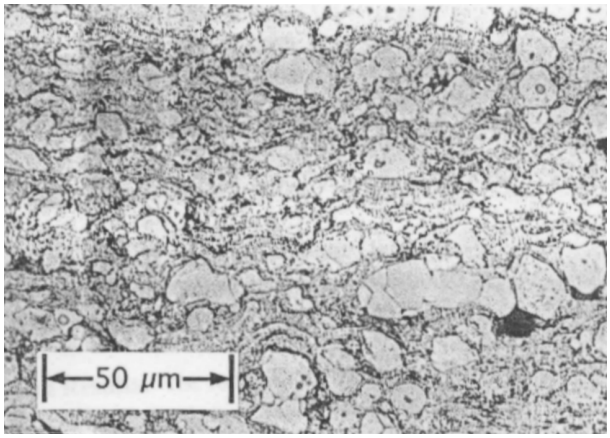


Figure 2-56: Microstructure combinée splats/grains équiaxes d'un tungstène LPPS (R.A. Neiser 1993).

Des données de conductivité thermique en température de tungstène LPPS de densité proche et de microstructure voisine de notre tungstène sont indisponibles. Les données publiées concernant les propriétés thermiques du tungstène poreux sont rares. (R.A. Neiser 1993) a déduit par la "méthode flash" la conductibilité thermique de tungstène LPPS à 10% de porosité, de morphologie combinée (Figure 2-56) de "splats" et de grains isotropes, dont certains sont partiellement infondus. La Figure 2-57 compare ces données en température à celles du tungstène dense.

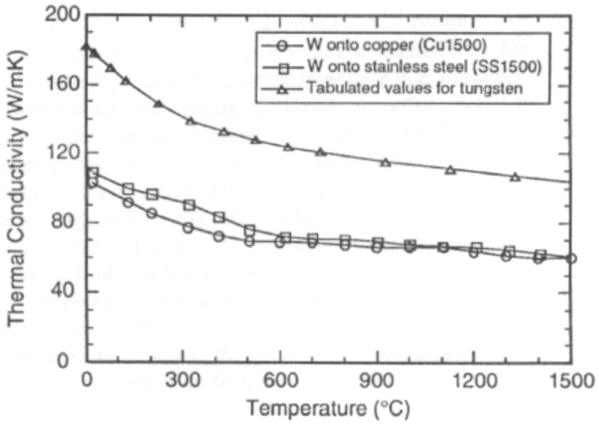


Figure 2-57: Comparaison des conductivités thermiques d'un tungstène dense et de deux tungstènes LPPS (R.A. Neiser 1993).

La conductivité du tungstène poreux représente globalement 60% de celle du tungstène dense. La structure en splats, limitant les ponts thermiques, et les particules semi-fondues font chuter la conduction dans le sens de l'épaisseur du dépôt. La mesure reproduite sur le même échantillon à température ambiante après refroidissement depuis 1500°C, montre une croissance de la conductivité de 109 à 146 W/m.°C, soit environ 82% de la conductivité d' un tungstène dense. La densité n' ayant pas évolué, comme le souligne Neiser, cela indique que des diffusions entre splats et entre grains ont eu lieu à haute température. Cette hypothèse est confirmée par l' augmentation de la vitesse des ondes ultrasonores dans l' échantillon après refroidissement depuis 1500°C, qui en traduit une certaine rigidification. Le modèle simple de Loeb (Loeb 1954) permet d' estimer la conductivité thermique λ_p d' un matériau poreux à partir de son taux de porosité *P* et de la conductivité thermique λ_d du matériau dense :

$$\lambda_p = \lambda_d (1 - P)$$

Le dépôt de Neiser (R.A. Neiser 1993), à 10% de porosité, devrait alors afficher une conductivité thermique représentant 90% de celle de la matrice et non 82%. La microstructure non homogène en splats et la présence d' infondus sont à l' origine de cette médiocre conduction. La qualité du dépôt tungstène LPPS de notre étude, du fait de sa microstructure équiaxe, ne peut qu' améliorer la conduction thermique en comparaison d' un tungstène à microstructure de type "splats", comme celui étudié par Neiser (R.A. Neiser 1993). Pour ces raisons, nous avons choisi de suivre le modèle de Loeb (Loeb 1954) pour l' évaluation du coefficient de conductivité thermique de notre dépôt tungstène LPPS. Pour information nous reportons celle d' un tungstène dense (Figure 2-55).

La capacité calorifique du tungstène, autre donnée utile à notre étude thermo-mécanique, apparaît sur la Figure 2-58.

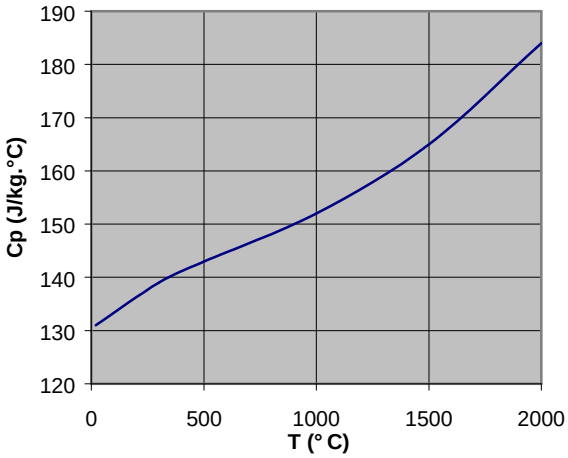


Figure 2-58: Chaleur spécifique du tungstène (C.Y. Ho 1968)**.**

2.5.4 Propriétés mécaniques du tungstène LPPS

Nous avons procédé à des essais mécaniques cyclés de flexion 4 points à température ambiante sur des barreaux de tungstène LPPS bruts de dépôt ainsi que sur d'autres ayant subi le traitement thermique de dégazage, afin d'évaluer leur module d'élasticité. Le module d'élasticité est calculé, selon la formule suivante, à partir de la mesure de la charge appliquée *P*, de la mesure de déformation ε d'une jauge collée sur la face en tension de l'éprouvette sollicitée, des dimensions de celle-ci (largeur *b=4 mm* et épaisseur *e=1,8 mm*), et de la différence d'entraxe *L-l* du montage 4 points (entraxe extérieur *L= 24 mm*, entraxe intérieur *l= 12 mm*) :

$$E = \frac{3P(L-l)}{2be^2} \cdot \frac{1}{\varepsilon}$$

Le tungstène LPPS brut affiche un module moyen d'élasticité de 273 ± 4 GPa, légèrement plus faible que celui mesuré après dégazage, de 293 ± 7 GPa. A titre de comparaison le module d'élasticité mesuré par nos soins sur un tungstène PM (fournisseur Plansee), de masse volumique 19,1 g/cm^3, vaut 374 GPa. N'étant associé à aucun accroissement de la densité, l'augmentation du module d'élasticité du tungstène au cours du dégazage, démontre que la température de 1450°C à laquelle ce traitement est effectué suffit pour activer des mécanismes diffusionnels provoquant une rigidification du matériau par renforcement de ses liaisons internes.

A température ambiante, le module dynamique d'élasticité de notre tungstène LPPS recuit a été aussi déterminé par la fréquence de résonance en flexion produit par choc mécanique (appareil Grindo-sonic). Le module de 300 GPa, ainsi évalué, est en bon accord avec les précédentes données.

L'influence de la densité du tungstène sur le module d'élasticité à température ambiante a été reporté par Harmon (E.L. Harmon 1960). Le module dynamique varie de 210 à 320 GPa pour des masses volumiques allant de 14,5 à 17,1 g/cm^3. Neiser (R.A. Neiser 1993) rapporte des constantes d'élasticité d'un dépôt de masse volumique 17,4 g/cm^3 (10% de porosité) mesurés par méthode ultra-sonore. La morphologie légèrement en splats entraîne un comportement élastique isotrope transverse : le module d'élasticité mesuré dans le plan étant supérieur d'environ 10% à celui mesuré dans la direction de projection. Ces données sont en bon accord avec celles d'Harmon et avec les mesures réalisées sur notre dépôt de masse volumique 17,7 g/cm^3.

Singleton (Singleton 1962) a procédé en température à des mesures dynamiques du module d'élasticité de tungstène projeté LPPS à 93% de la densité théorique. La Figure 2-59 montre l'évolution de ce module en comparaison avec un tungstène totalement dense. Nous retiendrons que la baisse du module d'élasticité avec la température est analogue et indépendante du taux de porosité. Connaissant donc l'évolution pour un tungstène dense, nous utiliserons donc ce résultat pour déduire la valeur du module de notre tungstène poreux à partir de sa valeur à l'ambiante.

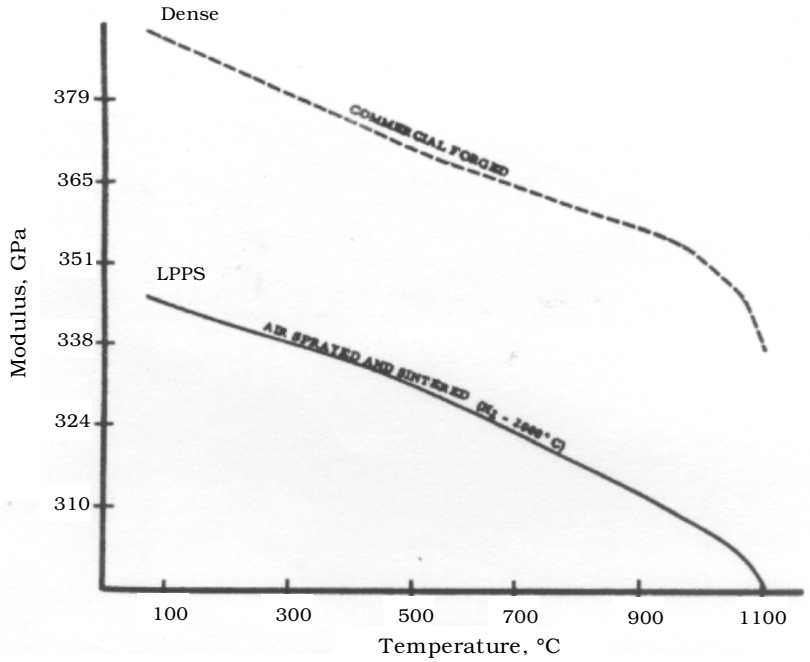


Figure 2-59: Module d'élasticité de tungstène dense et de tungstène LPPS poreux en fonction de la température (Singleton 1962).

La résistance mécanique à froid de notre tungstène LPPS a été testée en flexion 3 points (entraxe 26 mm), sur des barreaux de largeur *b=4 mm* et d'épaisseur *e=1,8 mm*, à une vitesse de déformation maximum, sur la face en tension, de $1{,}6.10^{-4}$ s^{-1}. La contrainte à rupture moyenne du tungstène LPPS recuit vaut 882 avec un écart-type de 16 MPa, et celle du tungstène LPPS brut vaut 965 avec un écart-type de 34 MPa. Autant, l'augmentation du module d'élasticité du tungstène LPPS suite au dégazage à chaud peut bien s'expliquer par une augmentation de la cohésion du matériau, autant la chute de résistance mécanique est difficile à justifier. On peut néanmoins évoquer une possible évolution de l'état de contraintes résiduelles induite par le recuit.
La densité du tungstène a naturellement une influence sur sa résistance mécanique. La Figure 2-60 illustre cet effet en fonction de la température pour un tungstène élaboré par pressage à chaud (PM). Pour un dépôt de tungstène, projeté sous argon à partir de poudre fine (-63+10 µm) puis recuit 30 minutes à 1500°C sous hydrogène, de densité relative 91% (9% de porosité), constitué de grains de morphologie isotrope et de taille moyenne de 7 microns, Tucker (R.C. Tucker 1974) annonce une résistance à la rupture en flexion de 490 MPa.

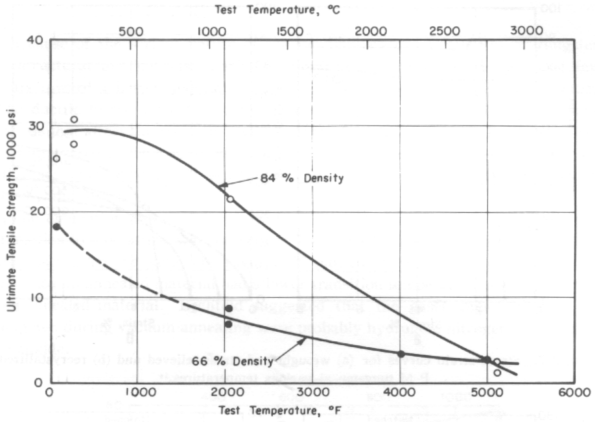


Figure 2-60: Résistance mécanique de tungstènes poreux (J.L. Tietz 1965).

2.5.5 Contraintes résiduelles dans le dépôt tungstène LPPS

Le procédé de projection plasma est bien connu pour développer des contraintes résiduelles associées à la trempe des matériaux projetés, ainsi qu'au désaccord dilatométrique du couple dépôt substrat lors du refroidissement. Toutefois, dans le cas de nos anodes, un recuit de dégazage à 1450°C est systématiquement réalisé avant la mise en service. Nous avions signalé, dans la présentation générale du tungstène, que celui-ci, libre de contrainte, avait une température de recristallisation d'environ 1500°C, mais pouvait commencer à se restaurer à plus basse température.

Ainsi, le traitement de dégazage à 1450°C sous hydrogène de notre dépôt tungstène devrait avoir tout lieu de relaxer les contraintes thermiques induites par le procédé plasma.
Singleton (Singleton 1962) a montré par diffraction X que les contraintes de trempe induites dans un dépôt de tungstène par le procédé de projection plasma étaient complètement relaxées suite à un traitement thermique dès 1400°C.
Pour ces raisons, nous prendrons pour hypothèse, lors de la simulation thermomécanique que le traitement thermique imposé aux anodes préalablement à leur utilisation suffit à relaxer totalement les contraintes associées à la fabrication par projection plasma. Les contraintes créées par le refroidissement post-recuit seront toutefois naturellement bien prises en compte dans les calculs.

2.6 RESUME ET CONCLUSION

L'étude bibliographique menée dans ce chapitre nous a permis de mieux cerner les matériaux objets de notre étude.

Les sensibilités à l'oxydation du graphite et du tungstène sont très marquées dès 500°C : nos essais mécaniques seront donc conduits sous atmosphère inerte.

En termes de comportement mécanique, les graphites affichent un comportement élastique jusqu'aux environs de 2000°C, mais peuvent présenter une légère hystérèse. Le graphite de notre étude, présentant un comportement linéaire avec une hystérèse négligeable sera par la suite considéré comme ayant un comportement purement linéaire élastique.

Le tungstène, quant à lui, a un comportement plus complexe. Elastique fragile à basse température, il commence à afficher des déformations inélastiques à partir de 300-400°C, zone dite de transition ductile-fragile, et voit sa limite d'élasticité fortement diminuer avec la température. Les déformations plastiques du tungstène sont généralement décrites par des modèles simples d'écrouissage en fonction puissance de la déformation. A plus haute température, les déformations visqueuses en fluage secondaire sont le plus souvent décrites par un modèle de Norton. A notre connaissance, il n'existe pas par contre un modèle unique décrivant toutes les facettes du comportement complexe du tungstène sur la large gamme de température qui nous intéresse.
Notre tungstène LPPS présente, contrairement à la plupart des dépôts réalisés par projection plasma, une microstructure isotrope à grains équiaxes, analogue à celles obtenues par les autres modes d'élaboration du matériau. En revanche, la porosité de nos dépôts nous a amenés à estimer ses propres propriétés physiques nécessaires à la simulation, ainsi que leurs variations en fonction de la température (densité, module d'élasticité, conductivité thermique).
Les contraintes résiduelles induites dans le tungstène par le procédé de projection plasma seront supposées relaxées par le traitement thermique de dégazage de l'anode. D'autre part, l'invariance de la microstructure de notre tungstène LPPS lors du traitement thermique de dégazage et lors du fonctionnement de l'anode conforte le caractère intrinsèque et l'applicabilité, dans les conditions d'usage des anodes, du modèle que nous allons développer.

3 CONSTRUCTION D'UNE BASE EXPERIMENTALE : DISPOSITIF ET PROCEDURES DE CARACTERISATION MECANIQUE

3.1 INTRODUCTION

Nous allons dans ce chapitre :

- Présenter le dispositif d'essais mécanique à très haute température que nous avons employé pour réaliser nos essais de caractérisation, et détailler les solutions technologiques adoptées.
- Exposer notre démarche de travail de construction d'une base d'essais, et commenter les comportements observés en fonction de la température.

3.2 LE DISPOSITIF D'ESSAI MECANIQUE A HAUTE TEMPERATURE

3.2.1 Mode de sollicitation

Le mode de sollicitation employée pour la caractérisation mécanique est la flexion. Cette technique présente en effet certains avantages. L'amarrage des éprouvettes à tester est simple puisque l'échantillon repose sur des appuis. Notre dispositif a été conçu de telle manière que la ligne de charge travaille en compression, ce qui constitue un avantage considérable à haute température.

D'autre part, en flexion, une faible déformation se traduit par une flèche importante, donc plus facile à mesurer.

La largeur radiale du dépôt de tungstène des anodes de 150 mm de diamètre variant entre 30 et 50 mm selon les produits, la longueur retenue pour nos éprouvettes de flexion est de 30 mm. La flexion apparaît donc un moyen de sollicitation adapté à des barreaux de cette petite taille.

3.2.2 Le principe de la flexion

Nous exposerons le cas de la flexion 3 points, que nous avons choisie pour notre dispositif. La configuration 3 points présente en effet l'avantage, par rapport à un montage 4 points, de provoquer, pour des conditions de sollicitation analogues, une flèche plus importante donc plus facilement mesurable.

La Figure 3-1 schématise un essai de flexion 3 points sur un barreau parallélépipédique. Pour un comportement élastique, la flèche f prise par l'éprouvette sous une charge P, sous le point d'appui, est une fonction du module d'élasticité du barreau, de ses dimensions et de l'entraxe l :

$$f = \frac{Pl^3}{4Ebe^3}$$

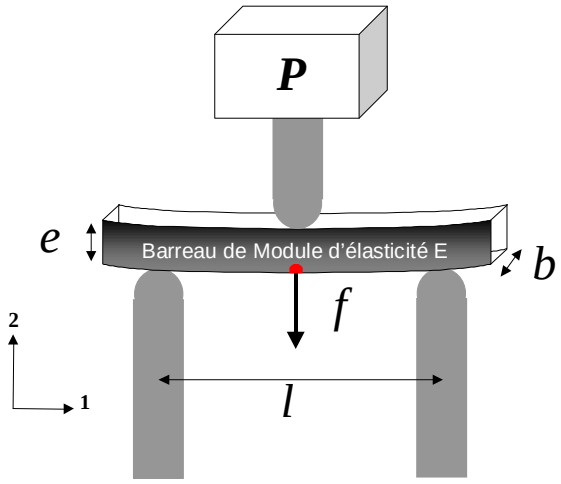


Figure 3-1 : Schéma de principe de la flexion 3 points.

Dans le cadre de l'élasticité linéaire, les champs de contrainte et de déformation sont linéaires dans l'épaisseur. Ainsi à une distance donnée d'un appui, la déformation (respectivement la contrainte) évolue de +ε (respectivement +σ) sur la face en tension à -ε (respectivement -σ) sur la face en compression. Le plan médian, situé à la demi-épaisseur de l'éprouvette, ne subit aucune déformation ni aucune contrainte. La flexion induit ainsi des contraintes principales (direction 1 sur la Figure 3-1) de traction et de compression dans la section de l'éprouvette. Contrainte et déformation maximales, situées au droit de l'appui central, peuvent être calculées à partir de la charge et de la flèche mesurées :

$$\sigma_1 = \frac{3Pl}{2be^2} \quad \text{et} \quad \varepsilon_1 = \frac{6ef}{l^2}.$$

Il est important de préciser qu'en flexion le champ de contrainte dans une section de l'éprouvette n'est pas uniforme contrairement à la traction. Bien qu'en élasticité il soit possible de les déterminer analytiquement, lorsque la plasticité et/ou le fluage interviennent, une redistribution des contraintes, voire un déplacement de la lige neutre peuvent sérieusement compliquer les choses.

3.2.3 La machine d' essai à très haute température

La Figure 3-2 représente une photographie de l'équipement dont le schéma simplifié est représenté sur la Figure 3-3. Le dispositif est monté sur un bâti d'une machine de traction servo-mécanique INSTRON, dont les colonnes ont été rallongées pour assurer le passage de l'ensemble de la ligne de charge et de la cuve.

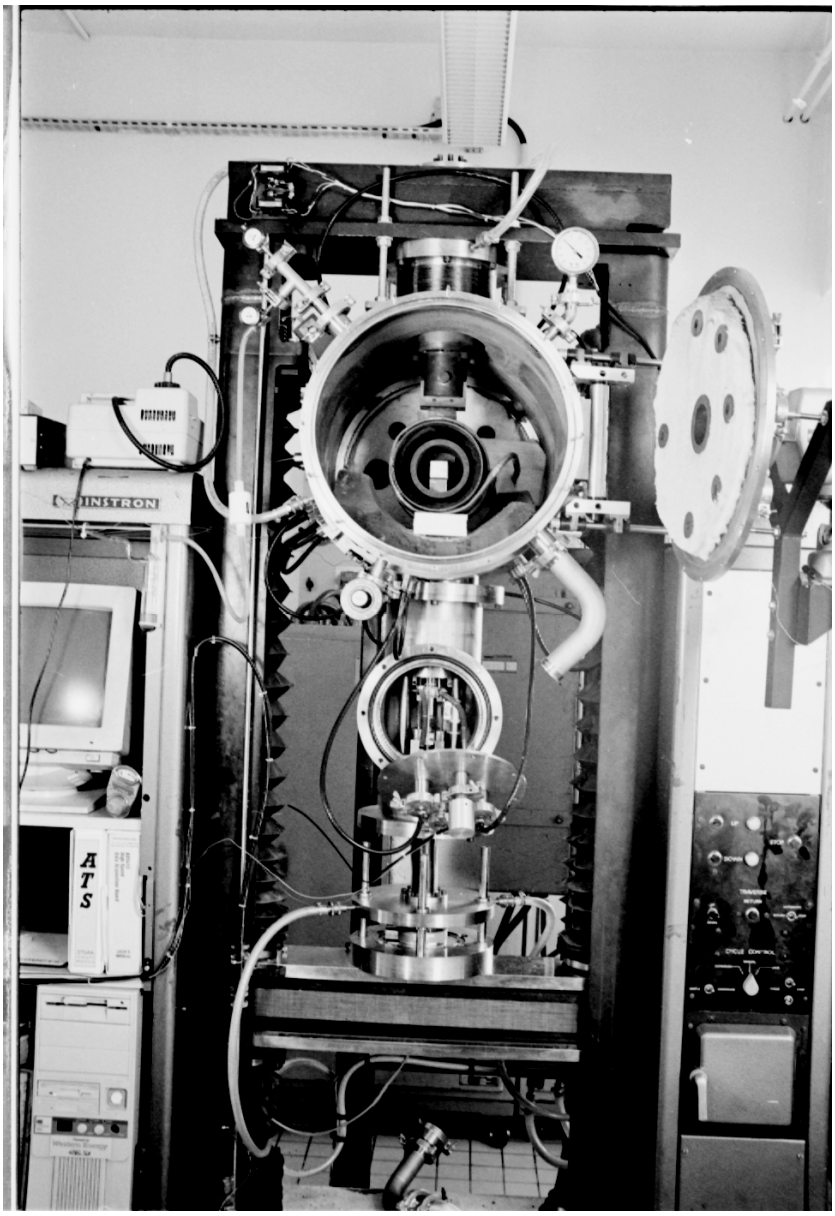


Figure 3-2 : Photographie du dispositif de flexion à très haute température.

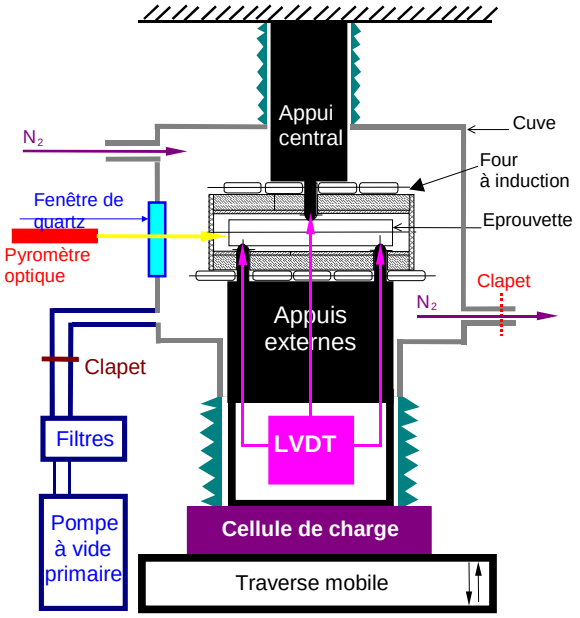


Figure 3-3 : Schéma du dispositif de flexion à très haute température.

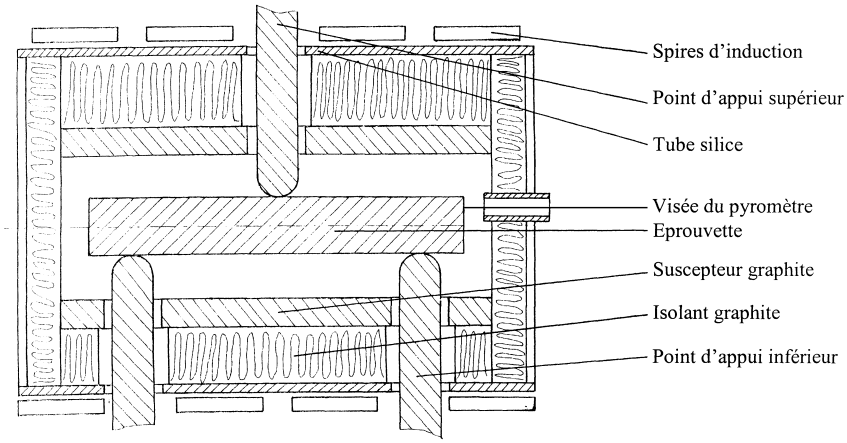


Figure 3-4 : Schéma du four du dispositif initial de flexion à très haute température.

L'environnement d'essai :

Le chapitre 1 nous a permis d'estimer la température extrême de notre domaine d'étude à 1800°C. Nos matériaux étant sensibles à l'oxydation dès 400°C (chapitre 2), nos essais devaient être menés sous atmosphère protectrice. L'enceinte étanche rend possible le travail sous argon, condition nécessaire étant donnée l'oxydabilité de nos matériaux.

Le chauffage est assuré par un four à induction en graphite, entouré d'un inducteur en cuivre refroidi par eau. L'énergie électrique est fournie par un générateur haute fréquence apériodique de 40 kW. Le four est visible sur la Figure 3-2, à travers la grande ouverture. Des orifices permettent le passage des 3 appuis en graphite (Figure 3-4).

La température est contrôlée par un thermocouple de type S (Pt+6%Rh,Pt+30%Rh) pour les essais à température inférieure à 1500°C, et par un pyromètre optique bichromatique au-delà. La qualité bichromatique du pyromètre permet d'obtenir une mesure indépendante de l'émissivité du matériau visé.

L'extensométrie :

La flèche de l'éprouvette est enregistrée à l'aide d'un dispositif constitué d'un capteur inductif de déplacement linéaire, ou LVDT (Linear Variable Differential Transducer), d'étendue de mesure ±2.5 mm, et de deux couples de palpeurs en graphite. Le LVDT est situé en zone froide dans la partie inférieure de l'enceinte; il est visible sur la Figure 3-2, à travers la petite ouverture. Les tiges de palpeur en graphite partent de cette zone froide jusqu'à l'échantillon. Le premier couple de palpeurs, se logeant dans les appuis extérieurs, est solidaire du corps du LVDT, l'autre, en contact avec l'appui central, est solidaire du noyau du LVDT (Figure 3-5). La mesure différentielle de déplacement des deux couples permet de limiter l'erreur due à la dilatation thermique du montage et des tiges de palpeur.

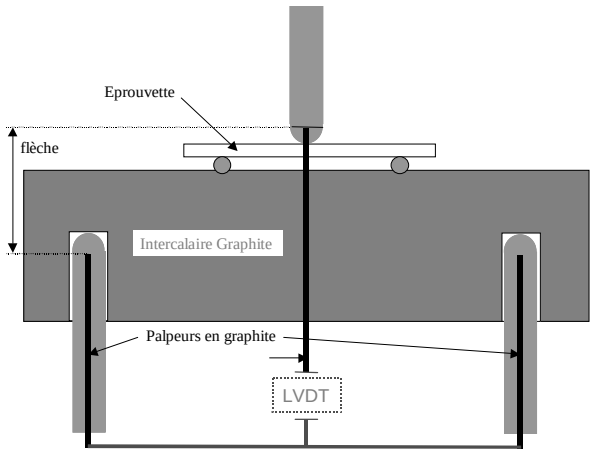


Figure 3-5 : Schéma du montage de flexion aménagé pour nos petites éprouvettes.

La ligne de charge :
L'appui central est solidaire de la partie supérieure fixe du bâti. Les appuis extérieurs sont mobiles avec la traverse. L'entraxe des appuis extérieurs est de 125 mm.
La charge est mesurée par une cellule située au pied de la traverse, à température ambiante.
La taille de nos éprouvettes, petite relativement à l'entraxe de conception de 125 mm du dispositif de flexion à très haute température (Figure 3-4), nous a conduit à aménager la ligne de charge. Une pièce intercalaire en graphite, schématisée sur la Figure 3-5, a été réalisée pour assurer cette fonction. Cet intercalaire, de même largeur que les appuis, repose sur les appuis extérieurs et supporte deux rouleaux en graphite qui viennent se loger dans des gorges espacées de 24 mm.

La configuration ainsi créée implique la sollicitation de l'intercalaire en flexion 4 points, entre le couple d'appuis inférieurs et le couple de rouleaux supérieurs, qui transmettent la charge via l'éprouvette. Cette pièce, rappelons-le, est constituée en graphite de faible module d'élasticité (12 GPa). Bien que réalisé dans les dimensions maximales autorisées par le four, la faible rigidité de l'intercalaire pourrait provoquer une flexion de celui-ci sous charge, induisant ainsi des déformations parasites. Pour vérifier ce point, nous avons réalisé un calcul prédictif de la flèche brute totale par un modèle simple. Le calcul a été réalisé pour une éprouvette de tungstène, matériau le plus rigide que nous ayons à tester.
Considérons le schéma de notre montage particulier avec intercalaire (Figure 3-5). Afin d'évaluer la flèche que peut prendre l'intercalaire sous charge, nous le modélisons par un barreau d'une épaisseur constante H_{max}, représentant sa plus grande épaisseur sur toutes les sections. Le moment fléchissant étant nul proche des appuis externes inférieurs, il est réaliste de considérer cette épaisseur.

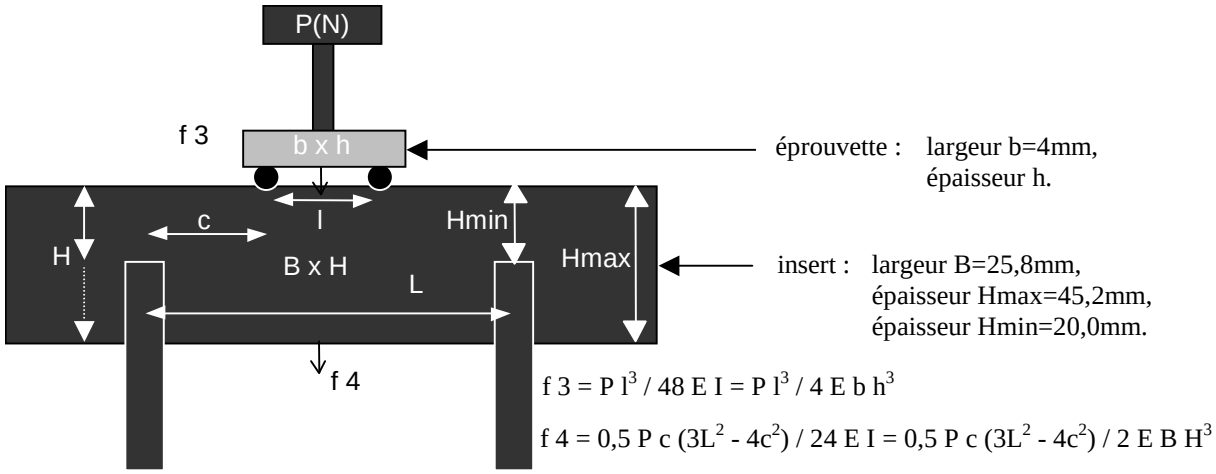


Figure 3-6 : Schéma du montage de sollicitation en flexion 3 points de petites éprouvettes à l'aide d'un intercalaire.

La flèche de l'éprouvette en tungstène et la flèche de l'intercalaire en graphite sont respectivement appelés f3 et f4. Leurs valeurs sont calculées avec des hypothèses de flexion pure en élasticité par les relations rappelées sur la Figure 3-6.

Le calcul montre que le supplément de déplacement induit par la flèche de l'intercalaire reste limité à environ 4% de la flèche de l'éprouvette en tungstène.

Le contrôle et l'acquisition des données:
Le chauffage, la charge et le déplacement de la traverse peuvent être asservis au moyen d'une baie électronique de commande contrôlée par le logiciel A.T.S. La traverse peut ainsi être pilotée en charge ou en vitesse de déplacement.

3.3 VALIDATION ET LIMITES DU DISPOSITIF

La validation du dispositif, en termes de température et de charge, a fait l'objet d'un rapport interne (Gailliègue 1999). Les mesures pyrométriques ont été vérifiées par des mesures réalisées avec un thermocouple tungstène-rhénium proche de l'échantillon : l'écart est toujours resté limité à 10°C. La mesure de la cellule de charge a été validée à l'aide de poids étalons. Nous abordons par la suite la mesure de flèche, dans notre cas particulier de montage avec l'intercalaire en graphite.

3.3.1 La mesure de flèche avec une ligne de charge peu rigide : précautions et validation.

Le calcul en flexion réalisé précédemment a démontré que l'intercalaire en graphite supportant notre éprouvette n'induisait pas de flèche parasite significative.
Disposant de valeurs de module d'élasticité à température ambiante du graphite 2664 et du tungstène LPPS, évaluées à l'aide de jauges de déformation, nous avons voulu valider notre dispositif. Pour cela nous avons remesurer ces valeurs à l'aide de notre dispositif de flexion à très haute température, afin de tester la validité de la mesure extensométrique.
Un essai de flexion cyclé en charge dans le domaine élastique permet de déterminer le module d'élasticité d'un matériau. En effet, à partir des expressions de la contrainte et de la déformation maximales de l'éprouvette données en 3.2.2, on peut calculer le module d'élasticité en fonction des dimensions de l'éprouvette (largeur $b=4mm$ et épaisseur $e=3mm$), de l'entraxe de sollicitation $l=24mm$, de la charge appliquée P et de la flèche associée f :

$$E = \frac{Pl^3}{4be^3} \cdot \frac{1}{f}$$

L'enregistrement d'une courbe charge-flèche lors d'un tel essai pour le graphite 2664, donné en Figure 3-7, amène plusieurs remarques :

- le comportement n'est pas parfaitement linéaire, une faible hystérésis est visible, contrairement au comportement enregistré à l'aide d'une jauge de déformation (Chapitre 2),
- le module calculé, 10 GPa, est inférieur au module de 13 GPa (Chapitre 2) obtenu par jauge.

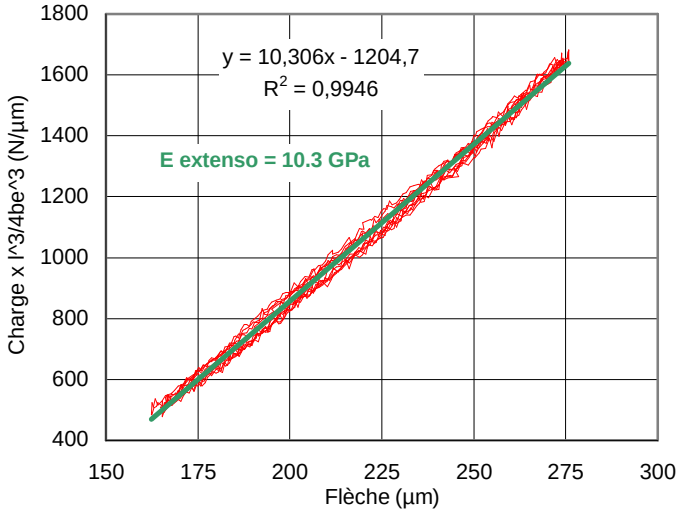


Figure 3-7 : Courbe de comportement du graphite 2664 à 20°C en flexion enregistrée sur le dispositif de flexion.

Un essai similaire mené sur le tungstène est reporté en Figure 3-8. Les mêmes remarques s'imposent; on note une hystérésis et surtout un module d'élasticité apparent de 212 GPa, notablement plus faible que le module de 293 GPa évalué par jauge.

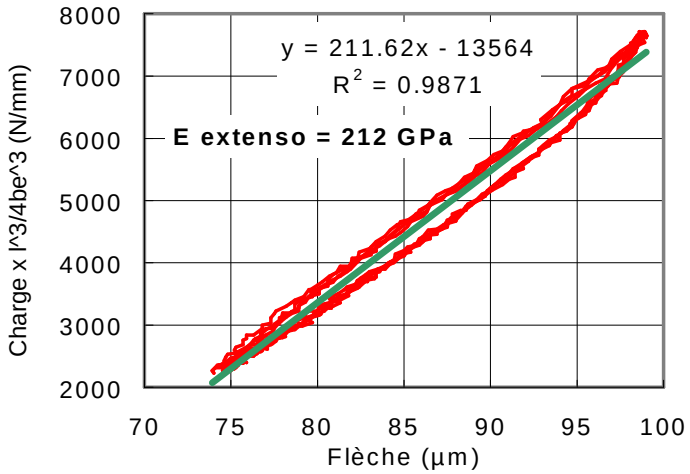


Figure 3-8 : Courbe de comportement du Wlpps à 20°C en flexion enregistrée sur le dispositif de flexion.

L'hystérésis développée sur l'enregistrement brut n'est pas le fait du comportement du matériau puisque la courbe de comportement par jauge ne présente pas ce phénomène d'ouverture de cycle. Il peut vraisemblablement être attribué à des frottements sur la ligne de charge.

La sous-évaluation du module vient d'une mesure surestimée de la flèche de l'échantillon. Des déformations parasites de la ligne de charge et/ou des palpeurs extensométriques sont probablement sources de ce décalage.

L'emploi de matériaux plus rigides que le graphite serait une alternative intéressante, cependant peu de matériaux résistants à plus de 1800°C sont candidats. Par rapport à des métaux réfractaires, le graphite présente les avantages d'un moindre coût, d'un usinage facile et d'un comportement élastique jusqu'à près de 2000°C.

Des essais de flexion cyclés en température sur notre dispositif à très haute température nous ont permis d'explorer l'évolution du module d'élasticité de nos matériaux.
La Figure 3-9 présente les résultats concernant le graphite 2664. Nous avons reporté sur cette même figure les données issues de mesures ultra-sonores, ainsi que la mesure à froid par jauge. Il est classique que la mesure par jauges soit légèrement inférieure à la mesure par ultra-sons, cette dernière imposant des déformations beaucoup plus faibles (cf. § 2.3.4). Le module calculé à partir de la mesure extensométrique, qui croît avec la température, affiche une valeur physiquement irréaliste à 1800°C. Ce doute sur la capacité de notre dispositif de flexion à fournir une valeur significative de l'évolution du module d'élasticité en fonction de la température sera malheureusement confirmé par les mesures réalisées sur le tungstène.

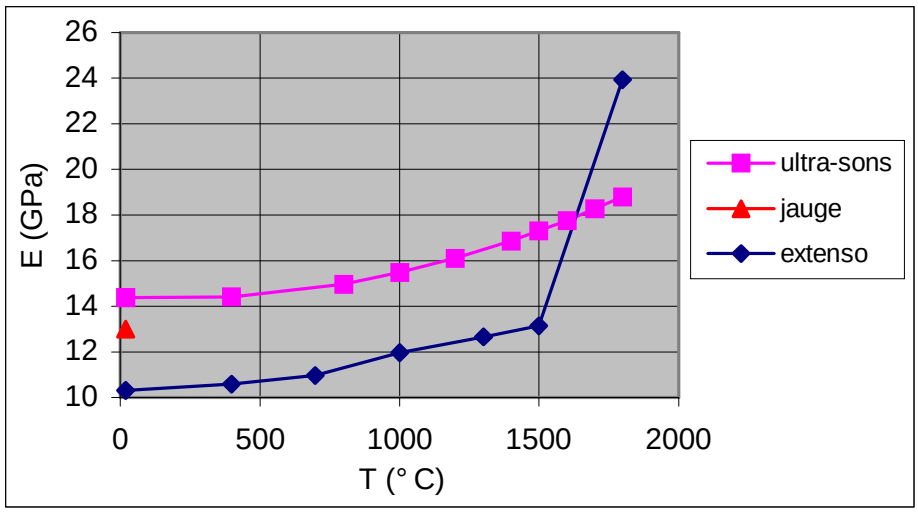


Figure 3-9 : Evolution du module d'élasticité avec la température selon trois techniques de mesure de déformation (ultra-sons, jauge, palpeurs extensométriques).

La Figure 3-10 montre l'évolution avec la température du module d'élasticité du tungstène obtenu par projection plasma et d'un tungstène dense obtenu par métallurgie des poudres (fournisseur Plansee) estimé avec notre dispositif. Deux évolutions de module de tungstène dense, l'une donnée par Plansee et l'autre disponible dans la littérature (S.W.H. Yih 1979), complètent cette figure. Nous voyons clairement que, dès 1200°C, l'évolution apparente mesurée par notre dispositif n'est pas physiquement réaliste ni cohérente avec celle annoncée par le fournisseur ou même extraite de la littérature. Dans la suite de ce travail, pour le graphite et le tungstène, nous avons donc considéré les valeurs de modules d'élasticité en fonction de la température fournies par la littérature.

Des tentatives de correction des erreurs de mesure extensométriques de notre dispositif d'essai sont malheureusement restées infructueuses, et force a été de constater qu'il était impossible de réaliser des mesures de flèche valides à haute température lorsque la charge varie de manière importante. Lorsque cela n'est pas le cas, nous nous sommes attachés à valider les mesures effectuées.

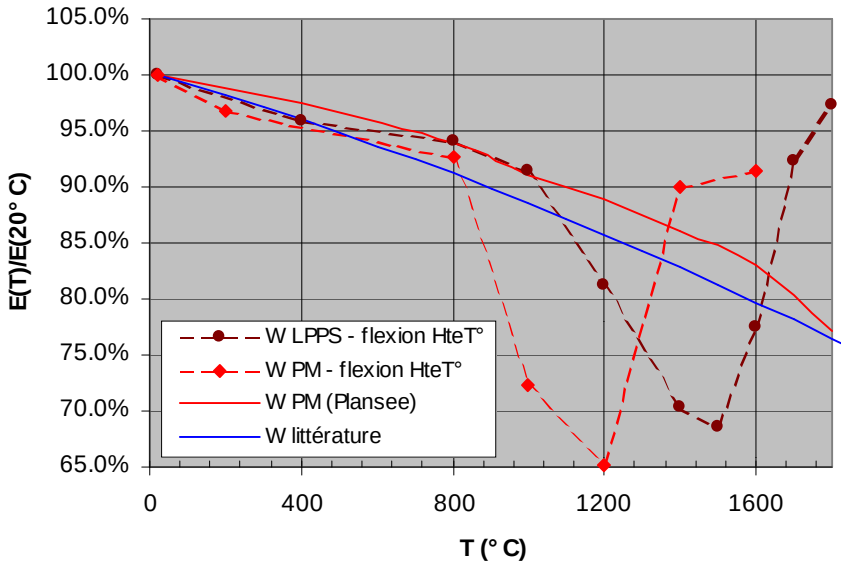


Figure 3-10 : Evolution avec la température du module d'élasticité relatif de notre tungstène LPPS (W LPPS), de tungstène dense (W PM) à partir d'essais sur le dispositif haute température : comparaison à d'autres données de tungstène dense, fournisseur Plansee et littérature (S.W.H. Yih 1979).

3.3.2 Validation de la mesure de déformation sous charge quasi-constante

Afin de vérifier nos mesures de flèche, nous avons déformé à 1850°C du tungstène LPPS afin de comparer la flèche rémanente, mesurable sur l'éprouvette après essai, à la flèche cumulée donnée par l'enregistrement de l'extensomètre différentiel. L'enregistrement reporté à la Figure 3-11 est celui d'un essai de fluage avec des séquences de déchargements/rechargement. La flèche plastique mesurée après essai sur l'éprouvette s'élève à 670 µm, la déformation cumulée donnée par l'enregistrement valant 630 µm. L'écart est limité à 4%, ce qui prouve l'aptitude de notre dispositif à mesurer une flèche valide dans ces conditions.

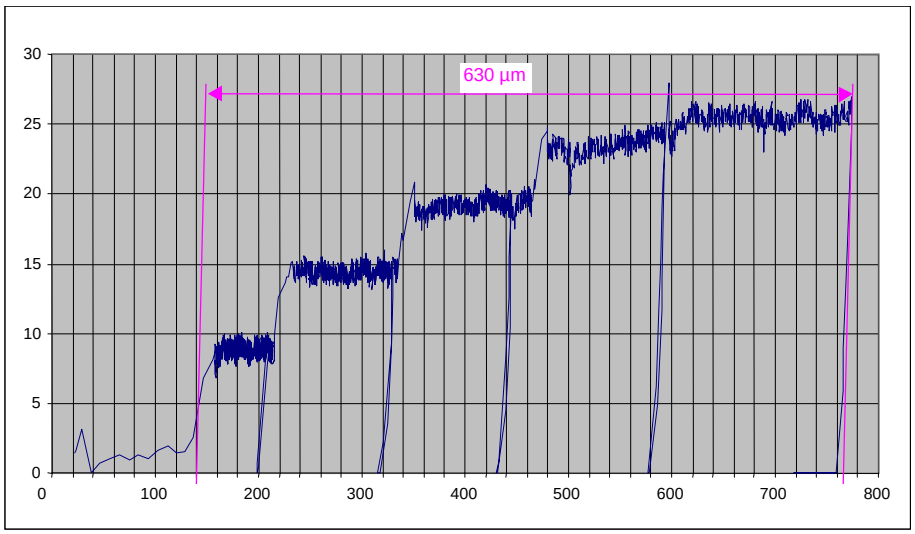


Figure 3-11 : Essai de fluage par sauts de charge à 1850°C sur le tungstène LPPS : charge (N) en fonction de la flèche (microns), mesurée par l'extensomètre différentiel.

Lors de nos essais ultérieurs donnant lieu à une déformation plastique ou visqueuse, on s'attachera à valider les mesures réalisées en réalisant systématiquement ce type de comparaison.

3.4 DEMARCHES DE CONSTRUCTION DE LA BASE EXPERIMENTALE.

3.4.1 Cas du graphite.

Le graphite 2664, comme vu précédemment (chapitre 2), a un comportement élastique linéaire. Dans l'objectif de simulation fixé, l'information nécessaire est l'évolution de son module d'élasticité en température dans le domaine de température de fonctionnement, c'est-à-dire jusqu'à 1800°C. La valeur retenue du module d'élasticité à froid est celle obtenue précédemment à partir de mesure de déformation d'une jauge, de moyenne 13 GPa. Son évolution en température est celle évaluée par la technique ultrasonore et reportée au chapitre précédent. Finalement, la Figure 3-12 résume les données prises en compte dans notre étude.

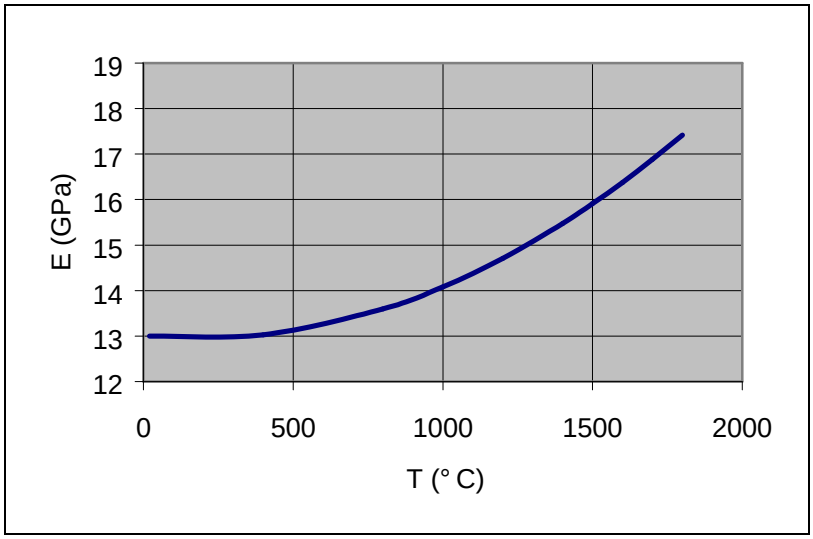


Figure 3-12 : Module d'élasticité du graphite 2664 en température selon notre estimation.

Pour obtenir un ordre de grandeur de la résistance à la rupture à haute température, deux essais de rupture sur des barreaux (épaisseur 3 mm, largeur 4 mm) ont été menés sur le dispositif de en flexion 3 points (entraxe 24 mm) à 1800°C. La contrainte à rupture est de l'ordre de 100 MPa, ce qui représente une augmentation relative de 50% par rapport à la température ambiante (cf. §2.3.4). Cette croissance est conforme à celle observée pour d'autres graphites polycristallins commerciaux (cf. §2.2.4).

3.4.2 Cas du tungstène.

Le précédent chapitre a révélé que le tungstène, bien qu'élastique fragile à basse température, présente des déformations plastiques au-delà de 400°C environ. C'est l'ensemble de ce comportement complexe qu'il nous faudra donc identifier lors de cette étude.
Le module d'élasticité à froid a été mesuré par jauge et vaut 293 GPa. Son évolution en température sera calée sur la décroissance relative très bien documentée et admise pour le tungstène dense. Singleton (Singleton 1962) a montré que pour un tungstène réalisé par projection plasma, de densité proche du notre, cette évolution du module en température était respectée (cf. §2.5.4).
Pour la caractérisation du comportement inélastique, des campagnes d'essais particulières ont été menées.
Nous avons donc décidé de réaliser des essais à vitesse de déformation imposée (10^{-2} /s) afin de caractériser l'écrouissage à température constante.
D'autre part, la réponse mécanique du tungstène dépend de la vitesse de sollicitation : cette propriété a été caractérisée par des essais complémentaires à des vitesses plus lentes (10^{-4}, 10^{-5} /s).
A haute température, plus de 800°C, nous avons vu que des déformations visqueuses intervenaient dans le tungstène. Une campagne d'essais à charge imposée constante a donc été conduite, afin d'étudier le comportement du matériau en fluage.
Les essais à vitesse de flèche imposée et à charge imposée ont été réalisés à des températures communes.
En plus de ces deux grandes classes d'essais, nous avons défini un type de sollicitation dit "mixte" (Figure 3-13), enchaînant phase de chargement à vitesse de déplacement constante, puis phase à charge constante et, enfin, nouvelle phase de chargement à vitesse de déplacement constante.

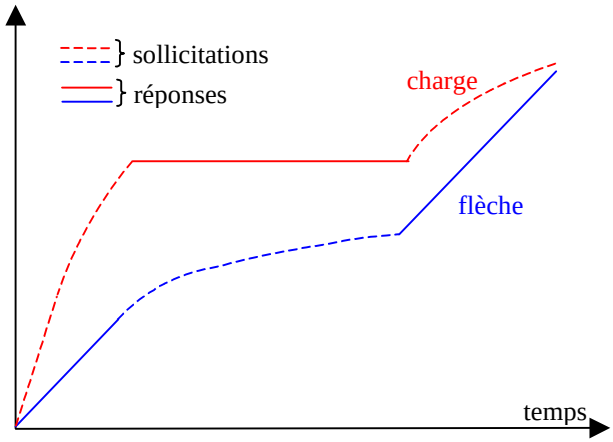


Figure 3-13 : Schéma de la procédure d'essai "mixte".

Du tungstène, projeté par plasma sur une plaque rectangulaire en graphite 2664, puis dégazé à 1450°C selon la même procédure que les anodes, a été usiné afin d'obtenir les échantillons nécessaires à notre étude. Leurs dimensions sont les suivantes : longueur 30 mm, largeur 4 mm, épaisseur 1,8 mm.

3.5 ESSAIS A VITESSE IMPOSEE SUR LE TUNGSTENE

3.5.1 Description des essais

Ce type d'essai consiste à imposer à un échantillon une vitesse de fléchissement constante tout en enregistrant la charge associée. Conformément aux sollicitations en service (cf. §1.6), la déformation limite retenue pour cette étude est de 1%. On caractérise de cette manière la capacité du matériau à résister à une vitesse de déformation. Un matériau peut afficher un caractère durcissant ou adoucissant, voire les deux. Dans le premier cas, la tangente à la courbe de comportement $\sigma(\varepsilon)$, au-delà de la limite élastique, est positive, alors que dans le second cas elle est négative.

3.5.2 Résultats et analyses

Nous exposons les résultats en deux volets afin de distinguer l'effet de la température de celui de la vitesse de sollicitation sur la réponse du matériau.
Nous avons choisi d'afficher le comportement avec des variables locales dans un repère contrainte-déformation plutôt qu'avec des variables globales dans un repère charge-flèche. Nous avons fait ce choix délibéré des variables locales qui sont plus explicites que les variables globales. En flexion, une sollicitation se traduit au niveau de l'éprouvette par des contraintes et des déformations variant linéairement avec l'épaisseur d'une valeur maximale en peau à une valeur nulle au niveau du plan dit neutre. Dans cette étude, nous considèrerons les valeurs maximales des contraintes calculées par les lois de l'élasticité :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{6e}{l^2}\dot{f} \text{ soit } \dot{\varepsilon} = 1{,}875.10^{-2}\dot{f}$$

où *e* (1,8 mm) est l'épaisseur de l'éprouvette, *l* (24 mm) l'entraxe de sollicitation en flexion 3 points et $\dot{f}$ la vitesse de flèche.
Il est important de noter qu'une plastification ou un fluage du matériau, en redistribuant les contraintes, peut modifier de manière notable cette valeur de la contrainte maximale. Toutefois, ces modifications éventuelles ne peuvent remettre en cause les analyses qualitatives que nous nous proposons de mener ici.
La Figure 3-14 rassemble les courbes de comportement du tungstène sollicité à faibles vitesses de déformation (10^{-4} s^{-1} ou 10^{-5} s^{-1}) à des températures variant de 20°C à 1800°C.
La forme des courbes de comportement montrent que le tungstène est fragile à 20°C et à 200°C, alors qu'à 400°C et au-dessus des déformations inélastiques sont visibles.
Le changement de comportement, de linéaire fragile à 200°C à ductile à 400°C, se traduit aussi par une forte chute de la limite d'élasticité. Cette zone de température correspond à la zone de transition ductile-fragile bien connue pour le tungstène.
On peut également noter une baisse plus rapide de cette limite d'écoulement entre 1200°C et 1500°C. A l'approche de la température de recristallisation du tungstène, la résistance du tungstène se trouve donc fortement réduite. Cette évolution est conforme à celle donnée par la littérature présentée sur la Figure 2-27.
La croissance monotone des courbes σ(ε) au-delà de 400°C montre que le tungstène a un comportement écrouissable par la déformation : le matériau se durcit au fur et à mesure qu'il se déforme.

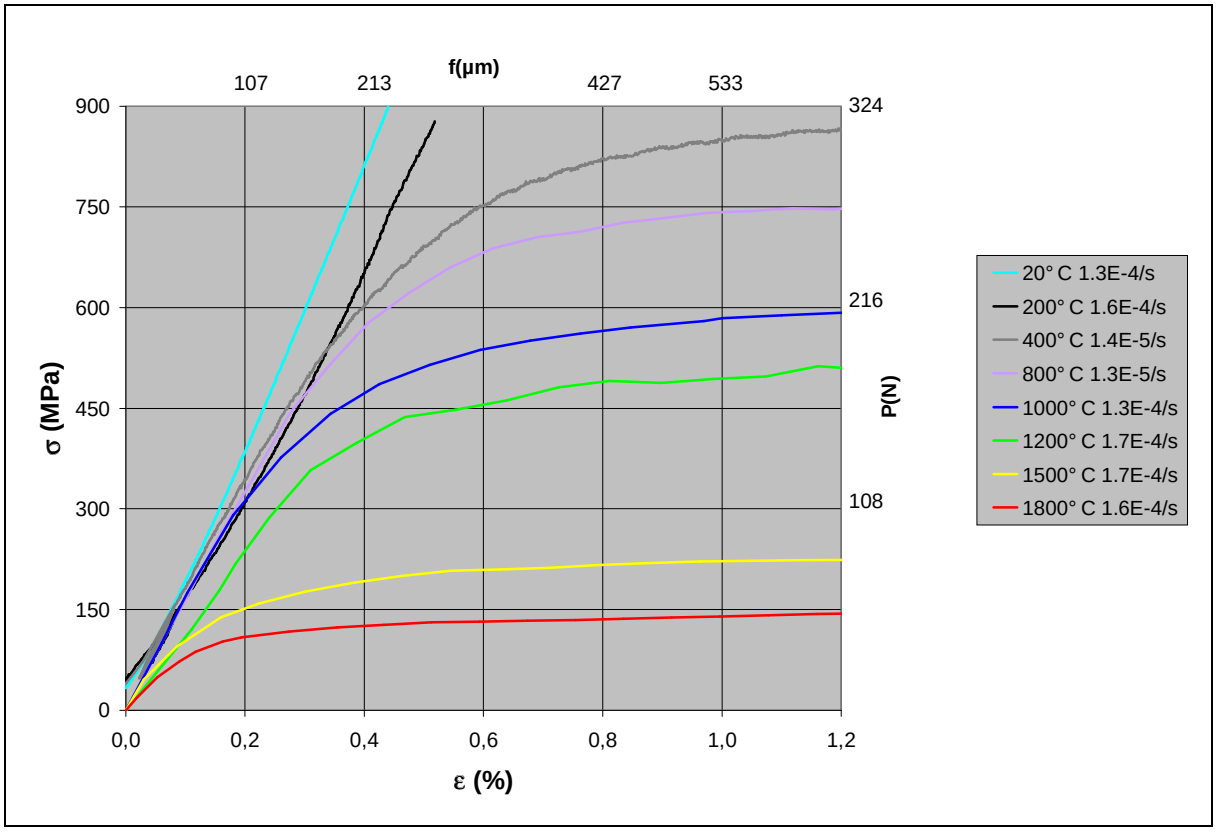


Figure 3-14 : Courbes de comportement du tungstène à vitesse de flexion constante faible pour différentes températures.

Intéressons nous maintenant au comportement du tungstène sollicité une à une vitesse de flexion plus rapide, plus précisément de l'ordre de 10^{-2} s^{-1}, vitesse de déformation limite du champ d'investigation de cette thèse.

La Figure 3-15 illustre l'effet de la vitesse sur les précédentes courbes de comportement à partir de 400°C. Les courbes en pointillés symbolisent le comportement du tungstène sous vitesse rapide et les courbes en traits pleins représentent celui sous vitesse lente.
On peut remarquer qu'entre 400°C et 1200°C, la réponse du matériau est semblable quelle que soit la vitesse, démontrant une quasi indépendance de la contrainte à la vitesse de déformation.
Par contre, à 1500°C et 1800°C, une différence notable est observée en fonction de la vitesse de sollicitation. Cet écart se traduit par une augmentation de la contrainte avec la vitesse de déformation.

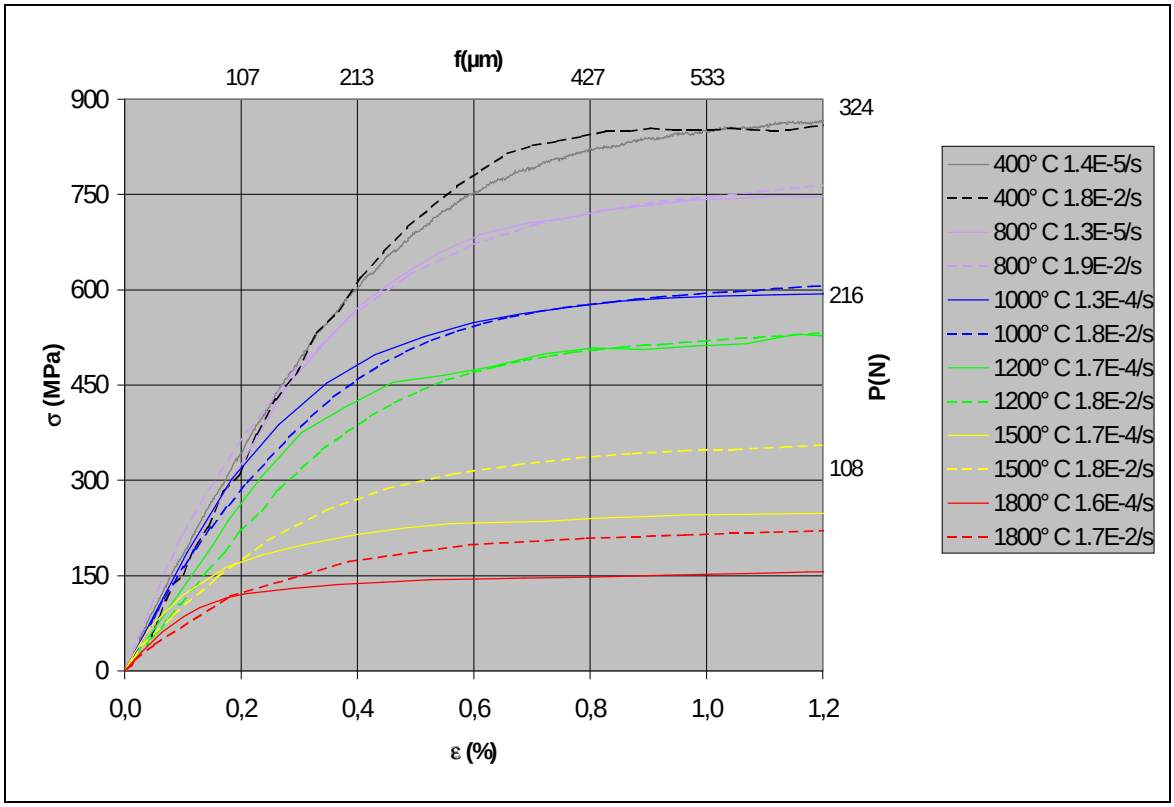


Figure 3-15 : Courbes de comportement du tungstène à différentes températures pour deux vitesses de fléchissement différentes.

En résumé, le comportement mécanique de notre tungstène LPPS ne dépend pas de la vitesse de déformation entre 400°C et 1200°C pour en devenir dépendant à plus haute température (1500°C et 1800°C). Afin de corroborer notre propos, nous nous proposons d'aborder la carte des mécanismes de déformation, établie par Ashby et Frost (M.F. Ashby 1982) pour du tungstène de taille de grain de 10 microns (Figure 3-16). Ce type de diagramme rassemble des données expérimentales et des modèles théoriques de déformation du matériau. Sur l'axe des abscisses est portée la température réduite sous la forme T/T_{fusion} et sur l'axe des ordonnées est reportée la contrainte équivalente, c'est-à-dire la partie déviatorique du tenseur des contraintes, moteur de la déformation plastique. Dans le plan, les courbes d'isovitesse de déformation sont affichées, en même temps que les différents mécanismes de déformation, chacun intervenant prioritairement dans un domaine de température et de contrainte.

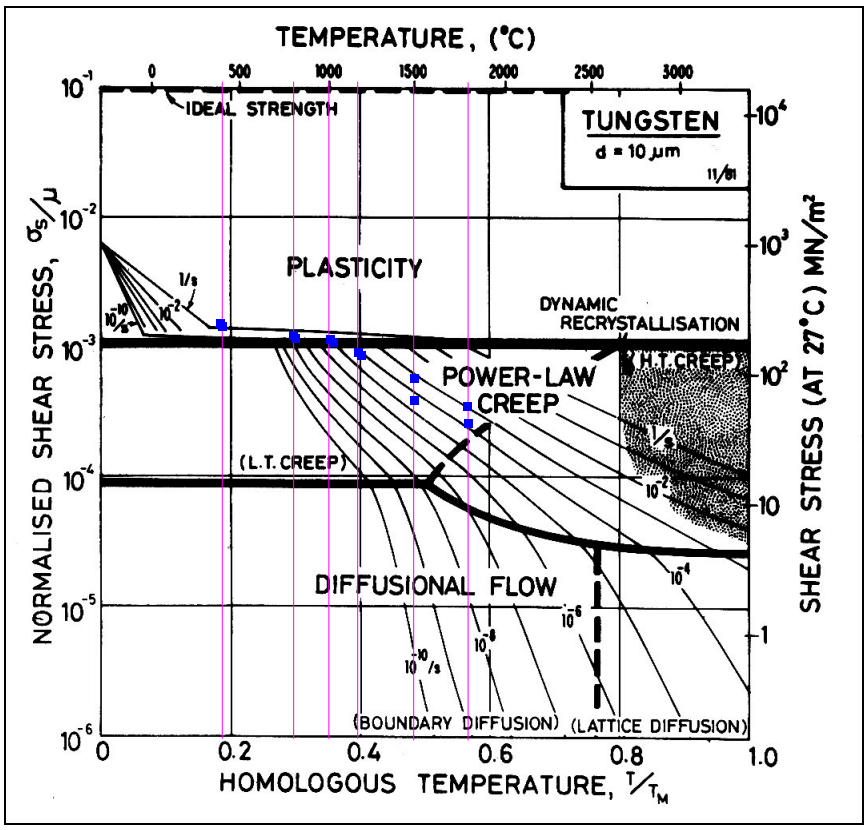


Figure 3-16 : Carte de mécanisme de déformation du tungstène (taille de grains de 10 µm) (M.F. Ashby 1982), nos essais à vitesse imposée en bleu.

Commentons l'influence de la vitesse sur la contrainte en fonction de la température dans notre domaine d'étude (température ambiante à 1800°C) à partir de la carte d'Ashby. A basse température, proche de l'ambiante, la contrainte présente une petite sensibilité à la vitesse jusqu'à 200°C environ. Au-delà et jusqu'à 1000°C, les courbes d'isovitesse se superposant, cet d'effet devient négligeable et définit ainsi le palier athermique. A plus haute température, ces courbes se dispersent, traduisant une influence prononcée de la vitesse de déformation sur la contrainte.

Dans le but de positionner nos propres résultats par rapport à ceux de la littérature ayant servi à Ashby pour établir sa carte, nous les avons exprimés dans des coordonnées analogues. Ainsi, les verticales roses de la Figure 3-16 situent les températures de nos essais sur la carte d'Ashby. Nos essais étant des essais de flexion générant un champ de contraintes non-uniforme, nous avons considéré la contrainte moyenne appliquée au matériau, soit la moitié de la contrainte maximale sur la fibre tendue calculée en élasticité. Il est ensuite nécessaire de transposer cette contrainte (moitié de la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% en traction-compression lue sur la Figure 3-15) appliquée lors de nos essais à la contrainte de cisaillement des coordonnées d'Ashby. Ceci a été réalisé en la divisant par $\sqrt{3}$, en accord avec le critère de von Mises.

Nos essais, schématisés par les points bleus sur la carte, sont en bon accord avec les résultats présentés par Ashby. En effet, pour les vitesses de sollicitations de nos essais entre 10^{-2} et 10^{-4} s^{-1}, l'influence de la vitessse sur la contrainte n'est pas marquée de 400°c à 1200°C, puis le devient à 1500°C et 1800°C.
D'autre part, on peut noter sur la carte que dès 1200°C, les niveaux de contraintes dans le tungstène de nos essais se situent généralement en deçà des niveaux publiés par Ashby. Cela signifie donc que notre tungstène flue plus facilement que ceux constituant la base expérimentale d'Ashby. Cette tendance plus prononcée de notre tungstène, issu de la projection plasma, est cohérent avec un taux de porosité élevé, 8%. Les tungstènes de la base expérimentale d'Ashby, ayant été élaborés par des voies classiques, PM (Powder Metallurgy) et AM (Arc-Melted), sont des matériaux bien denses.
A 1500°C et 1800°C, l'écart en contrainte défini par les essai à 10-2 et à 10-4 est inférieur à celui défini par les courbes isovitesse à 10-2 et 10-4 d'Ashby. Notre tunsgtène LPPS affiche donc apparemment une moindre sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte.

3.6 ESSAIS DE FLUAGE

3.6.1 Description des essais

L'essai de fluage le plus simple en flexion consiste à imposer une charge constante à l'éprouvette et à enregistrer la flèche prise par celle-ci au cours du temps.
En multipliant les séquences de charge, on arrive à estimer l'influence de la contrainte sur la cinétique de déformation. Enfin, des déchargements partiels en cours d'essai (dip-tests) apportent des informations complémentaires quant au type de loi de fluage.
C'est cette procédure d'essai que nous avons adoptée pour cette phase d'étude de la viscoplasticité du tungstène.
Les températures d'étude du fluage sont 1000°C, 1200°C, 1500°C et 1800°C. Nous avons jugé suffisant de nous intéresser aux déformations en fluage qu'à partir de 1000°C. En effet, il existe d'une part un rapport de l'ordre de plus de 100 entre les vitesses de fluage à 1800°C et à 1000°C, comme nous le verrons plus tard avec les résultats d'essais et, d'autre part, les temps d'exposition de l'anode (cf. chapitre 1) à ces deux températures sont équivalents.
Les durées d'essai de fluage ont été calées sur la durée de vie souhaitée d'un tube à rayons X équipée d'une anode de diamètre 150 mm, soit 100000 clichés radiographiques. Nous avions vu au chapitre 1 qu'un cliché durait 0,280 seconde. L'étape de refroidissement de 300s après les 50 cycles/clichés du protocole, conduit la température de la piste à moins de 1000°C (900°C) en environ 40 secondes. Si l'on considère que le fluage n'opère qu'au-dessus de 1000°C, le temps passé par l'anode dans ces conditions est d'environ 30 heures.

Nous avons pour nos essais choisi une durée de fluage d'environ 50 % supérieure, de manière à prendre en compte d'éventuels allongements de la durée de vie.
Nous avons fixé à environ 1,5 mm le fléchissement maximal de l'éprouvette. La déformation associée à cette flèche est de 2,8%.

3.6.2 Résultats et analyse

La Figure 3-17 représente la procédure typique de chargement que nous avons choisie pour caractériser le comportement en fluage du tungstène. De manière pratique, la charge est la variable asservie et le fléchissement traduit la réponse du matériau. Nous avons utilisé la Figure 3-17 comme support pour localiser sur un diagramme typique de chargement les diverses caractéristiques de nos essais :

- les paliers de charge fournissent les cinétiques de déformation viscoplastique sous la forme de l'évolution de la flèche au cours du temps,
- en testant à différents niveaux de charge on teste l'influence de la contrainte sur la cinétique de fluage,
- les séquences de déchargement-rechargement ont pour objectif de révéler une éventuelle existence d'une contrainte interne de rappel. Dans ce cas, la vitesse de fluage peut devenir négative, la flèche diminuant alors après un déchargement partiel.
- les paliers de rechargement à niveau équivalent servent à déceler une éventuelle restauration du matériau ayant eu lieu lors des paliers de déchargements, et dont le rôle peut devenir essentiel sous faible charge. Au rechargement le matériau restauré flue alors plus vite qu'il ne le faisait avant l'étape de déchargement.

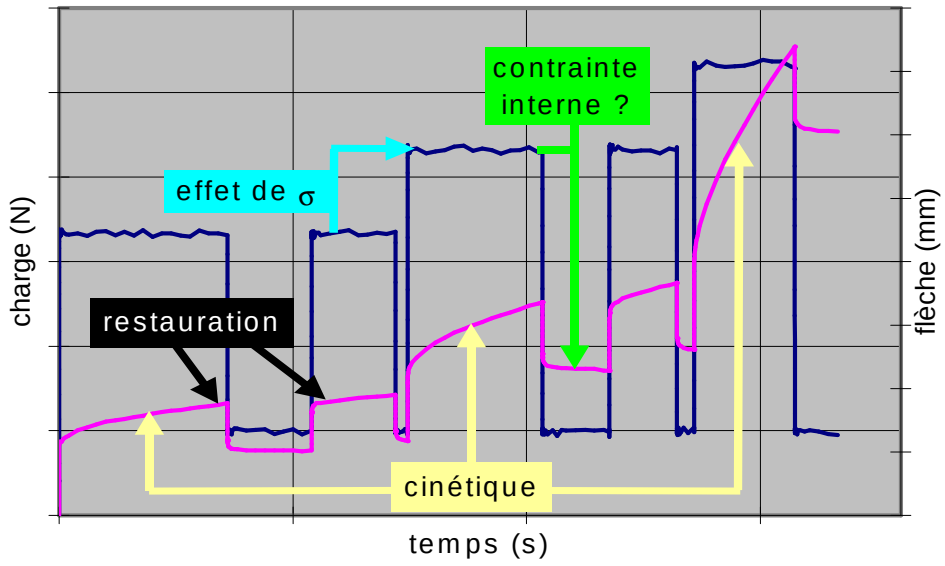


Figure 3-17 : Séquence typique de chargement de notre essai de fluage.

Nous nous proposons de présenter les dominantes du comportement du tungstène, récurrentes à toutes les températures d'essais. Pour cela nous nous aiderons de l'exemple d'un résultat obtenu à 1000°C, reporté sur la Figure 3-18. Les observations et remarques exposées à ce stade de l'analyse restent valables pour les autres températures.

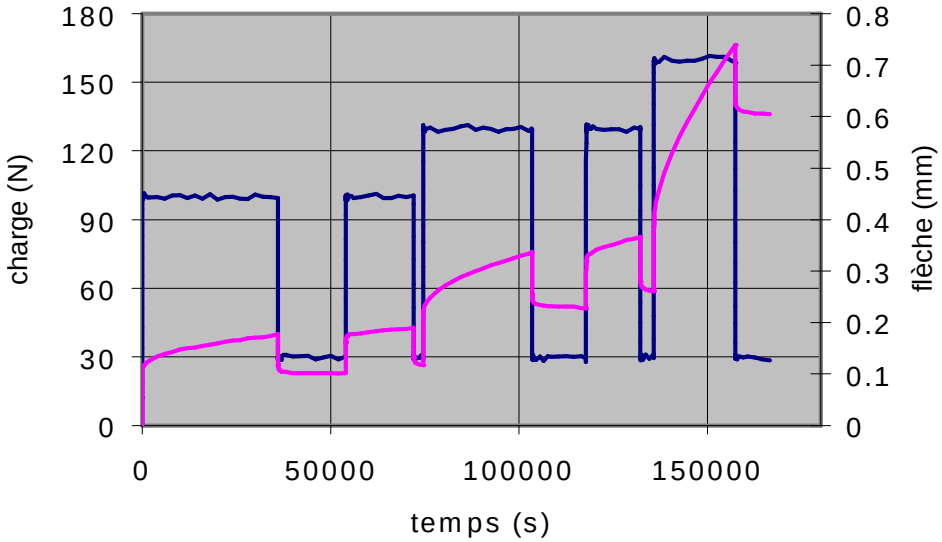


Figure 3-18 : Résultat d'un essai de fluage à 1000°C.

Du point de vue de la cinétique, la diminution de la vitesse de fléchissement lors des différents plateaux de chargements indique clairement l'existence d'une phase de fluage primaire. Ce ralentissement de la vitesse de la déformation viscoplastique traduit le fait que le matériau s'écrouit et devient donc de plus en plus résistant au fluage.
Les séquences de déchargement rapides entraînent une recouvrance de la déformation, une vitesse de fléchissement négative étant parfois observée. Le tungstène développe donc une contrainte interne qui s'oppose à la contrainte externe appliquée. La traduction analytique de cette propriété sera exposée au prochain chapitre.
Le rechargement à un niveau de charge identique, après une étape de déchargement, n'a pas pour conséquence d'augmenter la vitesse de fluage sensiblement : le phénomène de restauration n'est donc pas manifeste.

Nous allons maintenant, à l'aide des enregistrements des essais aux autres températures, détailler l'influence de la température sur certaines composantes du comportement général que nous venons de présenter.
Deux essais constituent l'étude du fluage à 1200°C. Ils sont reportés sur les Figure 3-19 et Figure 3-20. L'essai de fluage à 1500°C est reportée sur la Figure 3-21. Enfin, le même type d'essai à 1800°C fait l'objet de la Figure 3-22.
Nous pouvons remarquer les étapes de fluage primaire sont d'autant plus courtes que la température croît. En effet, la flèche affiche au cours du temps, lors des séquences sous charge constante, une courbure bien prononcée et durable à 1000°C et 1200°C, alors qu'à 1500°C et 1800°C, la vitesse semble dès le départ être constante.
D'autre part, si l'on s'attache aux séquences de déchargements, on peut noter que la recouvrance de la déformation - visible par la vitesse de fléchissement négative - est nettement moins significative à 1800°C. A ces hautes températures, des phénomènes de restauration opèrent (cf. chapitre 2) et peuvent atténuer fortement la contrainte interne (D. François 1995). Nous en reparlerons au chapitre suivant lors de la modélisation du comportement du tungstène.

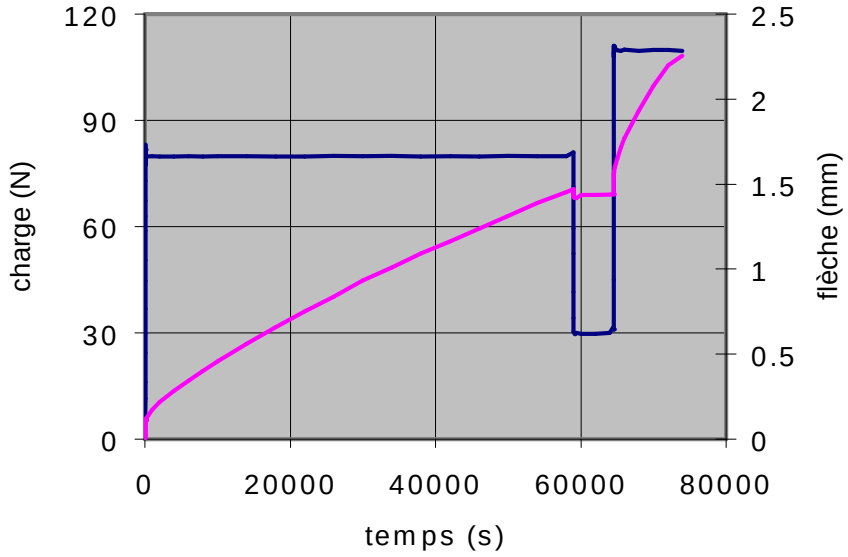


Figure 3-19 : Enregistrement d'un essai de fluage à 1200°C.

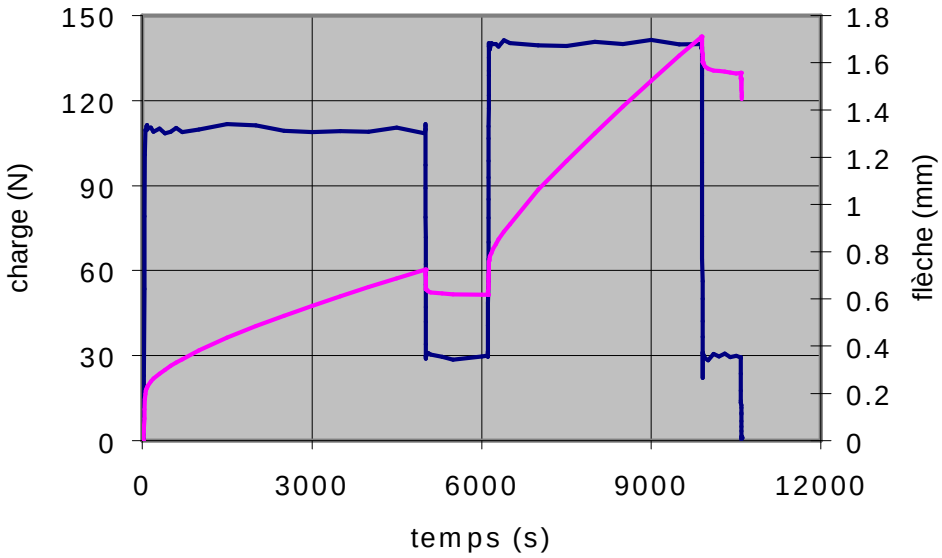


Figure 3-20 : Enregistrement d'un essai de fluage à 1200°C.

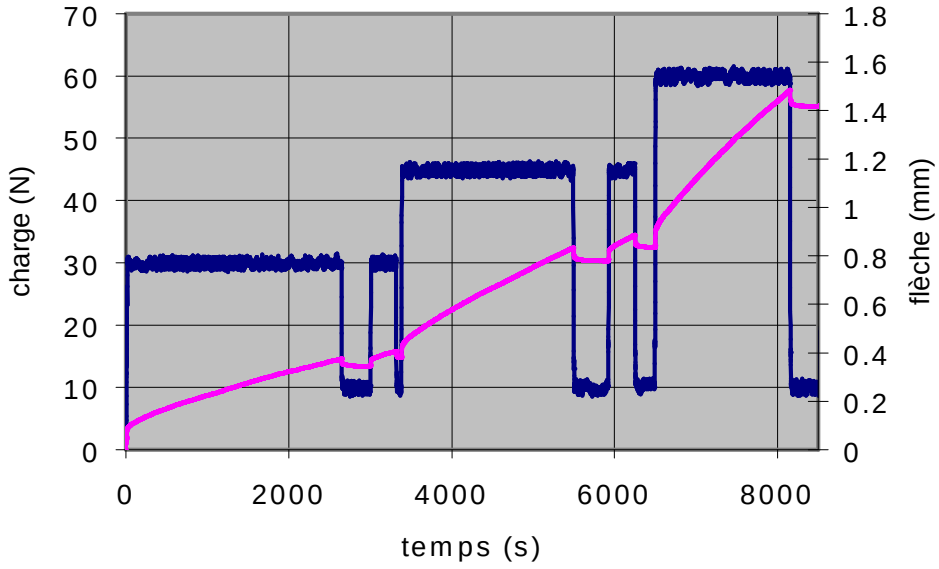


Figure 3-21 : Enregistrement d'un essai de fluage à 1500°C.

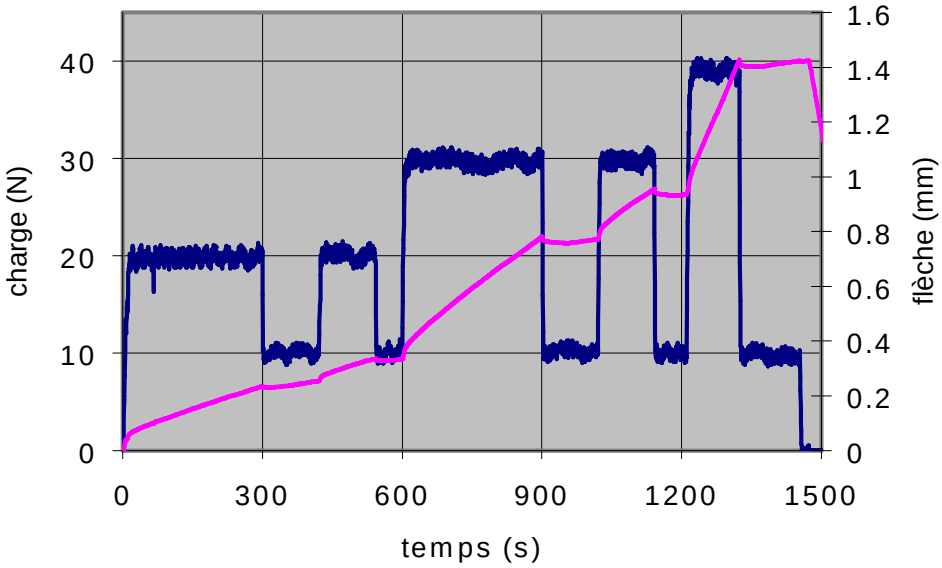


Figure 3-22 : Enregistrement d'un essai de fluage à 1800°C.

En résumé, sur la gamme de température étudiée (1000°C-1800°C), l'étude de caractérisation du comportement en fluage du tungstène LPPS a révélé les points suivants :

- L'existence d'un fluage primaire à toutes les températures, dont les effets diminuent lorsque la température augmente.
- La génération, par déformation viscoplastique, d'une contrainte interne de rappel, quelle que soit la température. Son expression, lors de déchargement, est plus discrète à haute température, probablement en raison d'une restauration plus rapide dans ces conditions.

3.7 ESSAIS "MIXTES"

3.7.1 Description des essais

Ce type d'essai présente un chargement constitué d'une succession de séquences de chargements asservis à vitesse de déplacement constante et de chargement asservi à charge constante. L'essai commence par un chargement à vitesse imposée lente (10^{-4} /s), suivie d'une seconde étape à charge imposée avant de terminer par une étape à vitesse de déformation imposée lente (10^{-4} /s).

L'objectif de ce chargement particulier est double. Premièrement il est un moyen d'observation d'un éventuel couplage entre les déformations plastiques et les déformations viscoplastiques. La Figure 3-23 montre en effet que, dans le cas où un couplage existe entre la plasticité et la viscoplasticité, la courbe de comportement de la troisième étape de l'essai "mixte" (trait plein rouge) est au-dessus du comportement de l'essai simple ininterrompu (trait pointillé rouge, report du trait pointillé vert pour comparaison). Deuxièmement, un tel essai, de par sa complexité de chargement, sera utile à la validation de notre loi de comportement.

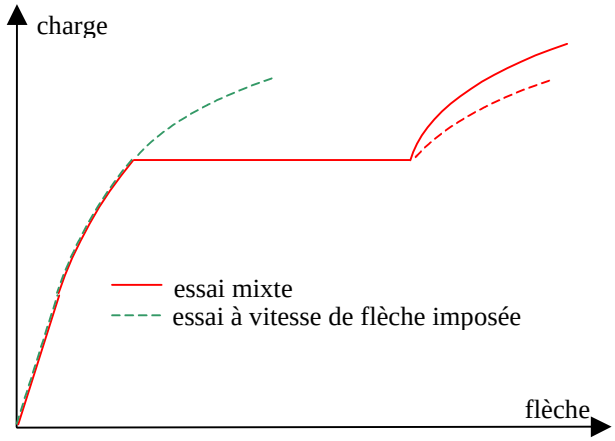


Figure 3-23 : Courbes typiques de comportement d'une essai à vitesse de déformation imposée et d'un essai "mixte".

3.7.2 Résultats et analyses

Nous allons commencer par des commentaires sur le comportement du tungstène sous ce chargement original qui sont vrais à toutes les températures d'essai. Pour cela l'enregistrement de l'essai mené à 1000°C nous servira de support. La présentation des résultats aux températures complémentaires de l'étude sera l'occasion de préciser l'influence de la température sur certains points du comportement.

La Figure 3-24 rassemble les évolutions des deux variables mesurées que sont la charge et la flèche pendant l'essai "mixte" à 1000°C. On reconnaît bien le fluage primaire durant l'étape sous charge constante, traduisant l'écrouissage du matériau. La Figure 3-25 donne une représentation traduisant la relation directe entre les deux variables du même essai. Cette vue montre bien l'interruption de l'essai à vitesse de déformation imposée par une étape de fluage. On a fait figurer sur cette figure la tangente à la courbe *charge (flèche)*, juste avant la séquence de fluage, sous la forme d'une flèche en trait plein. Cette même tangente a été reportée au point de fin de l'étape de fluage, sous la forme d'une flèche en pointillés. La valeur de la tangente est proportionnelle au taux de consolidation $d\sigma/d\varepsilon$ du tungstène, qui est lui-même l'image de l'écrouissage du matériau. On peut voir que suite à l'étape de fluage, le matériau se remet à se déformer avec un taux de consolidation plus élevé. Cet essai montre alors clairement que l'écrouissage développé par les déformations en fluage conditionne les futures déformations plastiques (indépendantes du temps). Si cela n'avait pas été le cas, la courbe charge(flèche) serait repartie avec la même vitesse.

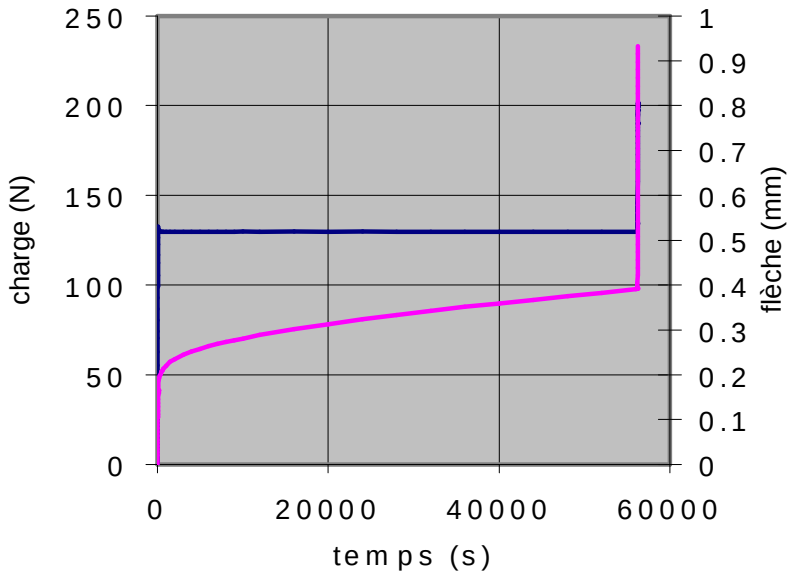


Figure 3-24 : Evolution de la charge et de la flèche durant l'essai "mixte" à 1000°C : essai à vitesse de déformation maximale imposée 10^{-4} /s, interrompue par une étape charge imposée 130 N.

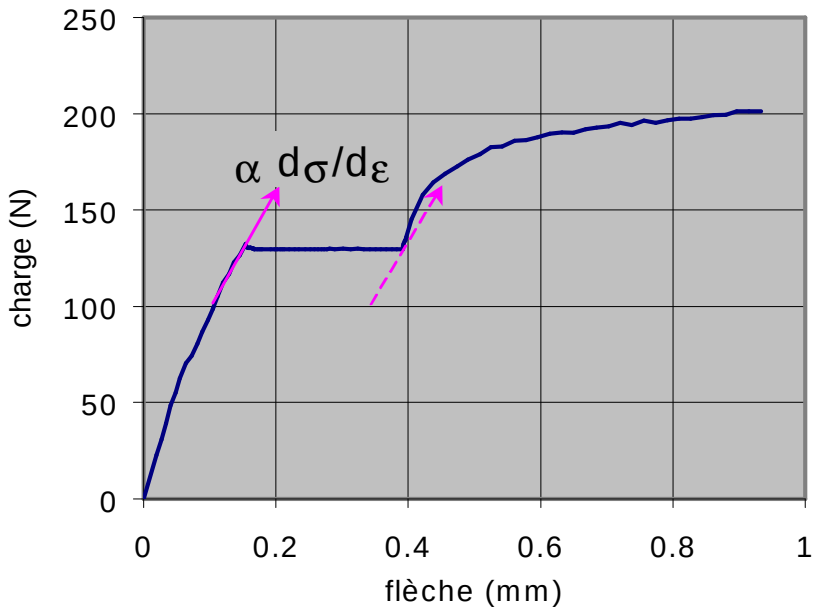


Figure 3-25 : Comportement (charge/flèche) du tungstène sous chargement "mixte" à 1000°C : essai à vitesse de déformation maximale imposée 10^{-4} /s, interrompue par une étape charge imposée 130 N.

Les résultats de l'essai "mixte" mené à 1200°C sont rassemblés sur la Figure 3-26 et la Figure 3-27. La Figure 3-28 et la Figure 3-29 illustrent les différentes étapes du chargement de l'essai "mixte" conduit à 1500°C et les réponses du matériau en termes de charge et flèche. L'essai "mixte" conduit à 1800°C a donné lieu à des résultats qui sont reproduits sur la Figure 3-30 et la Figure 3-31.
La comparaison des courbes d'évolution de la flèche au cours du temps aux différentes températures, lors de la seconde séquence à charge constante, confirme le fait que l'effet du fluage primaire tend à diminuer lorsque la température augmente.

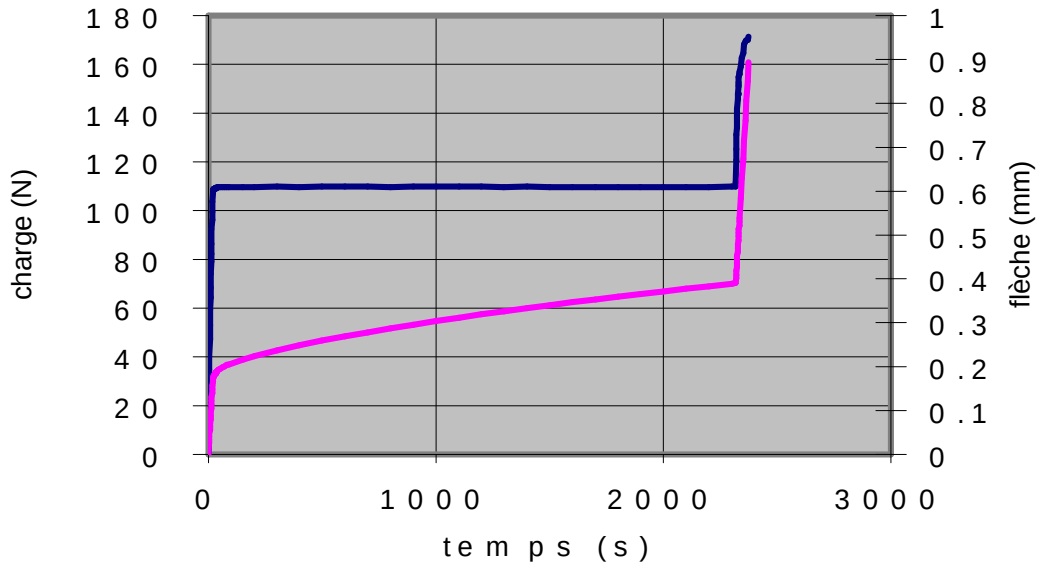


Figure 3-26 : Evolution de la charge et de la flèche durant l'essai "mixte" à 1200°C : essai à vitesse de déformation maximale imposée 10^{-4} /s, interrompue par une étape à charge imposée 110 N.

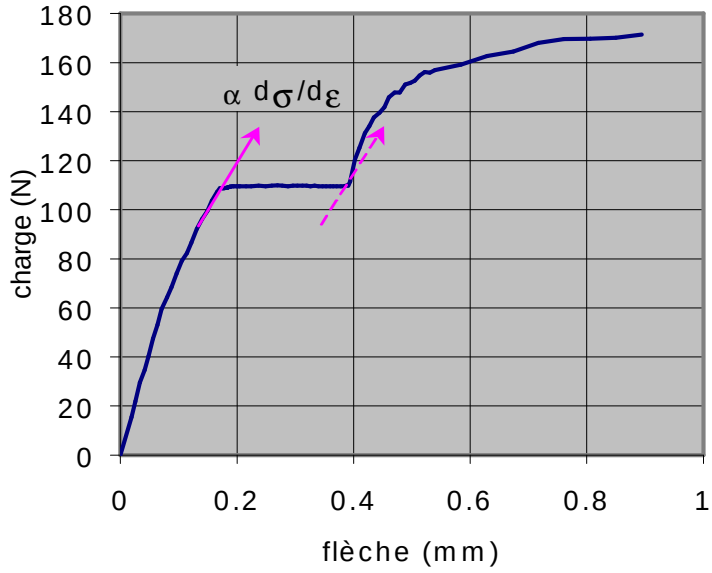


Figure 3-27 : Comportement (charge/flèche) du tungstène sous chargement "mixte" à 1200°C : essai à vitesse de déformation maximale imposée 10^{-4} /s, interrompue par une étape à charge imposée 110 N.

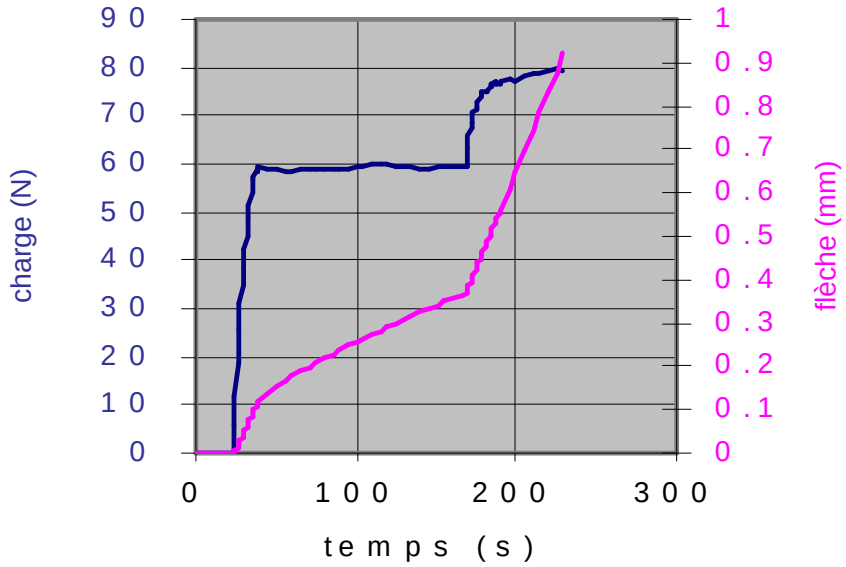


Figure 3-28 : Evolution de la charge et de la flèche durant l'essai "mixte" à 1500°C : essai à vitesse de déformation maximale imposée 10^{-4} /s, interrompue par une étape à charge imposée 60 N.

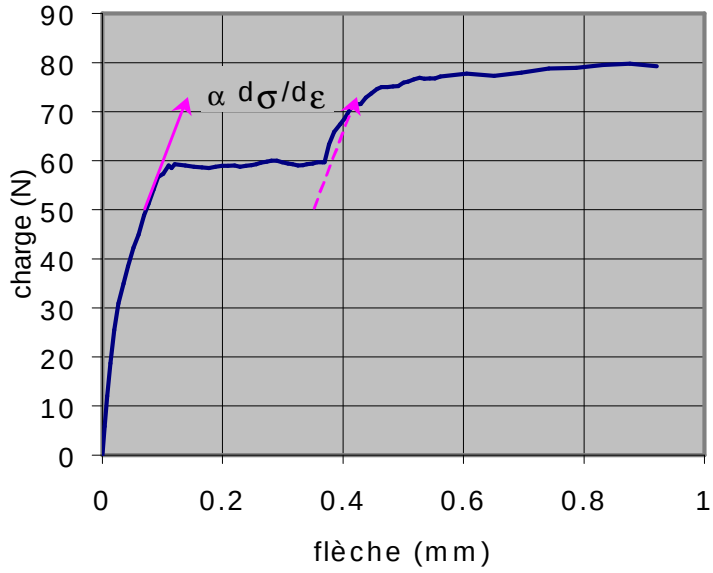


Figure 3-29 : Comportement (charge/flèche) du tungstène sous chargement "mixte" à 1500°C : essai à vitesse de déformation maximale imposée 10^{-4} /s, interrompue par une étape à charge imposée 60 N.

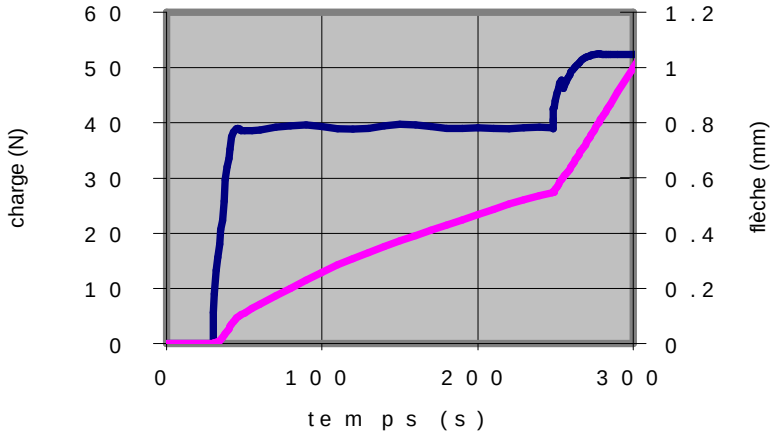


Figure 3-30 : Evolution de la charge et de la flèche durant l'essai "mixte" à 1800°C : essai à vitesse de déformation maximale imposée 10^{-4} /s, interrompue par une étape à charge imposée 40 N.

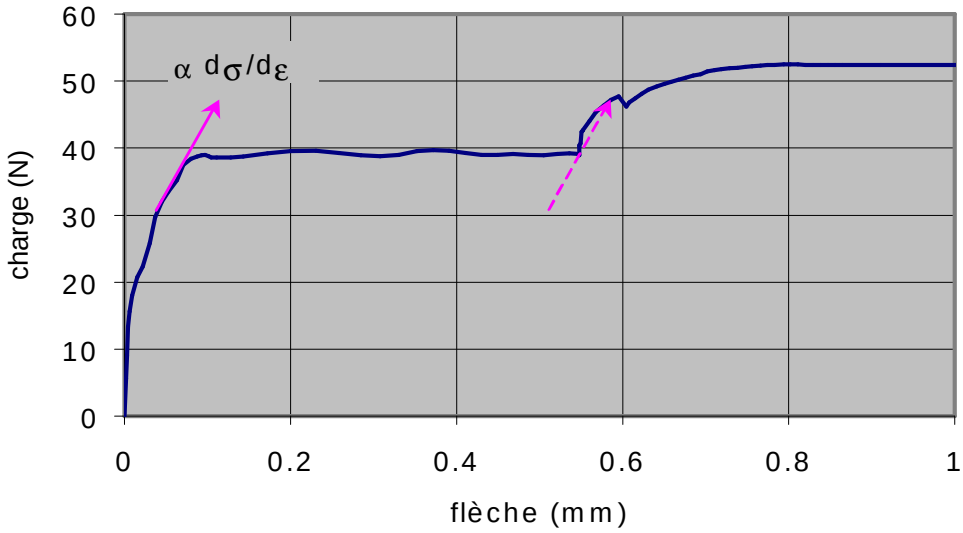


Figure 3-31 : Comportement (charge/flèche) du tungstène sous chargement "mixte" à 1800°C : essai à vitesse de déformation maximale imposée 10^{-4} /s, interrompue par une étape à charge imposée 40 N.

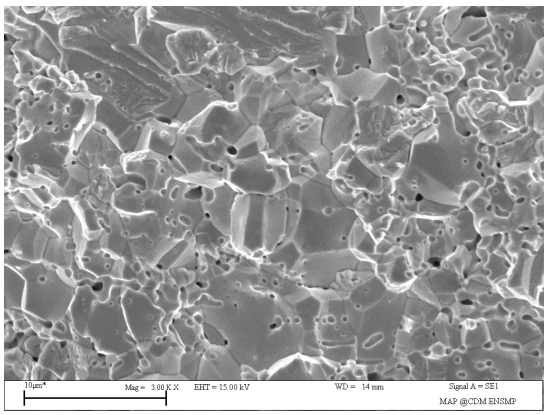
En résumé de cette campagne d'essai "mixte" , il ressort que les déformations en fluage et les déformations plastiques ne sont pas indépendantes mais au contraire qu'elles s'influencent mutuellement, et ce quelle que soit la température.

Au cours d'un protocole (§ 1.6), on peut considérer que la piste en tungstène est à une température moyenne de 1500°C pendant environ 7 à 8 secondes. L'enregistrement de l'essai mixte à cette température (Figure 3-28), nous fournit la déformation totale de l'éprouvette sous 60 N. Une fois la charge maintenue constante, seul le fluage est activé : le fléchissement alors observé (environ 15 µm en 7-8 secondes) est donc attribuable à la déformation viscoplastique. Cette analyse montre que la viscoplasticité peut représenter près de 20% de la déformation totale du tungstène de la piste.

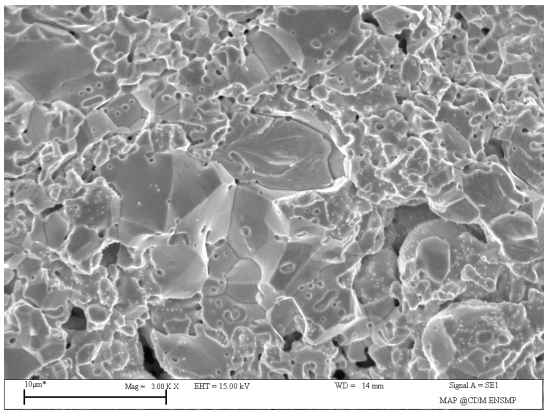
En résumé et conclusion, la déformation visqueuse semblant jouer un rôle non négligeable dans le comportement du tungstène durant le protocole, l'identification d'un modèle rhéologique intégrant plasticité et viscoplasticité apparaît a priori nécessaire pour simuler le comportement thermomécanique de l'anode lors du protocole.

3.8 COMPORTEMENT A RUPTURE DU TUNGSTENE LPPS

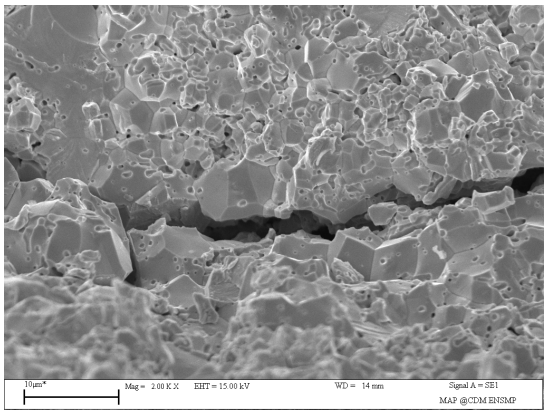
Nous avons observé, au microscope électronique à balayage en électrons secondaires, les faciès de rupture en flexion de nos barreaux de tungstène, testés de 20°C à 1200°C. Au-delà de cette température, la rupture ne se produit pas dans nos conditions d'essai (flèche maximale de 1,5 mm).
L'observation de la rupture à une échelle fine (x3500) permet d'identifier le mode de fissuration (Figure 3-32). Quelle que soit la température, de 20°C à 1200°C, le mode de rupture est principalement intergranulaire. La présence de zones minoritaires de clivage à 20°C et 400°C marque à cette échelle d'observation la transition fragile-ductile. La déformation inélastique qui apparaît dès 400°C, mise en évidence par la courbe de comportement en flexion (§ 3.5.2) se traduit à l'échelle de plusieurs grains par une microfissuration intergranulaire. Contrairement à Bechtold (J.H. Bechtold 1954), nous n'observons pas de transition nette dans le mode de rupture, d'intergranulaire à transgranulaire, avec la température. La disparition du clivage avec la température, que nous avons pu noter, a aussi été observée par Mutoh (Y. Mutoh 1995) (Figure 2-46). Cependant, le faciès de rupture ductile à cupules (microcavités) du tungstène de Mutoh à 1000°C et 1200°C, ne se retrouve pas sur notre tungstène.



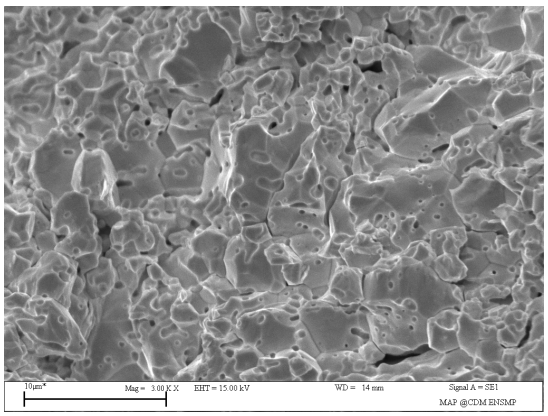
20°C, $\dot{\varepsilon}_{\max} = 10^{-4} / s$



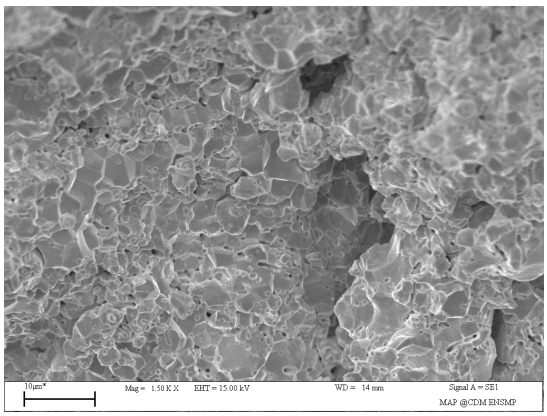
400°C, $\dot{\varepsilon}_{\max} = 10^{-4} / s$



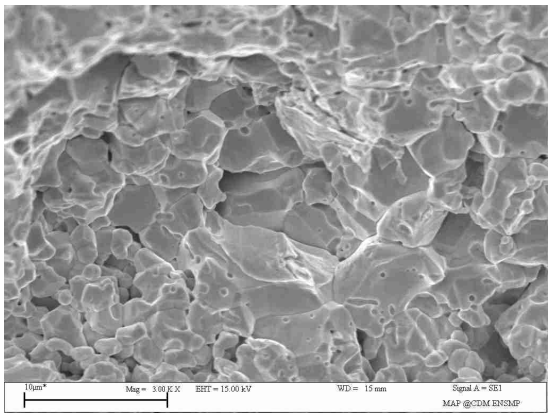
400°C, $\dot{\varepsilon}_{\max} = 10^{-4} / s$



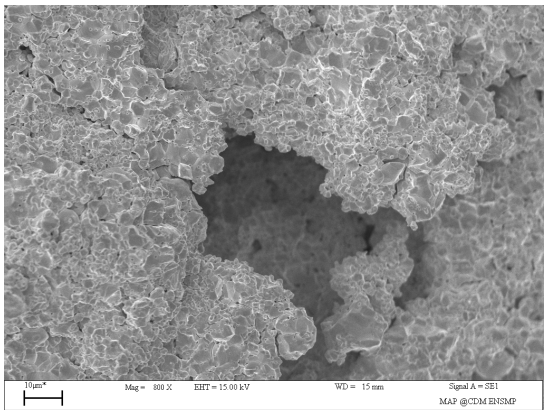
800°C, $\dot{\varepsilon}_{\max} = 10^{-4} / s$



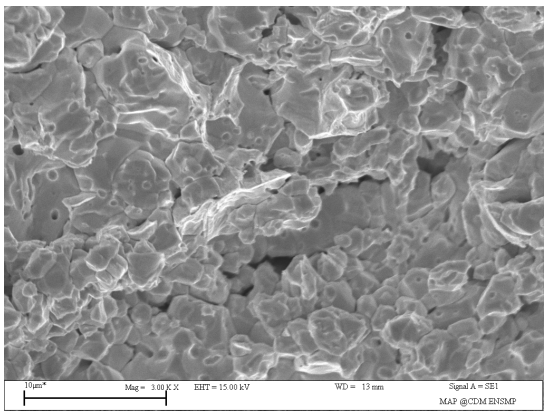
800°C, $\dot{\varepsilon}_{\max} = 10^{-4} / s$



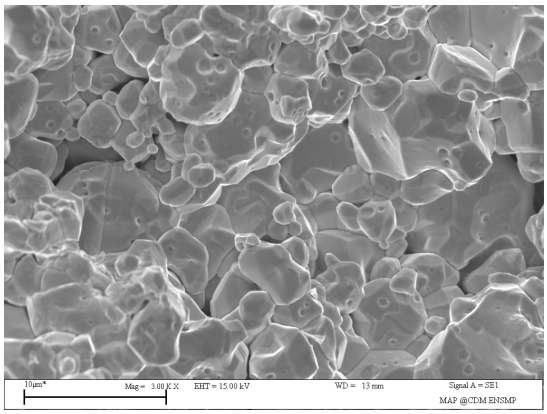
1000°C, $\dot{\varepsilon}_{\max} = 10^{-4} / s$



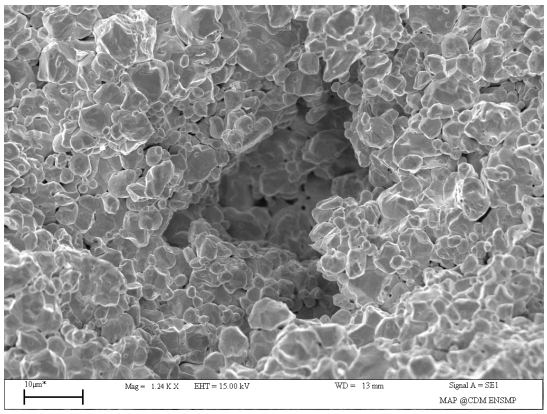
1000°C, $\dot{\varepsilon}_{\max} = 10^{-4} / s$



1000°C, $\dot{\varepsilon}_{\max} = 10^{-2}\,/\,s$



1200°C, $\dot{\varepsilon}_{\max} = 10^{-4}\,/\,s$



1200°C, $\dot{\varepsilon}_{\max} = 10^{-4}\,/\,s$

Figure 3-32: Faciès de rupture en flexion (environ 200 µm de la face en tension) de barreaux de tungstène LPPS: ***mode de rupture intergranulaire à toutes les températures. Zones minoritaires de clivage à 20°C et 400°C. Dès 400°C, microfissuration intergranulaire accompagnée dès 400°C de déchaussements marqués de grains.***

Les particularités associées au procédé de projection plasma peut sans doute expliquer la faible influence de la température sur le mode de rupture de notre tungstène. On peut facilement imaginer que le procédé LPPS conduise à une cohésion entre grains plus faible que celle rencontrée dans des tungstènes denses élaborés classiquement (AM ou PM). Par ailleurs, le procédé plasma, bien qu'opérant sous atmosphère inerte d'argon, pollue généralement plus (J.L. Taylor 1964) que les voies d'élaboration classiques (AM ou PM). La présence d'impuretés aux joints de grains pourrait contribuer à l'affaiblissement des joints de grains.

3.9 CONCLUSION

Ce chapitre a été l'occasion de présenter le dispositif mécanique de flexion à très haute température, employé pour la caractérisation du comportement mécanique du tungstène jusqu'à 1800°C. Nous avons montré que ce dispositif était adapté pour caractériser le comportement mécanique du tungstène en température. Cette installation particulière, en particulier sa ligne de charge en graphite, ne fournit toutefois pas des valeurs de déformation fiables dès lors que la charge varie de manière importante. En revanche, la partie inélastique de la déformation, essentielle à la détermination du comportement du matériau, est mesurée de manière satisfaisante.

Les campagnes d'essais menées sur le tungstène LPPS nous ont permis de cerner son comportement. Fragile à l'ambiante, il affiche des déformations irréversibles dès 400°C. Les courbes de comportement plastique ont révélé un durcissement en fonction de la déformation. Le tungstène présente un comportement mécanique sensible à la vitesse de déformation au-delà de 1200°C, température à partir de laquelle les déformations visqueuses peuvent devenir importantes. L'étude du comportement en fluage nous a fourni les cinétiques de déformation sous diverses contraintes, a clairement montré un fluage primaire et a également mis en évidence l'existence d'une contrainte interne de rappel. Nous avons pu, par l'intermédiaire d'un essai original, démontrer un couplage entre les déformations plastiques et les déformations en fluage.
L'ensemble de ces composantes du comportement du tungstène LPPS guidera notre démarche dans le choix de son modèle de comportement mécanique.

4 MODELISATION NUMERIQUE DE LA BASE D'ESSAIS MECANIQUES ET IDENTIFICATION D'UNE LOI DE COMPORTEMENT MECANIQUE.

Nous nous attacherons dans ce chapitre à présenter la phase d'identification de la loi de comportement mécanique du tungstène, puis à détailler le travail d'identification des paramètres réalisé à partir de la base d'essais mécaniques reportée au chapitre précédent.

4.1 DEMARCHE DU TRAVAIL

4.1.1 Problématique

Nous avons vu au chapitre précédent les attraits de la flexion pour caractériser le comportement du tungstène à haute température. Ce mode de sollicitation induit cependant des champs de contrainte et de déformation non uniformes dans l'éprouvette. Si en élasticité il est possible de les déterminer analytiquement (cf. § 3.2.2), lorsque la plasticité et/ou le fluage interviennent il n'existe pas d'expression analytique simple des variables locales (contraintes et déformations) permettant l'identification de la loi de comportement.
Inversement, la connaissance de la loi de comportement du matériau sollicité en flexion permet d'aboutir à celle du champ de contrainte dans le barreau de flexion par calcul aux éléments finis. La simulation numérique permet en effet, au travers de la loi de comportement mécanique, de traduire les grandeurs macroscopiques mesurées, que sont la charge et la flèche, en variables locales au sein du matériau, que sont la contrainte et déformation.
Disposant de nombreux essais exprimant la réponse d'éprouvettes de flexion sous des sollicitations variées, il va s'agir pour nous d'identifier la loi de comportement du tungstène capable de reproduire, par simulation numérique aux éléments finis, le comportement réel de la structure que constitue l'éprouvette de flexion.
Le travail se présente donc comme un problème d'identification inverse.

4.1.2 Code de calcul utilisé

Nous avons orienté notre choix vers Zébulon car les possibilités offertes en termes de modélisation de comportement sont plus riches que celles d'ABAQUS (code choisi pour la simulation thermique, cf. chapitre 5). Ce choix était dans notre cas nécessaire, afin de prendre en compte les différentes composantes du comportement du tungstène révélées au chapitres 3. En effet, ABAQUS (ABAQUS/User's_Manual 1997) ne propose, en version de base, que deux lois simples de fluage stationnaire (vitesse de fluage constante), non adaptées à notre cas.

Un modèle plus élaboré, développé par l'O.R.N.L. (Oak Ridge National Laboratory), et implémenté dans ABAQUS, permet de modéliser l'écrouissage (ABAQUS/Theory_Manual 1997). Il s'agit d'un écrouissage de type isotrope linéaire, avec un seuil d'écoulement fixé à 30% de la limite d'élasticité, qui n'est pas adapté à la description du comportement de notre tungstène qui se caractérise par un écrouissage cinématique et un seuil nul. De plus ce modèle est incapable de prendre en compte un couplage entre la déformation plastique et la déformation viscoplastique.

Enfin, comme nous le décrirons ci-dessous, Zébulon intègre un module d'optimisation des paramètres de la loi de comportement couplé au calcul par éléments finis, indispensable à une identification précise de la loi de comportement par méthode inverse.

4.1.3 Méthode d'identification

La Figure 4-1 schématise la démarche employée pour l'identification de la loi de comportement du tungstène. Il s'agit en tout premier lieu d'adopter un modèle (i.e. des équations constitutives) de loi de comportement. Les comportements révélés au cours du travail de caractérisation mécanique vont nous orienter dans le choix de cette loi et de ses variables. Ensuite, il est nécessaire d'identifier les valeurs numériques des paramètres du modèle. Ceci est réalisé par une méthode inverse, en comparant les prévisions de flèche réalisées par un calcul par éléments finis utilisant cette loi de comportement à celle observée expérimentalement pour le même chargement. Un optimiseur permet de calculer les paramètres donnant un écart minimum entre modèle et expérience. Les données utilisées pour cette optimisation sont la flèche et la charge en fonction du temps pour les essais de fluage, et la charge en fonction de la flèche imposée pour les essais à vitesse de déformation constante. La détermination du premier jeu de paramètres du modèle par l'expérimentateur est guidée par les diverses courbes expérimentales de comportement. La méthode d'optimisation automatique employée repose sur l'algorithme de Levenberg-Marquardt. C'est une méthode du second ordre, où la matrice hessienne est calculée pendant la recherche de l'optimum.

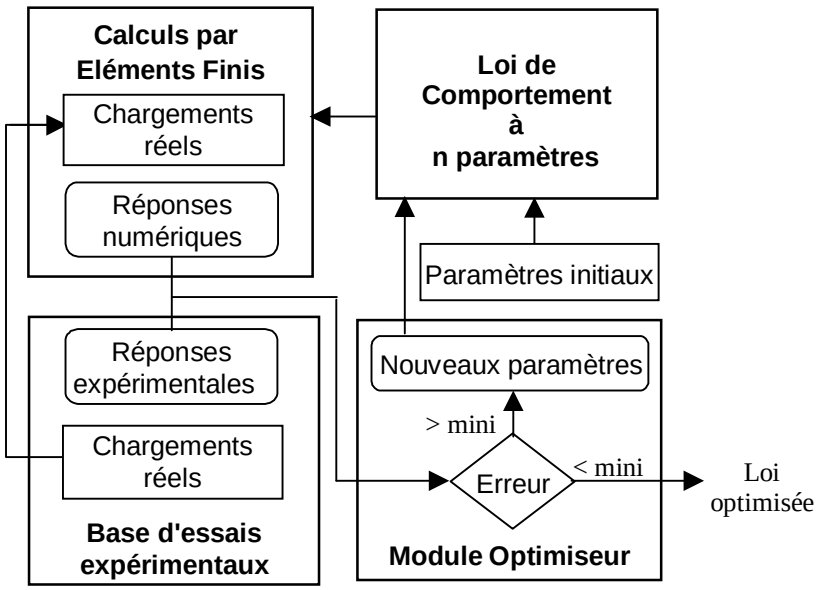


Figure 4-1 : Algorithme d'identification de la loi de comportement du tungstène.

4.2 DEVELOPPEMENT DE LA LOI DE COMPORTEMENT DU TUNGSTENE.

4.2.1 Support théorique des lois phénoménologiques de comportement

Notre modélisation phénoménologique du comportement mécanique du tungstène s'inscrit dans le cadre de l'approche thermodynamique des milieux continus, développée par J.L.Chaboche (Chaboche 1978). La formulation de cette théorie, qui ne sera pas détaillée ici, pourra être trouvée dans différents ouvrages (Chaboche 1978; J. Lemaitre 1985). Nous nous contenterons ici de présenter succinctement les principales lignes de cette approche.

L'état mécanique du matériau est décrit par des variables thermodynamiques qui définissent un potentiel thermodynamique, lequel vérifie les deux principes fondamentaux de la thermodynamique (conservation de l'énergie, vitesse de production d'entropie interne positive). La partition classique de la déformation totale en une partie élastique et une partie inélastique permet de définir un potentiel élastique et un potentiel inélastique. Le terme inélastique est rattaché à des variables internes, appelées aussi variables d'écrouissage, dont les évolutions vont piloter la déformation inélastique. Les contraintes internes du matériau sont définies comme les dérivées du potentiel inélastique par rapport à ces variables internes.

4.2.2 Le modèle à double déformation inélastique

La partition classique de la déformation totale de matériaux affichant du fluage en une déformation élastique et une déformation inélastique aboutit à définir une classe de modèles dit unifiés (modèle de Chaboche (Chaboche 1978)). Un modèle unifié ne fait pas de distinction entre les déformations dites plastiques (fonction de la contrainte mais indépendantes du temps) et les déformations dites viscoplastiques (qui croissent sous contrainte constante en fonction du temps). Un potentiel unique définit la déformation inélastique, et l'ensemble de la réponse du matériau est traitée à l'aide d'un modèle de viscoplasticité.
Ce type de modèle s'est toutefois avéré incapable de décrire de manière satisfaisante l'ensemble de nos résultats. En particulier, obtenir à la fois un bon ajustement des essais réalisés à vitesse lente et de ceux à vitesse rapide s'est révélé impossible. Nous avons donc envisagé un modèle plus évolué à double déformation inélastique (d.d.i.) (Mandel 1971) (C.E. Pugh 1978) (Contesti 1988). Ce modèle repose sur le principe d'une partition du potentiel inélastique Ω en deux termes, un potentiel plastique Ω_p et un potentiel viscoplastique Ω_v. Il considère implicitement qu'il existe deux mécanismes de déformation bien distincts opérant dans le matériau. Ces modèles à double déformation permettent de bien traiter les matériaux présentant une capacité d'écrouissage importante et un fluage significatif (D. François 1995). Saï (Saï 1993) indique que ce type de modèle est aussi adapté aux matériaux dont les mécanismes interviennent pour des niveaux de contraintes sensiblement différents. Outre le fait de s'adapter particulièrement à la description du comportement mécanique de notre tungstène, ce modèle offre généralement l'avantage appréciable d'une identification séparée de chacun des potentiels, ici Ω_p et Ω_v.
Ainsi, en termes de potentiel et de déformation, on peut écrire :

$$\Omega = \Omega_{el} + \Omega_{in}$$
$$\Omega = \Omega_{el} + \Omega_{p} + \Omega_{v}$$
$$\varepsilon = \varepsilon_{el} + \varepsilon_{p} + \varepsilon_{v}$$

Les équations suivantes définissent, pour chaque potentiel, les règles d'écoulement, les variables internes d'écrouissage et les lois d'évolution de chaque déformation :

$$\Omega_{el} \left| \underline{\varepsilon}_{el} = S\underline{\sigma} \right.$$

$$\Omega_p \left| \begin{array}{l} f_p = J(\underline{\sigma} - \underline{X}_p - \underline{X}_{lp}) - R_{op} \\ \underline{X}_p = C_p.\underline{\alpha}_p + C_{vp}.\underline{\alpha}_v \\ \underline{X}_{lp} = C_{lp}.\underline{\alpha}_{lp} \\ \underline{\dot{\alpha}}_p = \dot{\underline{\varepsilon}}_p - \left(\frac{3D_p}{2C_p}\right)\underline{X}_p \dot{p} \\ \underline{\dot{\alpha}}_{lp} = \dot{\underline{\varepsilon}}_p - \left(\frac{3}{2C_p}\right)\underline{X}_{lp} \dot{p} \\ \dot{\underline{\varepsilon}}_p = \dot{p}\underline{n}_p = \dfrac{(\dot{\underline{\sigma}} - C_v\dot{\underline{\alpha}}_v) : \underline{n}_p}{C_{lp} + C_p - D_p\underline{X}_p : \underline{n}_p} \end{array} \right.$$

$$\Omega_v \left| \begin{array}{l} f_v = J(\underline{\sigma} - \underline{X}_v) - R_{ov} \\ \underline{X}_v = C_v.\underline{\alpha}_v + C_{vp}.\underline{\alpha}_p \\ \underline{\dot{\alpha}}_v = \dot{\underline{\varepsilon}}_v - \left(\frac{3D_v}{2C_v}\right)\underline{X}_v \dot{\upsilon} - \frac{1}{C_v}\left(\frac{|\underline{X}_v|}{M}\right)^m \\ \dot{\underline{\varepsilon}}_v = \dot{\upsilon}\underline{n}_v = \left(\frac{\langle f_v \rangle}{K}\right)^n \underline{n}_v \end{array} \right.$$

Les fonctions seuil d'écoulement, plastique f_p et viscoplastique f_v, sont définies selon le critère de von Mises, à partir des contraintes internes, plastiques $\underline{X}_p$ et $\underline{X}_{lp}$, et viscoplastique $\underline{X}_v$. J est le second invariant du déviateur des contraintes. Les variables d'écrouissage $\underline{\alpha}$ sont homogènes à des déformations. R_{op} et R_{ov} représentent respectivement le seuil d'écoulement en plasticité et le seuil d'écoulement en viscoplasticité. p et υ sont respectivement la déformation plastique cumulée et la déformation viscoplastique cumulée, $\underline{n}_p$ et $\underline{n}_v$ étant les directions des écoulements plastique et viscoplastique dans l'espace des contraintes.
Il faut noter qu'une interaction, révélée par nos essais mixtes (cf. § 3.2), existe entre la déformation plastique et la déformation viscoplastique. Divers auteurs ont traduit ce couplage (D. Marquis 1987) (Contesti 1988). Nous avons retenu la description de Contesti, qui présente une interaction mutuelle entre l'écrouissage cinématique plastique et l'écrouissage cinématique viscoplastique:

$$\begin{pmatrix} \underline{X}_p \\ \underline{X}_v \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_p & C_{vp} \\ C_{vp} & C_v \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \underline{\alpha}_p \\ \underline{\alpha}_v \end{pmatrix}$$

Nous allons maintenant justifier le choix des variables. Afin de reproduire les réponses expérimentales à un chargement monotone à vitesse de déformation imposée, deux variables d'écrouissage (l'une linéaire et l'autre non) suffisent à décrire le potentiel plastique. Nous avons choisi des écrouissages cinématiques par nécessité d'introduire le couplage entre les deux potentiels. En effet, le code de calcul par éléments finis Zébulon, employé pour identifier le comportement du tungstène, traduit le couplage entre plasticité et viscoplasticité par l'intermédiaire de variables cinématiques. La variable interne cinématique non linéaire caractérisant l'écrouissage par fluage permet de rendre compte de la recouvrance de la déformation observée après des déchargements en cours de fluage. La restauration du matériau a été rendue par un terme d'évanescence de l'écrouissage selon une loi puissance (définie par deux coefficients m, M) de la contrainte cinématique $\underline{X}_v$. Ce terme de restauration statique dans la loi d'évolution de la variable interne viscoplastique a permis de mieux modéliser les réponses en fluage, particulièrement aux hautes températures. On peut d'ailleurs aisément imaginer, dans ces conditions, une restauration par mouvements de dislocations. La déformation viscoplastique suit une loi de type Norton, la dépendance à la contrainte appliquée se traduisant par une fonction puissance d'exposant n.
Le modèle à double déformation inélastique retenu compte finalement 12 paramètres, dont 2 paramètres pour la déformation élastique qui sont le module d'élasticité E et le coefficient de Poisson ν définissant la matrice de souplesse **S**, 4 paramètres pour la déformation plastique (C_p, D_p, C_{lp} et R_{op}), 5 paramètres pour la déformation viscoplastique (C_v, D_v, R_{ov}, K et n), et enfin un terme de couplage C_{vp}. Le seuil d'écoulement en fluage est choisi nul : on considère donc que le tungstène peut fluer même sous des contraintes très faibles. Rappelons que le module d'élasticité et le coefficient de Poisson du tungstène n'ont pu être déterminés expérimentalement en fonction de la température. Pour la modélisation, nous avons donc fixé ces paramètres comme défini dans le § 3.4.2. Finalement, l'identification a donc porté sur les 9 paramètres suivants : C_p, D_p, C_{lp}, R_{op}, C_v, D_v, K , n, C_{vp}.

4.3 IDENTIFICATION DE LA LOI DE COMPORTEMENT

4.3.1 Démarche de travail : identification modulaire des potentiels.

Comme il a été indiqué précédemment, la classe de modèles d.d.i. offre la possibilité d'obtenir une première approximation des coefficients numériques par une identification séparée des deux potentiels constitutifs. Dans notre cas, la réponse expérimentale du tungstène à une vitesse de déformation imposée rapide (10^{-2} s^{-1}) sert de support à la recherche du potentiel plastique, en négligeant la composante viscoplastique ($\Omega = \Omega_{el} + \Omega'_p + 0$). La seconde étape consiste à évaluer les paramètres du potentiel viscoplastique, en négligeant la plasticité ($\Omega = \Omega_{el} + 0 + \Omega'_v$) pour reproduire le comportement en fluage observé sous contrainte constante. La troisième étape est d' assembler les deux potentiels identifiés indépendamment pour définir une loi d.d.i. ($\Omega = \Omega_{el} + \Omega'_p + \Omega'_v$). Cette loi sert de base de départ pour une optimisation automatique globale des valeurs des coefficients sur l'ensemble des essais à vitesse de déformation imposée rapide et de fluage.

La loi d.d.i. ainsi paramétrée doit ensuite être validée en vérifiant son aptitude à décrire d'autres types de sollicitation. Cette validation est réalisée en comparant expérience et simulation des essais sous vitesse de déformation imposée lente (10^{-4} s^{-1}) et sous des sollicitations "mixtes" (essais à vitesse de déformation imposée lente entrecoupés d' une étape sous charge imposée).

4.3.2 Simulation de nos essais par calcul aux éléments finis

Le logiciel Zébulon a été employé pour effectuer le maillage de l' éprouvette et le calcul de simulation par la méthode des éléments finis.

Notre barreau de flexion est simulé par un maillage 2D sollicité en contraintes planes (Figure 4-2). Les éléments sont des quadrangles à huit nœuds. Du fait de la symétrie de l' éprouvette, seule une moitié est maillée. Le maillage est raffiné près de l' axe de symétrie car, dans la partie centrale de l' éprouvette, les gradients de contrainte et les contraintes sont les plus élevés.

La condition de symétrie impose aux nœuds de l' axe de symétrie un déplacement horizontal nul. Le blocage vertical du nœud situé à 12 mm de l' axe sur la face inférieure de l' éprouvette maillée figure un appui externe du montage trois points.

Pour les essais à charge imposée, on répartit celle-ci sur les arêtes libres des trois éléments proches de l' axe, simulant ainsi l' appui. Le fait de répartir la charge sur plusieurs nœuds évite l'apparition de contraintes de contact excessives n' ayant aucun sens physique. La flèche de l'éprouvette est considérée comme étant le déplacement vertical du nœud inférieur situé sur l' axe.

Pour les essais à vitesse de fléchissement constante, on impose la vitesse de déplacement des nœuds des trois éléments supérieurs proches de l' axe et on calcule la charge résultante.

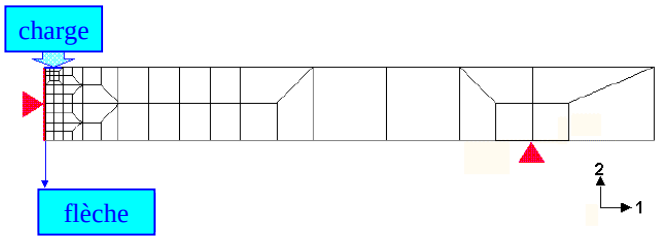


Figure 4-2 : Maillage et conditions limites de l'éprouvette de flexion 3 points de tungstène.

Ce maillage a été validé en vérifiant qu'un raffinement supplémentaire n'avait pas d'incidence significative sur les résultats de calcul.

Les deux maillages étudiés sont représentés sur la Figure 4-3 et la Figure 4-4.

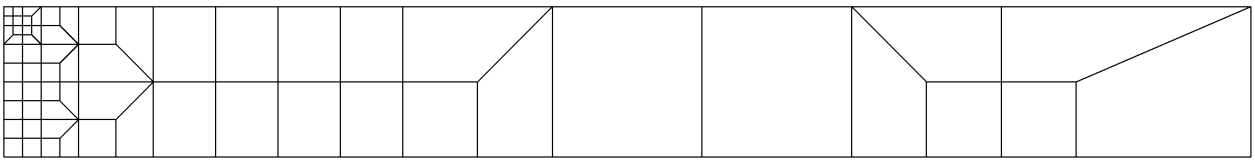


Figure 4-3 : Maillage de l'étude (62 éléments quadrangles à huit nœuds, 231 nœuds).

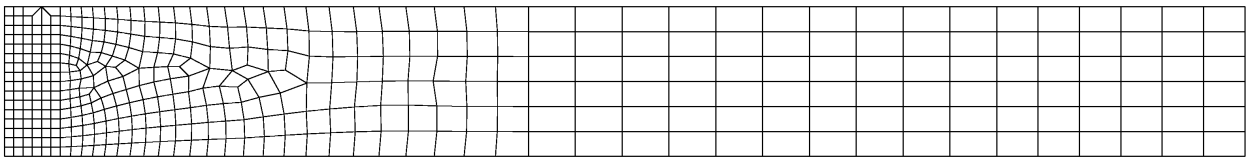


Figure 4-4 : Maillage fin de validation (409 éléments quadrangles à huit nœuds, 1340 nœuds).

Les calculs ont été menés sur les essais réalisés à 1800°C. Les essais simulés sont au nombre de quatre :
Un essai à vitesse de déformation imposée rapide (10^{-2} s^{-1}),
Un dip-test (essai de fluage avec séquences de déchargements-rechargements),
Un essai à vitesse de déformation imposée lente (10^{-4} s^{-1}),
Un essai mixte (essai à vitesse de déformation imposée lente interrompu par une séquence sous charge constante).

Nous reportons les résultats de ces 4 simulations sur les figures suivantes. Les intitulés de légende "maillage_eco" et "maillage_fin" font respectivement référence au maillage le moins fin (économe en temps de calcul) et au maillage très fin de validation.

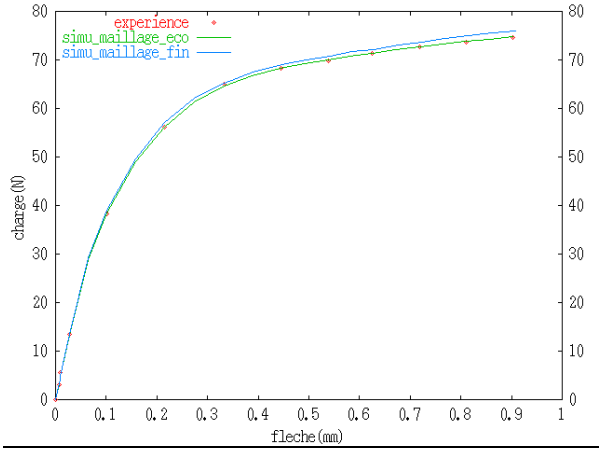


Figure 4-5 : Comportements simulés et expérimental lors d'un essai à vitesse de déformation rapide (10^{-2} s^{-1}).

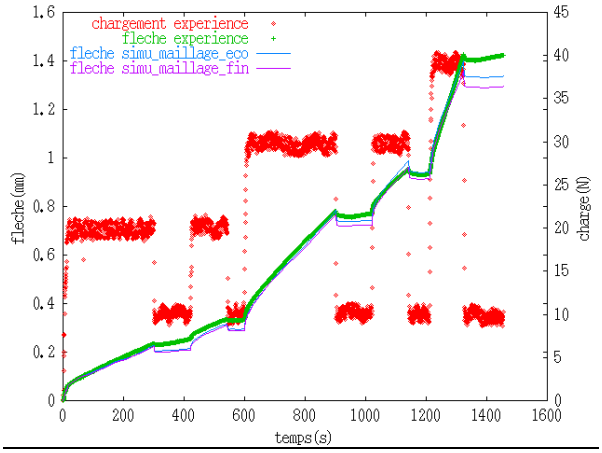


Figure 4-6 : Comportements simulés et expérimental lors d'un dip-test.

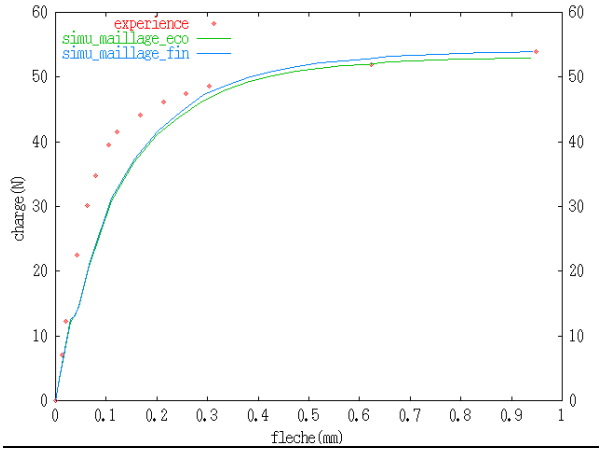


Figure 4-7 : Comportements simulés et expérimental lors d'un essai à vitesse de déformation lente (10^{-4} s^{-1}).

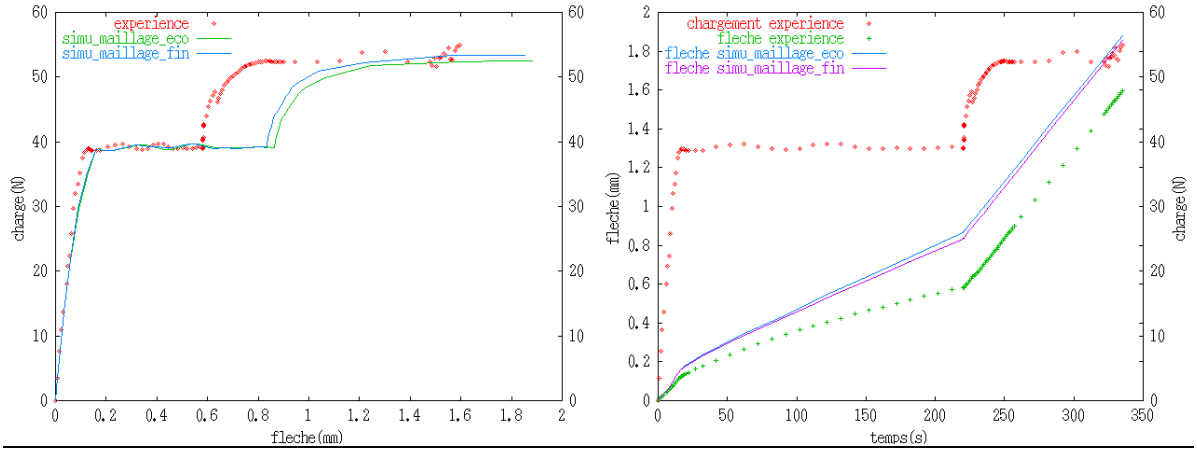


Figure 4-8 : Comportements simulés et expérimental lors d'un essai mixte.

Les écarts entre les résultats fournis par chacun des maillages restent très limités.
Compte tenu du facteur 6 existant entre les temps de calcul associés au deux maillages, le maillage le plus économique en temps calcul a été retenu.

Nous avons vu au chapitre 1 que, dès lors que la charge varie, le déplacement enregistré expérimentalement n'est pas uniquement attribuable à la flèche de l'éprouvette. Si cette remarque n'a aucune influence pour les essais lors desquels la charge reste à peu près constante (fluage notamment), il n'en est pas de même pour les séquences de déchargement-rechargement réalisées au cours des essais de fluage, ni pour certains essais à vitesse de déformation constante. Les séquences de variation de charge lors de dip-tests n'ont donc pas été interprétées. Par contre, pour les essais à vitesse de déformation constante, la prise en compte de ce phénomène était nécessaire.

Le but de notre identification n'étant en aucun cas d'identifier les paramètres d'élasticité du tungstène, nous avons donc choisi de définir un module d'élasticité "apparent", plus faible que le module réel, permettant de rendre compte des déformations parasites supplémentaires enregistrées expérimentalement. Si, comme nous l'avons noté dans le chapitre 1, ces dernières ne sont en toute rigueur pas linéaires, l'erreur commise en procédant ainsi reste limitée. En effet, la majeure partie des réponses obtenues lors d'essais à vitesse de fléchissement constante se caractérise par un plateau de charge, où celle-ci peut être considérée comme pratiquement constante. Ce sont donc les déformations inélastiques qui sont, dans ce cas, largement prédominantes, et une faible erreur sur la composante élastique n'a alors que très peu d'influence sur le résultat de l'identification.

4.3.3 Résultats de l'identification des paramètres

Nous reportons dans le Tableau 4.1 les valeurs des paramètres de la loi de comportement du tungstène issues de l'optimisation, pour chacune des températures d'essai.

Ayant constaté expérimentalement que le fluage pouvait être négligé en dessous de 1000°C, les coefficients de la loi de fluage ont, dans ces conditions, été choisis pour rendre le fluage inopérant.

La valeur C_{vp} de couplage entre la déformation plastique et la déformation viscoplastique a été choisie constante en fonction de la température car son évolution en température ne pouvait pas être gérée par le code de calcul Zébulon. Une complication de la loi de comportement à ce niveau n'était vraisemblablement ni souhaitable, ni nécessaire. La valeur "moyenne" retenue permet d'ailleurs un bon rendu du couplage observé à toutes les températures. On peut noter un changement de comportement viscoplastique autour de 1500°C puisque notamment l'exposant *n* remonte autour de cette température.

	Elasticité			Potentiel plastique				Potentiel viscoplastique						*Couplage*
T(°C)	$\alpha(10^{-6})$	*E(GPa)*	*ν*	R_{op}	C_p	D_p	C_{lp}	*K*	*n*	C_v	D_v	*M*	*m*	C_{vp}
20	4.36	293	0.282	800	0	1	0	999	999	0	1	999	999	5.10^3
400		281	0.286	250	400000	1400	300	999	999	0	1	999	999	5.10^3
800		267	0.292	180	204000	750	1300	999	999	0	1	999	999	5.10^3
1000	4.67	259	0.296	170	197000	1100	1300	$1,72.10^3$	2	$5,714.10^5$	3289	$7,1.10^{14}$	1	5.10^3
1200		251	0.300	160	308000	2000	1800	$2,81.10^7$	1	$3,055.10^5$	2324	1.10^{10}	1	5.10^3
1500		238	0.313	60	$1,55.10^5$	1000	700	920	4,25	$5,20.10^3$	40	$1,5.10^6$	1,32	5.10^3
1800	5.25	224	0.320	50	$5,33.10^4$	800	600	4200	2	$6,43.10^4$	1600	$5,33.10^4$	1	5.10^3

Tableau 4.1 : Valeurs des paramètres de la loi de comportement d.d.i. du tungstène.

Nous allons maintenant passer en revue les résultats de la simulation numérique des essais pour chaque température. La confrontation des comportements simulés aux comportements expérimentaux nous permettra quelques analyses critiques du modèle développé.

Dans un premier temps nous regarderons les essais ayant servi à l'identification des paramètres, ceux du potentiel plastique puis ceux du potentiel viscoplastique. Puis nous passerons aux essais utilisés pour la validation du modèle.

Identification :
Intéressons-nous aux essais à vitesse de déformation constante et rapide utilisés pour l'identification de la composante plastique de la déformation. Dans les figures suivantes (Figure 4-9, Figure 4-10, Figure 4-11, Figure 4-12, Figure 4-13 et Figure 4-14), le comportement simulé et le comportement expérimental de 400°C à 1800°C sont superposés : la description par le modèle est très satisfaisante, quelle que soit la température.

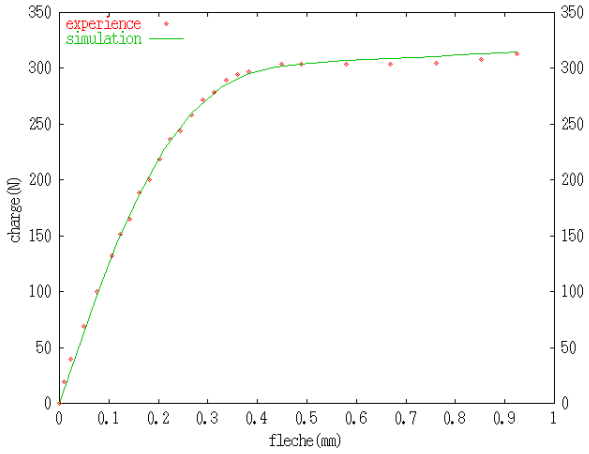


Figure 4-9 : Comportements simulé et expérimental à vitesse de déformation rapide (10^{-2} s^{-1}) à 400°C.

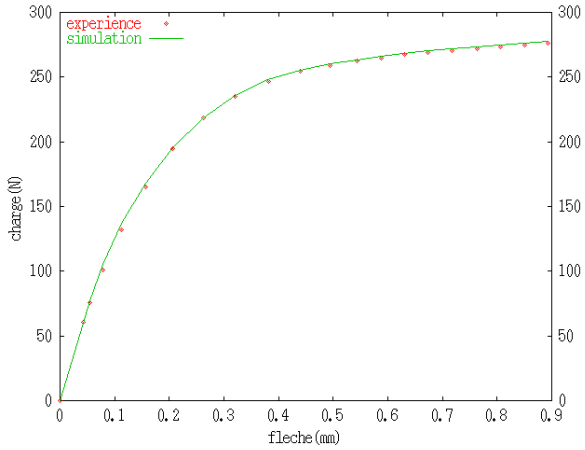


Figure 4-10 : Comportements simulé et expérimental à vitesse de déformation rapide (10^{-2} s^{-1}) à 800°C.

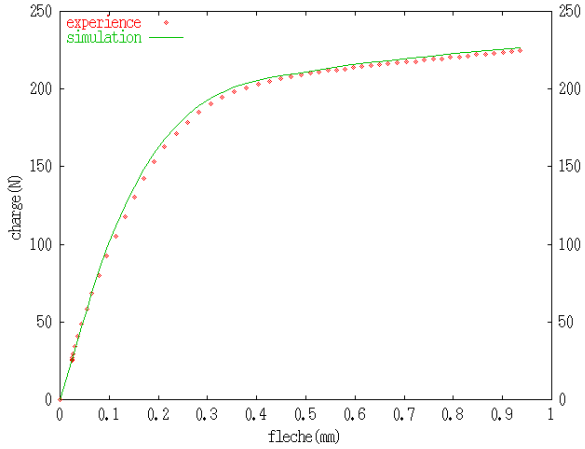


Figure 4-11 : Comportements simulé et expérimental à vitesse de déformation rapide (10^{-2} s^{-1}) à 1000°C.

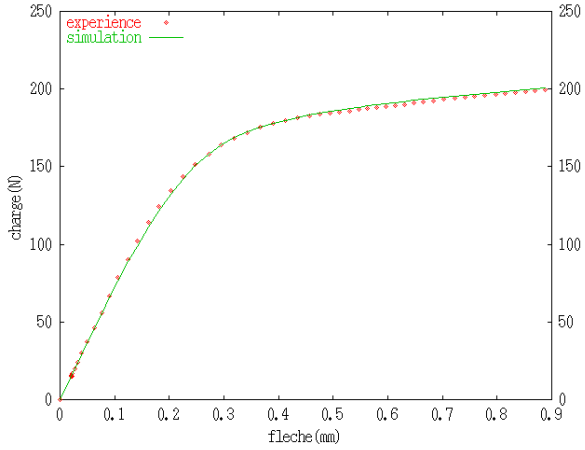


Figure 4-12 : Comportements simulé et expérimental à vitesse de déformation rapide (10^{-2} s^{-1}) à 1200°C.

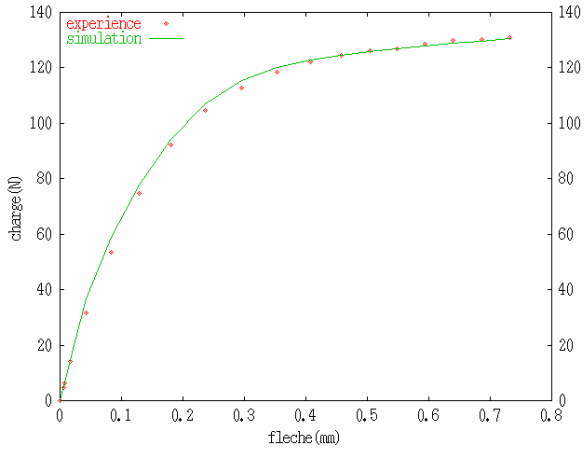


Figure 4-13 : Comportements simulé et expérimental à vitesse de déformation rapide (10^{-2} s^{-1}) à 1500°C.

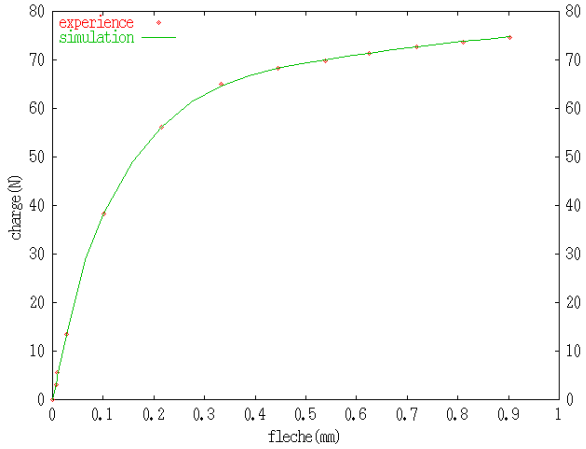


Figure 4-14 : Comportements simulé et expérimental à vitesse de déformation rapide (10^{-2} s^{-1}) à 1800°C.

L'identification de la composante viscoplastique de la déformation du tungstène repose sur les essais de fluage avec des séquences de chargement et déchargement. Les chargements de ces dip-tests de 1000°C à 1800°C sont reportés en rouge sur les figures suivantes (Figure 4-15, Figure 4-16, Figure 4-17 et Figure 4-18). L'accord entre modèle et expérience est tout à fait convenable pour toutes les températures. En particulier, il est important de noter que la recouvrance de la déformation est correctement décrite par le modèle, un léger désaccord semblant toutefois apparaître à 1800°C. Rappelons enfin que la flèche lors des sauts de déchargement et de rechargement n' est bien simulée que grâce à l'emploi d'un module apparent.

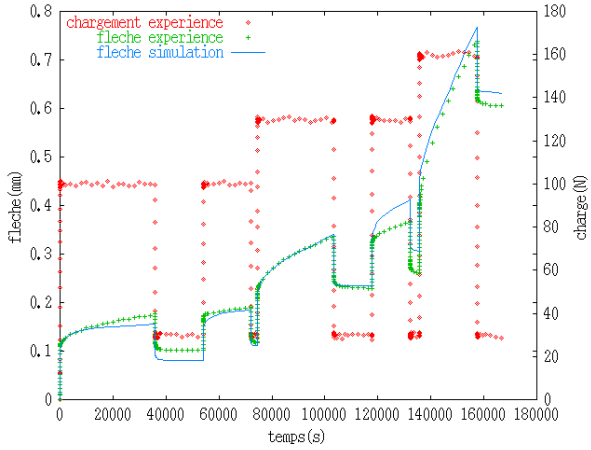


Figure 4-15 : Comportements simulé et expérimental lors d'un dip-test à 1000°C.

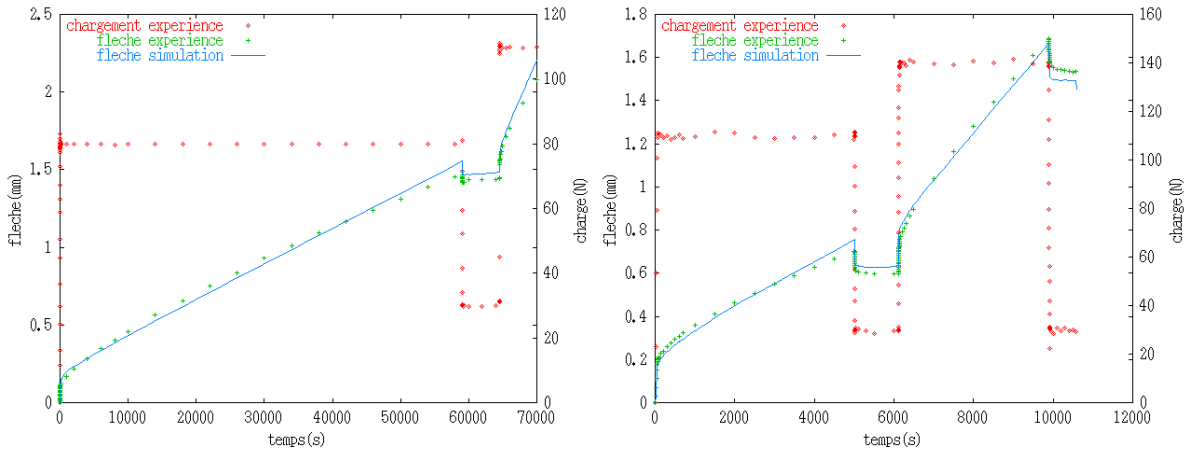


Figure 4-16 : Comportements simulé et expérimental lors d'un dip-test à 1200°C.

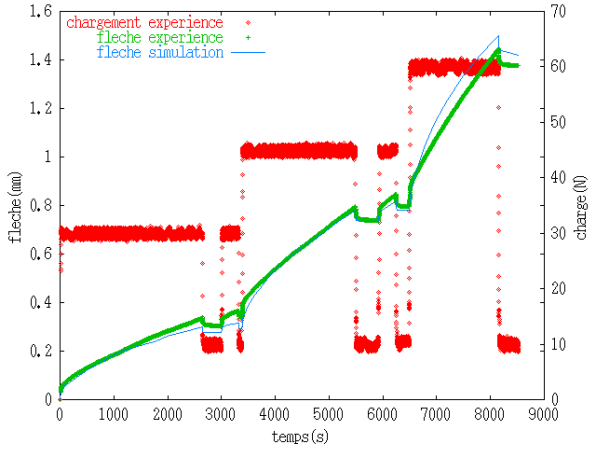


Figure 4-17 : Comportements simulé et expérimental lors d'un dip-test à 1500°C.

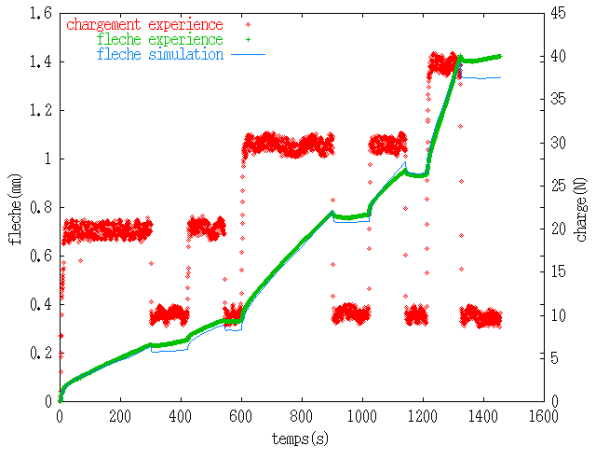


Figure 4-18 : Comportements simulé et expérimental lors d'un dip-test à 1800°C.

Validation :
La validation porte sur la gamme de température de 1000°C à 1800°C. A 800°C, il n'y a pas d'effet de la vitesse de déformation; le matériau obéit donc au potentiel plastique indépendant du temps.

Elle est effectuée sur les deux composantes inélastiques de notre modèle.

Le premier type d'essai faisant office de support à notre validation est celui à vitesse de déformation constante lente. Rappelons que sous faible vitesse de déformation imposée, des déformations viscoplastiques interviennent : l'effet de la vitesse a été révélé au chapitre 3.

Les premières figures (Figure 4-19, Figure 4-20, Figure 4-21 et Figure 4-22) illustrent clairement la proximité des réponses simulées et expérimentales, de 1000°C à 1800°C.
Les figures suivantes (Figure 4-23, Figure 4-24, Figure 4-25 et Figure 4-26) nous permettent de visualiser la décomposition de la déformation inélastique totale en ses deux composantes, l'une plastique et l'autre viscoplastique, de 1000°C à 1800°C. A ces températures, les deux composantes sont activées, démontrant ainsi la pertinence de ce type d'essai pour la validation de la loi de comportement identifiée.
La description correcte des réponses du tungstène à ce type d'essai démontre la validité de la loi d.d.i. que nous avons identifiée aux différentes températures.

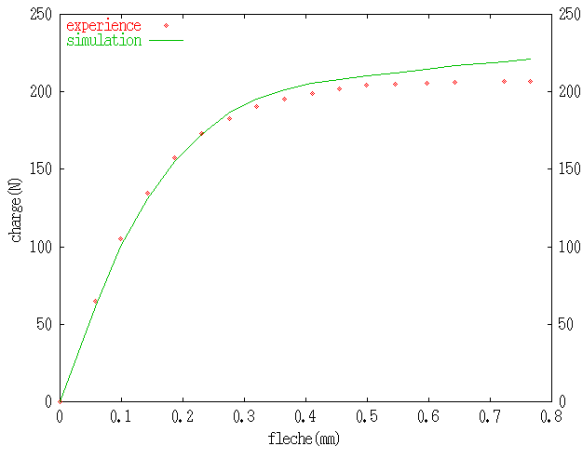


Figure 4-19 : Comportements simulé et expérimental à vitesse de déformation lente (10^{-4} s^{-1}) à 1000°C.

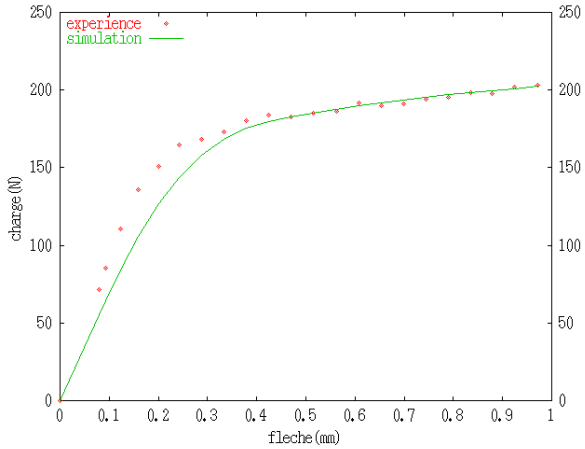


Figure 4-20 : Comportements simulé et expérimental à vitesse de déformation lente (10^{-4} s^{-1}) à 1200°C.

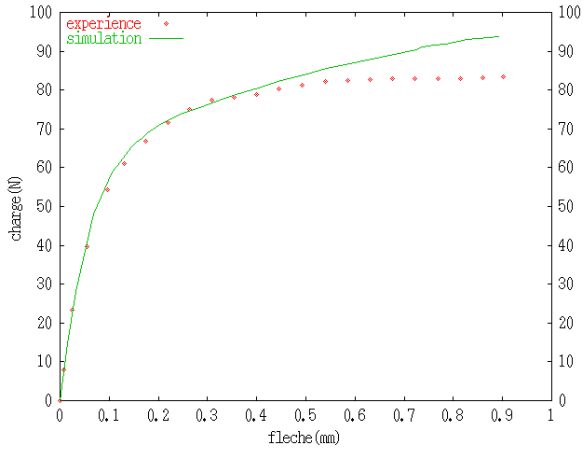


Figure 4-21 : Comportements simulé et expérimental à vitesse de déformation lente (10^{-4} s^{-1}) à 1500°C.

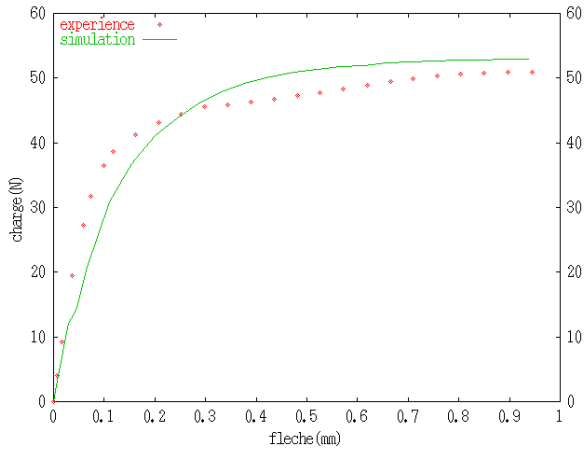


Figure 4-22 : Comportements simulé et expérimental à vitesse de déformation lente (10^{-4} s^{-1}) à 1800°C.

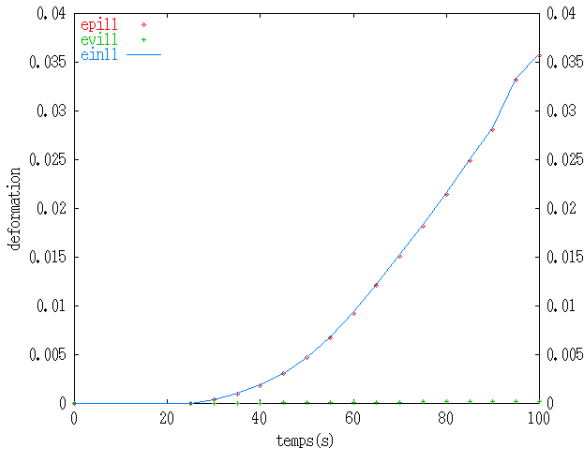


Figure 4-23 : Déformations inélastique totale (ein11), plastique (epi11) et viscoplastique (evi11) simulées lors de l'essai à vitesse de déformation lente (10^{-4} s^{-1}) à 1000°C ; 11 indiquant le sens long du barreau.

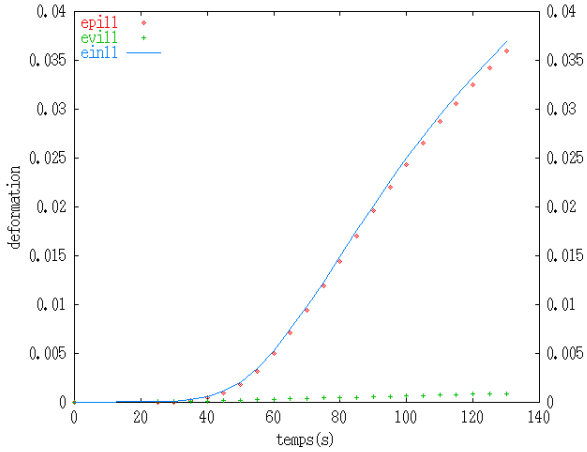


Figure 4-24 : Déformations inélastique totale (ein11), plastique (epi11) et viscoplastique (evi11) simulées lors de l'essai à vitesse de déformation lente (10^{-4} s^{-1}) à 1200°C ; 11 indiquant le sens long du barreau.

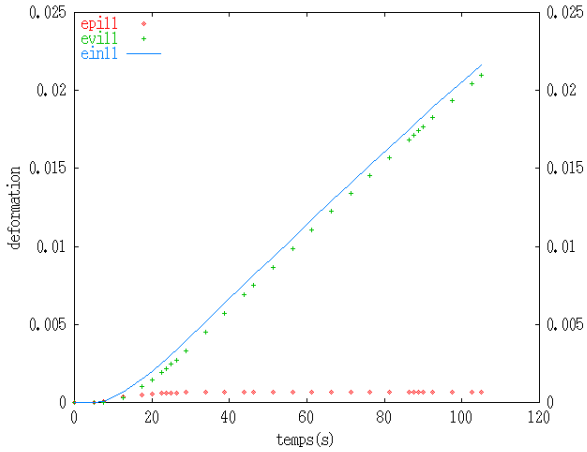


Figure 4-25 : Déformations inélastique totale (ein11), plastique (epi11) et viscoplastique (evi11) simulées lors de l'essai à vitesse de déformation lente (10^{-4} s^{-1}) à 1500°C ; 11 indiquant le sens long du barreau.

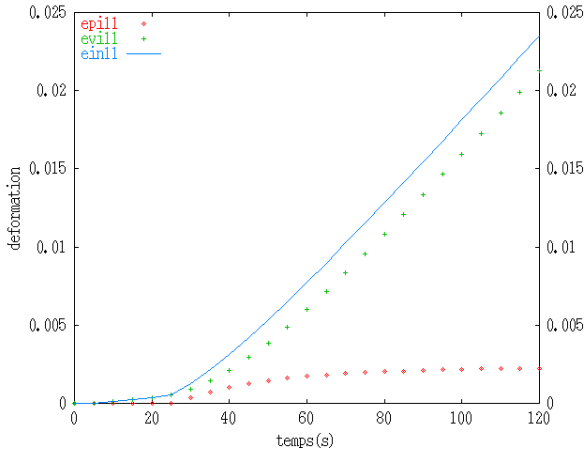


Figure 4-26 : Déformations inélastique totale (ein11), plastique (epi11) et viscoplastique (evi11) simulées lors de l'essai à vitesse de déformation lente (10^{-4} s^{-1}) à 1800°C ; 11 indiquant le sens long du barreau.

Le second type d'essai pour notre validation est l'essai "mixte", défini par un chargement à vitesse de déformation constante lente, interrompu par une phase sous charge constante. A chaque température, de 1000°C à 1800°C, deux représentations graphiques des réponses modélisées seront données. D' une part une représentation de la charge en fonction de la flèche permettra de visualiser le comportement pendant les étapes à vitesse de fléchissement imposée, d' autre part celle de la flèche au cours du temps sera utilisée pour les périodes de fluage sous charge constante.

Les réponses expérimentales du matériau sont très bien modélisées à 1000°C (Figure 4-27). Ce résultat confirme la validité de notre modèle de comportement à 1000°C.

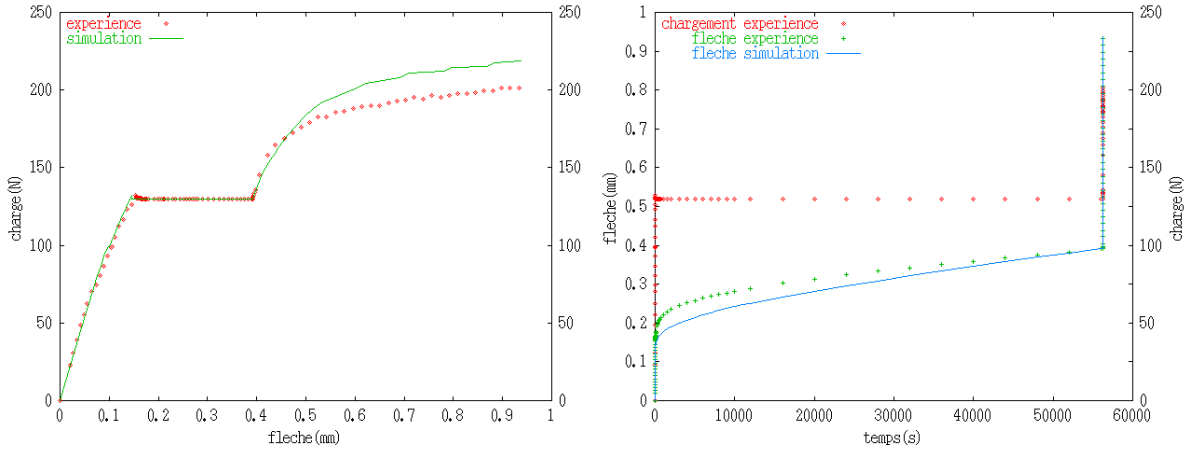


Figure 4-27 : Comportements simulé et expérimental sous test mixte à 1000°C.

A 1200°C (Figure 4-28), la première étape à vitesse de fléchissement imposée est correctement décrite. Le modèle surestime légèrement la flèche durant l'étape suivante sous charge constante. L'écart est cependant acceptable. Pour ne pas prendre en compte ce décalage, l'analyse de la troisième étape doit être faite en autorisant une translation de la courbe verte simulée jusqu'à l'origine de la courbe rouge expérimentale. La simulation de la troisième étape du chargement mixte, sous vitesse de déformation constante lente, estime alors une charge résultante finale légèrement plus élevée que la charge expérimentale. Le modèle sous-estime alors un peu les déformations visqueuses à forte contrainte, l'écart sur la charge restant limité à 12%.

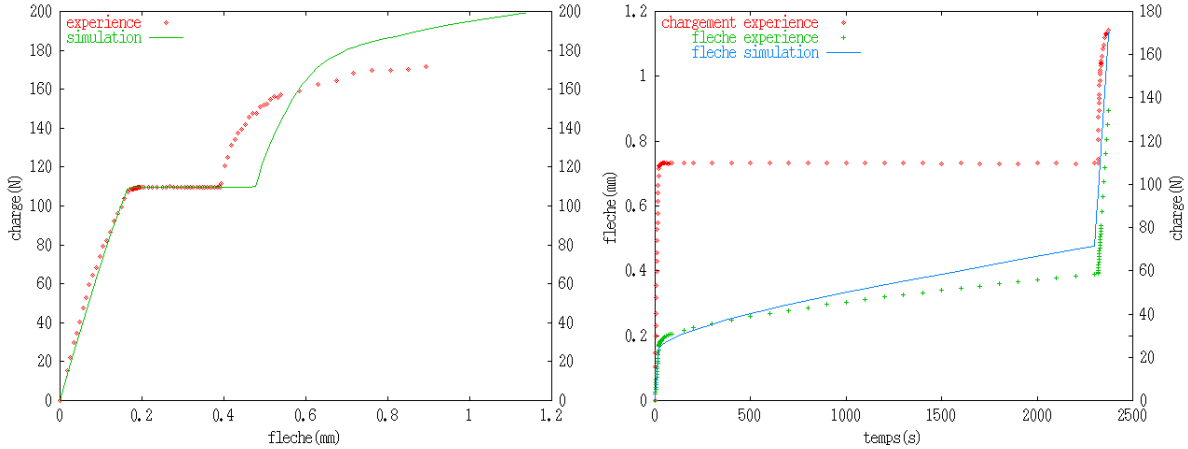


Figure 4-28 : Comportements simulé et expérimental sous test mixte à 1200°C.

A 1500°C (Figure 4-29), la modélisation diverge un peu du comportement expérimental lors du dernier chargement à vitesse constante ; on peut noter une pente de la courbe simulée systématiquement plus forte que l'expérimentale. Cet écart peut s'expliquer par une description insuffisamment précise de l'écrouissage du matériau, ou par la non prise en compte de la variation du couplage en fonction de la température.

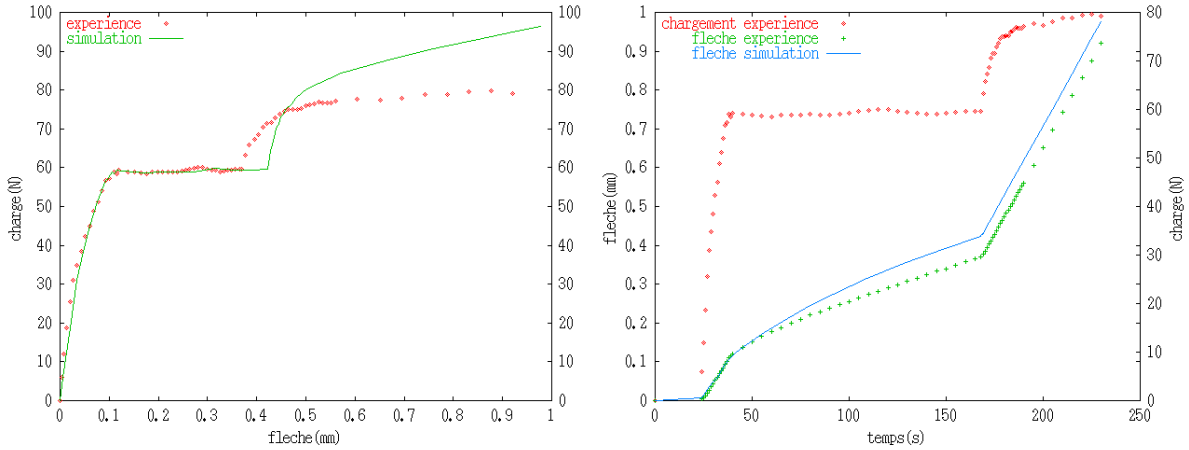


Figure 4-29 : Comportements simulé et expérimental sous test mixte à 1500°C.

La modélisation des phases à vitesse de chargement constante de l'essai mixte est globalement satisfaisante à 1800°C (Figure 4-30). Le modèle surestime toutefois la déformation en fluage lors de l' étape sous charge constante.

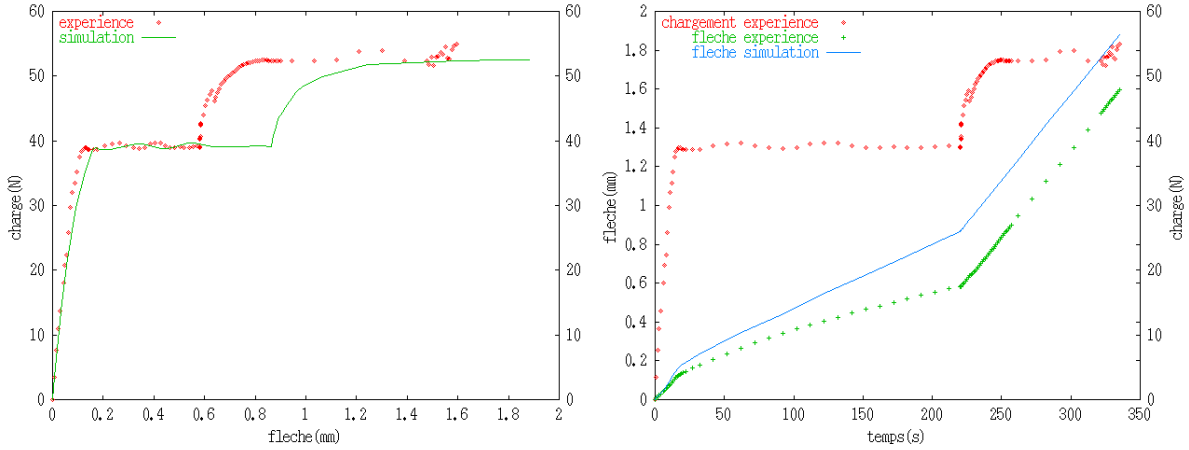


Figure 4-30 : Comportements simulé et expérimental sous test mixte à 1800°C.

4.4 RECAPITULATIF

Le choix d' un type de loi de comportement de notre tungstène LPPS a été guidé par les réponses observées lors des nombreuses expériences réalisées. Ainsi une loi phénoménologique originale de comportement à double déformation inélastique, plastique et viscoplastique, avec un terme d' interaction entre les deux mécanismes d' écoulement, s' est révélée appropriée à notre matériau. L' écrouissage par chacun des écoulements est traduit par des variables cinématiques.

Ce sont les variables mesurables, charge et flèche, directement issues des mesures réalisées lors de nos essais qui ont servi de critères à l' optimisation des paramètres de la loi de comportement du matériau. L' identification des paramètres a fait l' objet en premier lieu de travaux d' approche séparés des différentes composantes de la déformation, puis l' optimisation globale de ceux-ci a été réalisé par un module d' optimisation couplé au logiciel de calcul par éléments finis simulant les essais de flexion.

Les valeurs finales retenues aboutissent à une bonne description de l' ensemble des essais réalisés. La modélisation correcte des essais à vitesse de fléchissement lente constante et des essais mixtes, non inclus dans la base d' identification, constitue une validation de notre loi de comportement du tungstène.

Disposant d'une loi satisfaisante de comportement pour le tungstène, nous pouvons désormais effectuer des simulations de la structure que constitue l' anode, afin d' appliquer nos résultats à l' échelle industrielle.

5 SIMULATION THERMO-MECANIQUE DU RECUIT DE DEGAZAGE ET DU PROTOCOLE DE FONCTIONNEMENT D'UNE ANODE.

5.1 INTRODUCTION

Après avoir modélisé les comportements des matériaux constitutifs de l'anode que sont le tungstène et le graphite, nous nous proposons dans ce chapitre de simuler le comportement de la structure industrielle qu'est l'anode de rayons X, au cours du refroidissement post-recuit et d'un ou plusieurs protocoles, pour observer l'évolution des contraintes d'origine thermique dans le composant.

5.2 CONDITIONS GENERALES DU CALCUL

Après projection plasma du tungstène (cf. 1.3) sur le graphite, le traitement de dégazage de l'anode à 1450°C sous hydrogène permet une relaxation des contraintes résiduelles de projection. Mais le refroidissement consécutif à ce traitement thermique génère de nouvelles contraintes, de par le désaccord dilatométrique entre le dépôt de tungstène et le substrat en graphite. Pour cette raison, nous avons toujours considéré les utilisations ultérieures de l'anode en prenant en compte l'état de contraintes créé par le refroidissement post-recuit.
La simulation thermomécanique du recuit ou des protocoles imposés à l'anode se décompose en deux calculs séquentiels. Le premier constitue la simulation thermique, à partir des propriétés thermiques des matériaux et des sollicitations et conditions aux limites thermiques définies par General Electric. Les résultats de ce premier calcul, exprimés sous la forme de champs thermiques, définissent les conditions de sollicitation du second calcul, qui constitue la simulation thermomécanique proprement dite, puisqu'elle nous fournit les champs de déformations et de contraintes, à partir des lois de comportement des matériaux.

La simulation thermique du protocole est réalisée par le code de calcul généraliste ABAQUS qui a l'avantage d'être très répandu, y compris au sein du groupe General Electric. De plus, son solveur thermique est plus performant que celui de Zébulon, notamment pour la gestion du rayonnement. La simulation thermomécanique est également exécutée avec le code ABAQUS, associé à la librairie de modèles de comportement Z-aba, fonctionnant comme un sous-programme ABAQUS. Z-aba gère l'intégration locale de modèles de comportements complexes préalablement traités avec le code de calcul Zébulon (ici celui retenu pour notre tungstène). ABAQUS effectue l'intégration globale (résolution de l'équilibre global).

Le composant étudié est une anode de diamètre 150 mm, constituée d'un substrat en graphite 2664 recouvert d'un dépôt plasma en tungstène d'épaisseur 350 µm.

Les propriétés thermiques de nos matériaux utilisées dans les calculs sont résumées dans le Tableau 2.

	Tungstène LPPS				*Graphite 2664*			
T(°C)	$\rho(g.cm^{-3})$	$\lambda(W.m^{-1}.°C^{-1})$	$Cp(J.kg^{-1}.C^{-1})$	ε	$\rho(g.cm^{-3})$	$\lambda(W.m^{-1}.°C^{-1})$	$Cp(J.kg^{-1}.C^{-1})$	ε
20	17.7	154	131	0.05	1.86	85	733	0.8
500		121	143					0.8
1000		106	152			43	1922	0.8
1500		96	165					0.8
2000		89	184	0.29		27	2089	0.8

Tableau 2 : propriétés thermiques du tungstène et du graphite utilisées pour la simulation numérique.

Les propriétés thermomécaniques du tungstène sont synthétisées dans le tableau 4.1 (chapitre 4), et celles du graphite dans le Tableau 3 :

	Elasticité	
T(°C)	$\alpha(10^{-6})$	*E(GPa)*
20	4.91	13
1000		14.1
1500		15.9
2000	6.91	18.5

Tableau 3 : propriétés mécaniques du graphite utilisées pour la simulation numérique.

5.3 MAILLAGE ET SOLLICITATIONS IMPOSEES

Le tube à rayons X travaillant sous vide secondaire, la convection n'a évidemment pas été considérée. La conduction et la radiation sont les deux modes d'échange de chaleur pris en compte pour ce calcul. Le milieu ambiant d'échange des matériaux de l'anode, a été supposé à 20°C. La simulation opérée est une analyse thermique transitoire.

Pour ce type d'analyse, il est préférable d'utiliser pour la réalisation du maillage des éléments du second ordre plutôt que des éléments du premier ordre. En effet, avec ceux-ci, les solutions peuvent être localement entachées d'erreur,

donc imprécises, du fait de la moyennation des termes de capacité calorifique lors du calcul. Nous avons choisi le maillage axisymétrique illustré par la Figure 5-1, constitué de triangles à 6 nœuds pour le substrat et de quadrangles à 8 nœuds pour le dépôt. Les essais préliminaires de validation de ce maillage pour réaliser nos calculs sont détaillées en annexe.

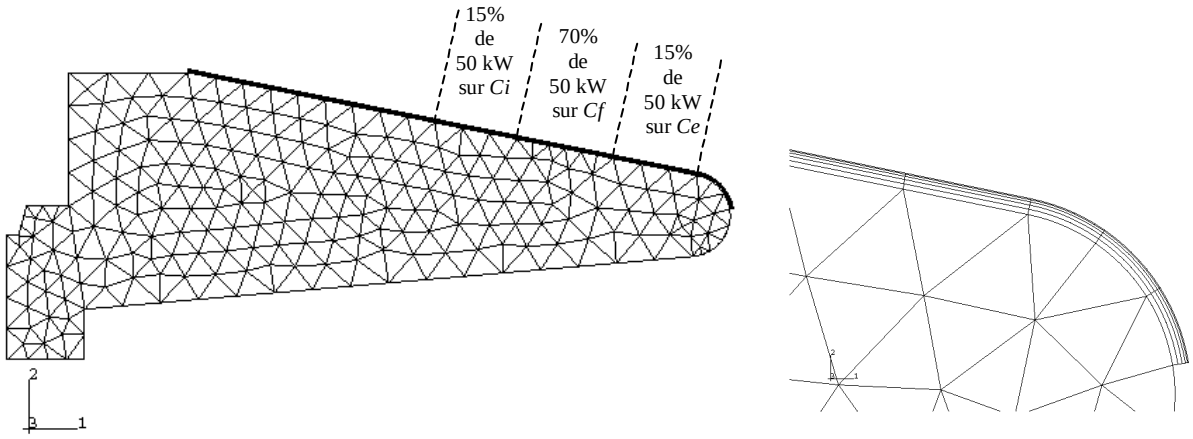


Figure 5-1 : Maillage de la demi-section de l'anode graphite/tungstène de diamètre 150 mm et schématisation du chargement thermique.

Les calculs des sollicitations thermiques vues par l'anode seront réalisés sur la base des étapes suivantes : refroidissement post traitement thermique de dégazage de l'anode , préchauffage de l'anode de l'ambiante à 600°C, puis application du ou des protocoles représentatifs du fonctionnement.

Au cours du refroidissement post-recuit, l'anode (substrat et dépôt), au départ à une température homogène de recuit de 1450°C et libre de contraintes résiduelles, est supposée se refroidir naturellement jusqu'à l'ambiante. Refroidissement post-recuit et préchauffage de l'anode s'effectuant à des cinétiques de variation de température lentes, l'anode sera supposée isotherme durant ces opérations (imposition d'une rampe de température donnée à l'ensemble du composant).

Les conditions typiques de service d'une anode tournante servent de base à la détermination des protocoles de formation des tubes. On s'intéresse dans notre étude au protocole appliqué aux anodes de diamètre 150 mm, qui consiste en la réalisation de 50 clichés radiographiques suivie d'une pause de 300 secondes, protocole détaillé au § 1.4.

En début d'application de protocole, l'anode (substrat et dépôt) est supposée être à une température homogène de 600°C, ce qui correspond à une température moyenne entre deux séries de clichés sur site clinique.
Le faisceau électronique de 50 kW bombarde le dépôt de tungstène sur une surface rectangulaire appelée foyer thermique (voir Chapitre1 Fig 1.3) situé à 59 mm de l'axe de rotation de l'anode. Ses dimensions radiale et tangentielle sont dénommées respectivement longueur et largeur thermique et valent 9,53 mm et 1,5 mm. Du fait du phénomène de rétrodiffusion des électrons dans le dépôt, seule 70% de l'énergie incidente est effectivement déposée sur le foyer. Les 30% complémentaires se répartissent à part égale de part et d'autre du foyer sur 8,1 mm. Cette estimation est un résultat de simulation du bombardement électronique de l'anode par la méthode de Monte Carlo. Dans le cadre de notre simulation 2D axisymétrique, l'énergie est supposée déposée sur des couronnes définies par la rotation du foyer autour de l'axe de l'anode. 70% de celle-ci seront donc imposés sur une couronne *Cf* ayant la largeur du foyer, 15% sur une couronne intérieure, *Ci*, et 15% sur une couronne extérieure, *Ce*. Dans la simulation, ce sont des flux qui sont appliqués sur ces trois couronnes (Figure 5-1). Compte tenu des surfaces respectives de celles-ci, *Cf, Ci et Ce* reçoivent respectivement 9,92 W.mm^{-2}, 2,93 W.mm^{-2} et 2,11 W.mm^{-2}.

Pour les calculs numériques mécaniques, le bas de l'axe de l'anode a été considéré comme bloqué. Cette manière grossière de représenter la fixation de l'anode sur son axe ne grèvera pas nos résultats de calcul car nous nous intéresserons à la zone de la piste en tungstène située loin de l'axe.

Nous exposerons successivement les simulations thermomécaniques :

- du refroidissement suivant le recuit de dégazage de 1450°C à 25°C,
- d'un protocole court typique,
- d'un protocole long,
- d'une suite de cinq protocoles longs.

Les résultats seront visualisés à travers de champs globaux dans l'anode (température, contraintes), de zooms de ces champs aux endroits critiques (piste de l'anode), ainsi que de courbes d'évolution de variables en certains points sensibles (notamment à l'interface tungstène/graphite).
Les unités utilisées dans les figures présentant les résultats seront toujours seconde, degré Centigrade et Pascal.

5.4 RESULTATS DU REFROIDISSEMENT POST-RECUIT.

La Figure 5-2 présente l'évolution de la température de l' anode au cours de son refroidissement naturel. La forme exponentielle obtenue est typique d' un refroidissement naturel.

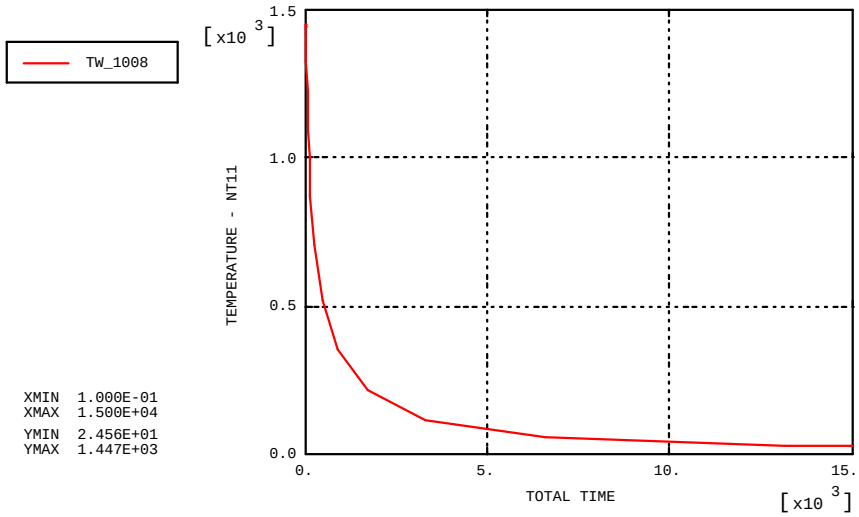


Figure 5-2: Température de l'anode au cours du refroidissement après recuit à 1450°C.

Nous avons mené deux types de calcul avec deux lois de comportement différentes pour le tungstène : une loi élastique (que nous dénommerons E dans la suite de ce chapitre) et la loi élastoviscoplastique identifiée au chapitre précédent (dénommée EVP) : la composante élastique de la déformation est donc commune aux deux lois.
En procédant à des comparaisons entre les résultats de ces deux calculs, nous allons estimer l'apport de notre modèle à la description du comportement de l' anode lors du refroidissement post-recuit.
Les champs de contraintes seront présentés séparément pour le substrat en graphite et le dépôt de tungstène pour une lecture plus aisée des échelles. En effet, l'écart important entre leurs modules d'élasticité entraîne, pour ces sollicitations à déformation imposée, une importante différence entre les niveaux de contraintes.
Dans un premier temps, regardons l'état de contrainte à 25°C dans le graphite et le tungstène suite au refroidissement depuis 1450°C, en considérant un comportement élasto-visco-plastique pour le tungstène.

Les conditions de blocage, choisies délibérément simplistes car éloignées de nos zones d' intérêt, génèrent localement des contraintes excessives et irréalistes (Figure 5-3). Nous avons donc choisi d' éliminer la partie centrale de l' anode pour la présentation des résultats en contraintes.

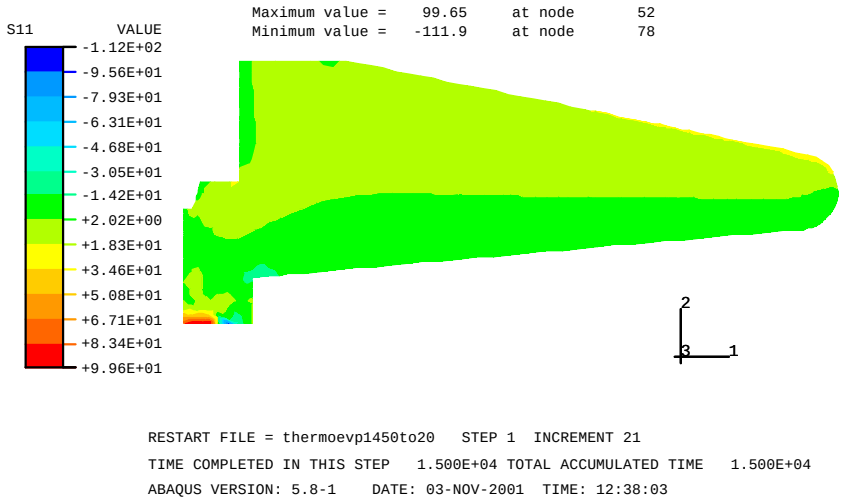


Figure 5-3 : contraintes radiales dans le graphite à 25°C après refroidissement depuis 1450°C.

Les Figure 5-4 et Figure 5-5 illustrent le fait que, dans le graphite, les contraintes sont maximales sous le dépôt de tungstène : ces dernières sont de traction radiale ou tangentielle et atteignent une valeur significative de 20 MPa, ne dépassant néanmoins pas la résistance à la rupture du graphite (35 MPa). Le graphite, ayant un coefficient de dilatation thermique plus élevé que celui du dépôt en tungstène, est empêché dans son retrait et subit donc des efforts de traction. L'équilibre des contraintes dans la structure impose alors une mise en compression de la face du substrat en graphite opposée au dépôt (effets bilame et de flexion de plaque).
Les deux figures suivantes (Figure 5-6 et Figure 5-7) illustrent que, dans le tungstène, la contrainte tangentielle, partout de compression, est prédominante devant la contrainte radiale. Le maximum est de –447 MPa dans le tungstène, à l' extrémité périphérique du dépôt. La contrainte équivalente de Von Mises (figure 5-8) est aussi maximale en cet endroit et vaut 428 MPa.

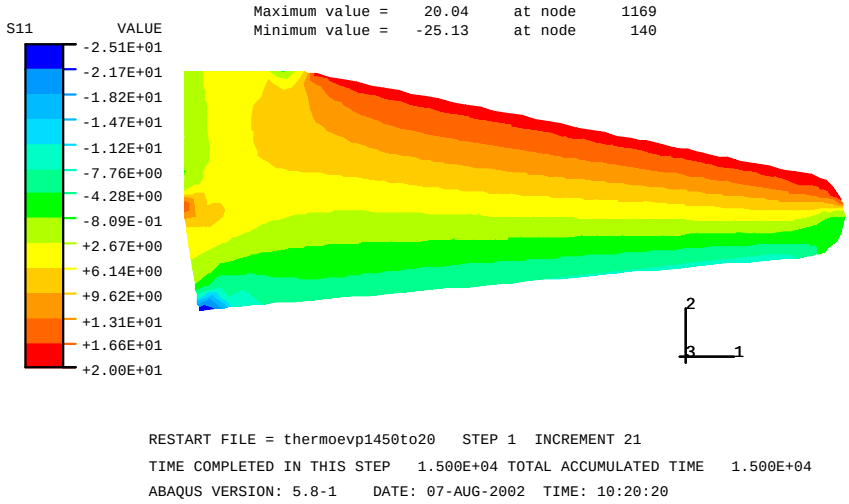


Figure 5-4 : contraintes radiales dans le graphite à 25°C après refroidissement depuis 1450°C.

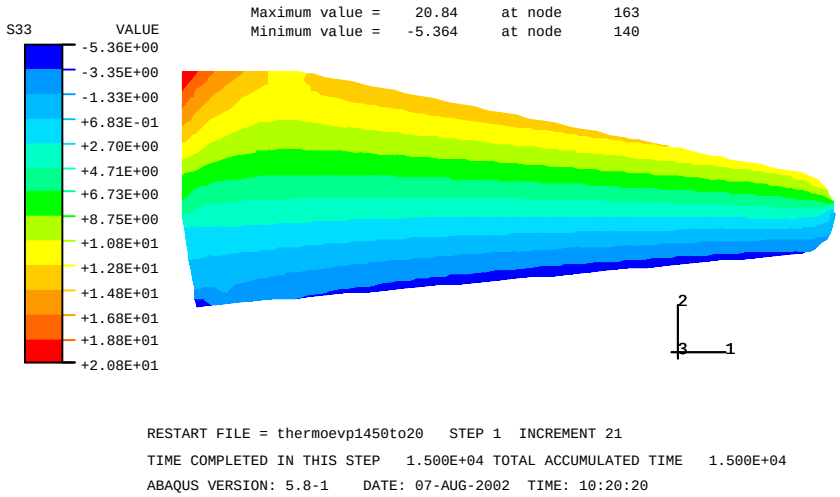


Figure 5-5 : contraintes tangentielles dans le graphite à 25°C après refroidissement depuis 1450°C.

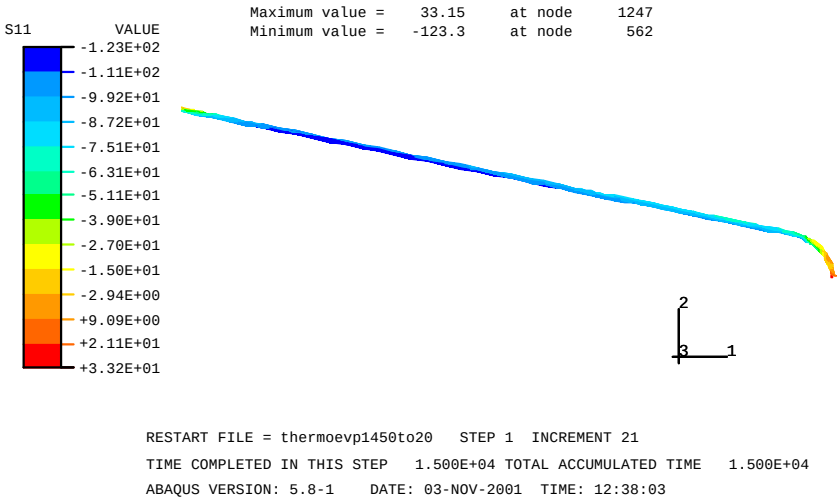


Figure 5-6 : contraintes radiales dans le tungstène (loi E.V.P.) à 25°C après refroidissement depuis 1450°C.

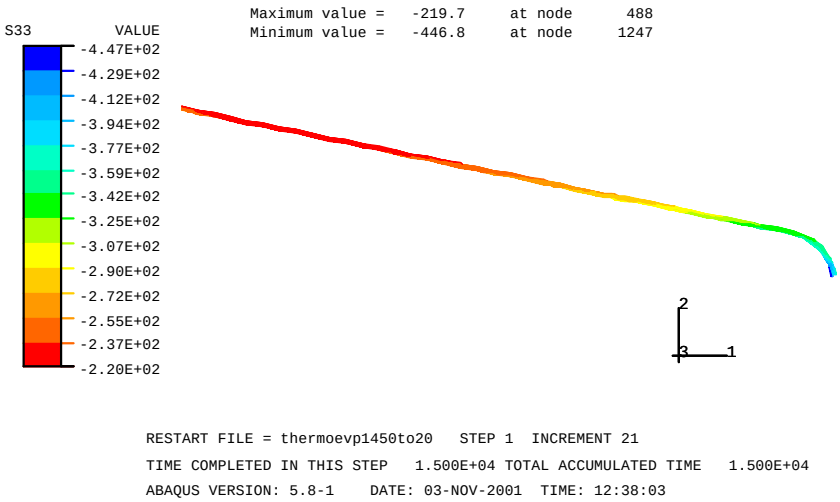


Figure 5-7 : contraintes tangentielles dans le tungstène (loi E.V.P.) à 25°C après refroidissement depuis 1450°C.

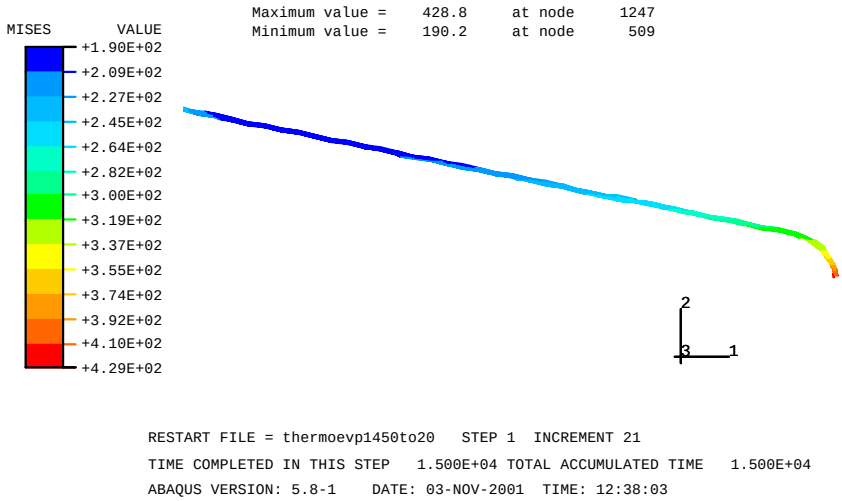


Figure 5-8 : contrainte de Von Mises dans le tungstène (loi E.V.P.) à 25°C après refroidissement depuis 1450°C.

A titre indicatif, un calcul mené en considérant un comportement élastique du tungstène conduit au champ de contraintes de la Figure 5-9 et à une contrainte maximale de 485 MPa. L'écart avec la contrainte de 428 MPa obtenue par un calcul prenant en compte la plasticité et le fluage du tungstène reste donc limité. Cette observation peut s'expliquer par la faible durée de maintien à une température supérieure à 1000°C, pendant laquelle le fluage est actif (Figure 5-2).

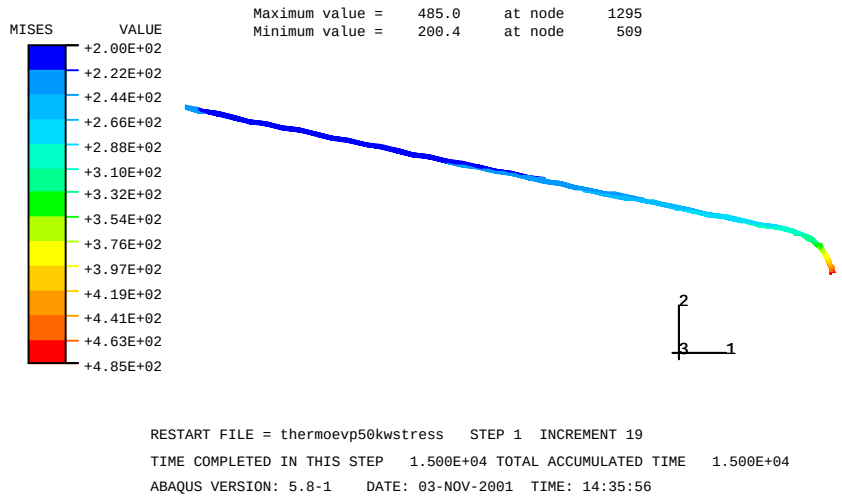


Figure 5-9 : contrainte de Von Mises dans le tungstène (calcul thermoélastique) à 25°C après refroidissement depuis 1450°C.

Intéressons-nous maintenant aux déformations inélastiques (Figure 5-10). Au final, la déformation plastique est environ dix fois supérieure à la déformation viscoplastique. Pour les hautes températures, les deux déformations sont comparables puis, très rapidement, le fluage cessant, seule la composante plastique de la déformation continue à croître.

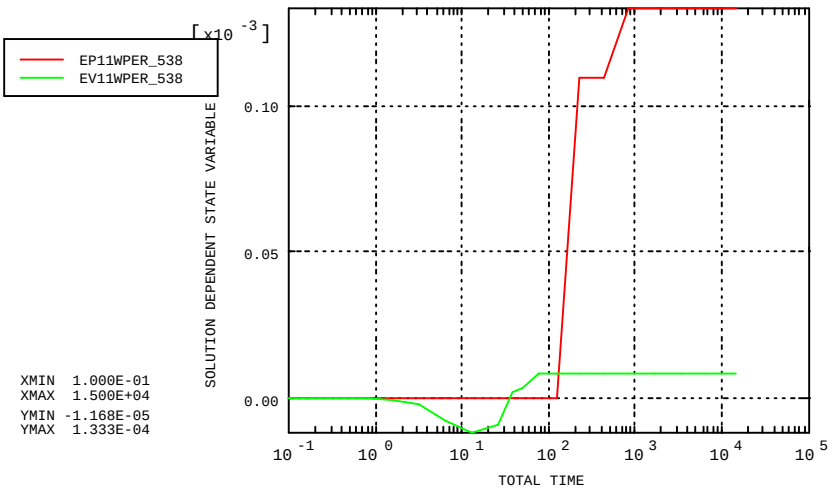


Figure 5-10 : déformations plastique radiale (EP11) et viscoplastique radiale (EV11) sur la piste en tungstène au cours du refroidissement de 1450°C à 25°C.

Ce résultat de calcul numérique des contraintes résiduelles générées par le refroidissement post-recuit peut être rapproché de mesures réalisées sur les plaques ayant servi à la fabrication de nos éprouvettes. En effet, une estimation des contraintes résiduelles avait été réalisée par mesure de la déformation des plaques de tungstène séparées du substrat : ces mesures sont détaillées en annexe. Les contraintes provoquant la courbure des plaques sont des contraintes de type flexion de plaque, et sont donc à rapprocher de la différence de contrainte relevée entre les faces supérieures et inférieures du dépôt dans la Figure 5-6. Cette comparaison doit toutefois être considérée avec prudence en raison de la différence des épaisseurs de dépôt et de la géométrie des structures considérées. L'ordre de grandeur est toutefois respecté, les contraintes estimées expérimentalement et calculées par simulation numérique valant respectivement 35 et 30 MPa.

En résumé, nous retiendrons que le refroidissement depuis 1450°C provoque dans l'anode un champ de contrainte résiduelles de traction dans le graphite et de compression dans le tungstène. Ces contraintes dépassent 400 MPa dans le tungstène, et peuvent atteindre 20 MPa dans le graphite, soit près des deux tiers de sa résistance à la rupture (35 MPa).

5.5 RESULTATS DU PROTOCOLE.

Nous présentons les champs thermiques dans l'anode à différents moments du protocole :

- après la réalisation du premier cliché (Figure 5-11),
- après la réalisation du dernier cliché (Figure 5-12),
- après 0,7 seconde de refroidissement naturel (Figure 5-13),
- et enfin à la fin du protocole (Figure 5-14), soit à l'issue des 300 secondes de refroidissement naturel.

De forts gradients thermiques sont naturellement localisés sous le faisceau, confirmant la criticité de cette zone déjà constatée sur les anodes réelles (cf. § 1.4).

On peut aussi noter la diffusion de la chaleur dans le substrat; après 50 expositions sous le faisceau, la moitié périphérique du substrat se trouve alors à plus de 1000°C. Ensuite, l'anode se refroidit très rapidement. En particulier, le rayonnement conduit à un refroidissement très rapide de la piste en tungstène puisque, après seulement 0,7 secondes, la température maximale n'est plus que de 1350 °C contre 1700°C à la fin du dernier cliché.

La Figure 5-14 montre qu'à l'issue des 300 secondes de refroidissement naturel, la température de l'anode est quasi homogène, de valeur moyenne 550°C.

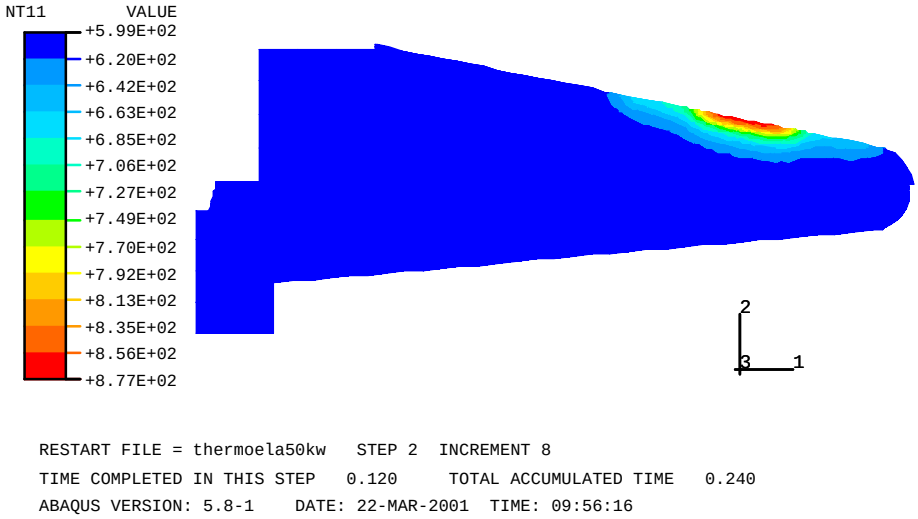


Figure 5-11 : Température (°C) dans l'anode à la fin du premier cliché du protocole.

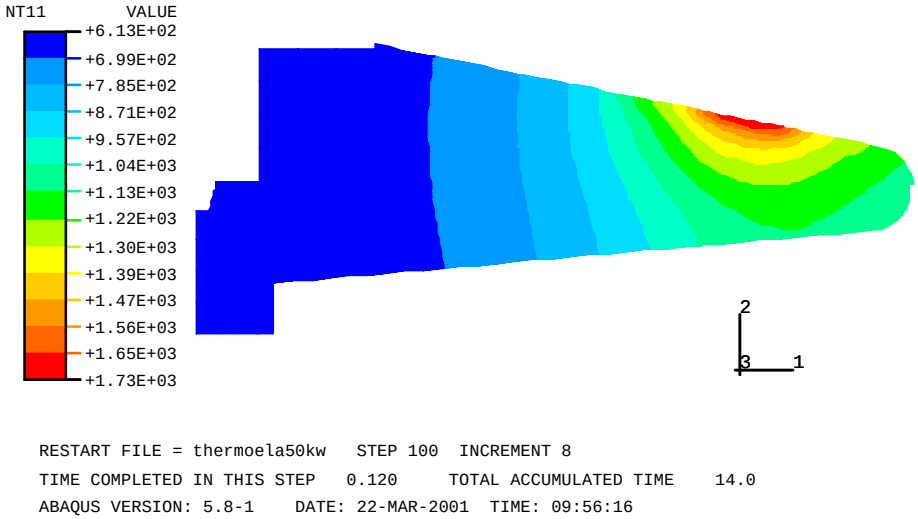


Figure 5-12 : Température (°C) dans l'anode à la fin du dernier cliché du protocole.

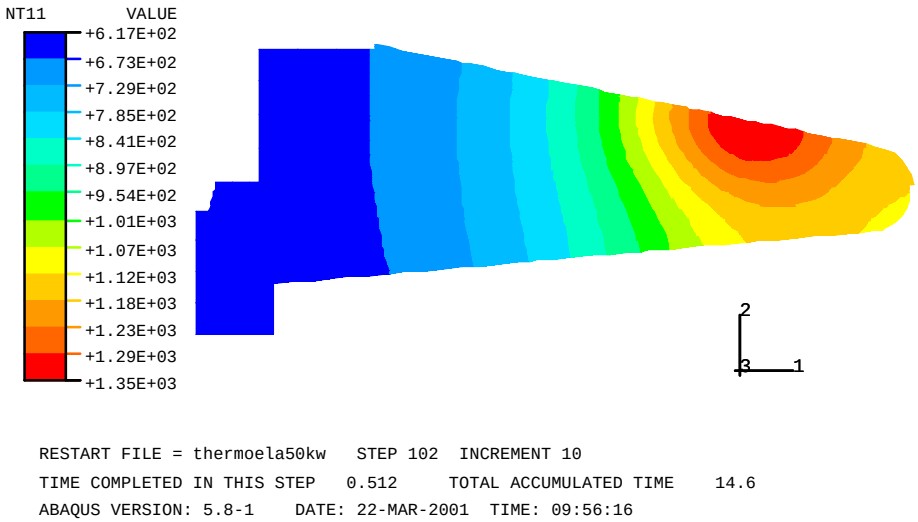


Figure 5-13 : Température (°C) dans l'anode 0,7 seconde après la fin du dernier cliché du protocole.

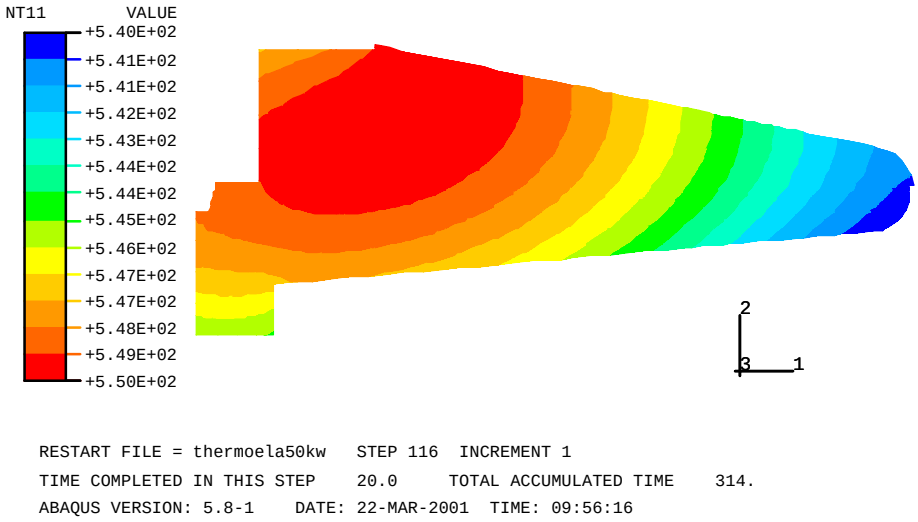


Figure 5-14 : Température (°C) dans l'anode à la fin du protocole, 300s après la fin du dernier cliché.

Notre analyse mécanique portera entre autres sur la zone bombardée dont nous représentons, sur les Figure 5-15 et Figure 5-16, l'évolution de température lors du recuit et du protocole.

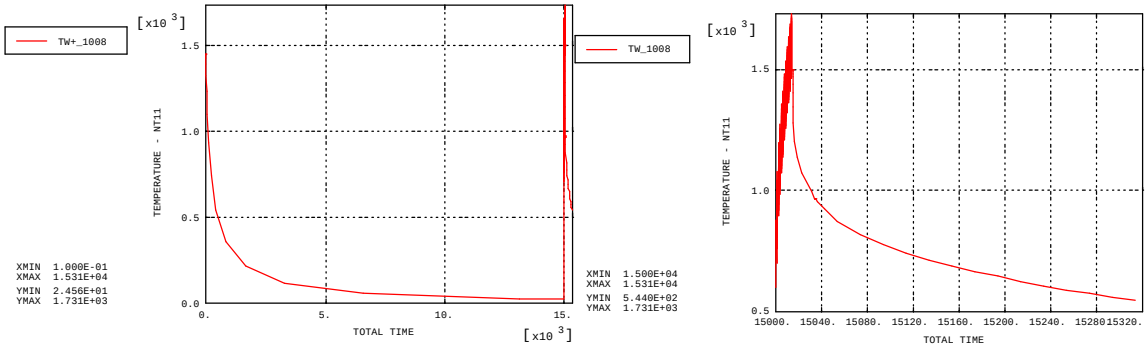


Figure 5-15 : Température sur la piste : lors du recuit et du protocole (gauche), lors du protocole (droite).

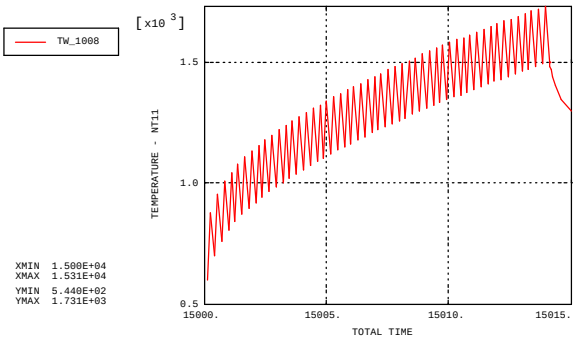


Figure 5-16 : Température sur la piste au cours des 50 clichés du protocole.

La Figure 5-18. représente l' évolution de température au cours du protocole à trois profondeurs différentes sous la piste bombardée (Figure 5-17) : en surface du tungstène (nœud 1008), à l' interface tungstène-graphite (nœud 1012) et à 1 mm sous cet interface dans le graphite (nœud 1013). On peut ainsi déceler que les oscillations de température, induites par le bombardement cyclique du faisceau d' électrons, sont de forte amplitude (près de 200°C) à la surface du tungstène tout comme à l' interface. Par contre, à 1mm sous l' interface, ce phénomène est très amorti. Ces observations sont bien sûr en relation avec les conductivités thermiques relatives des deux matériaux en présence Cette rapide atténuation des oscillations dans la profondeur du graphite pour la fréquence d' allumage du faisceau conforte l' hypothèse faite précédemment (§1.6) de superficialité des oscillations thermiques associées au passage sous le faisceau (fréquence de la rotation de l' anode, 18 fois supérieure). Il est très probable que ces dernières concernent uniquement la surface du dépôt et n' affectent en aucun cas le graphite sous-jacent. Notons que les

courbes enveloppes inférieures des simulations sont quasiment indépendantes de la profondeur, contrairement aux enveloppes supérieures. Cela montre la très grande importance que joue le rayonnement dans l'évacuation de la chaleur injectée dans l'anode.

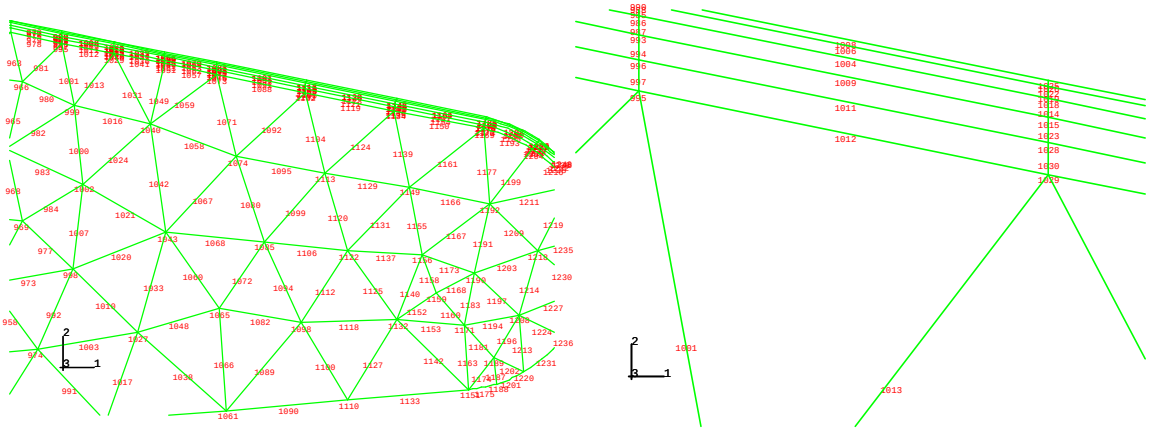


Figure 5-17 : Positionnement des nœuds sous le faisceau incident dont la température est reportée en Figure 5-18.

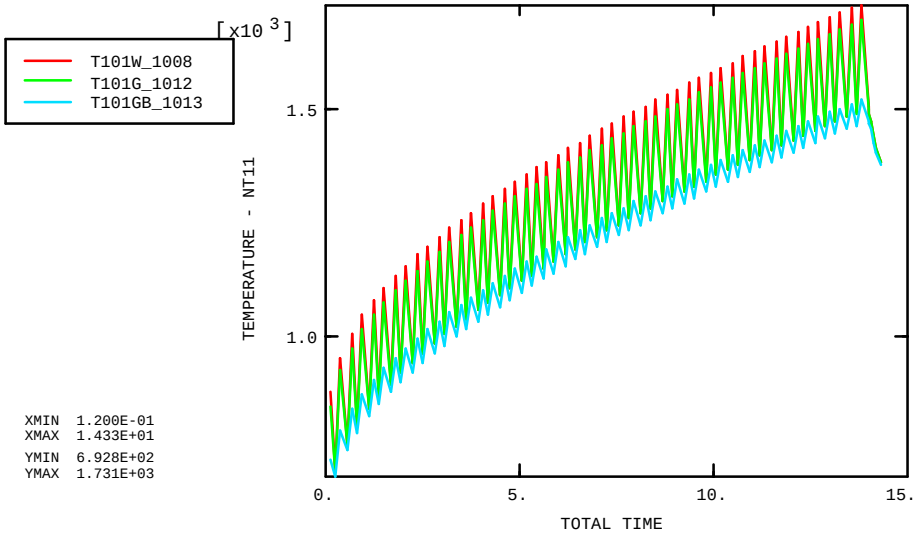


Figure 5-18 : Température dans l'anode sous le faisceau d'électrons ; en surface du tungstène (nœud 1008), à l'interface (nœud 1012) et à 1 mm de profondeur dans le graphite (nœud 1013).

La simulation thermo-mécanique du protocole considère le refroidissement du recuit de 1450°C puis le protocole. Les calculs ont été menés en considérant les trois composantes de la déformation: élastique, plastique et visqueuse.

Fin du dernier cliché (température maximale) et fin du protocole.

A la fin du dernier cliché, la piste se trouve à 1730°C (Figure 5-19). Le graphite sous-jacent est alors dans un état de compression radiale (Figure 5-20 et Figure 5-21) et tangentielle (Figure 5-22), les contraintes tangentielles pouvant atteindre –60 MPa sous la piste. Malgré cette inversion de l'état de contraintes dans le graphite par rapport à sa situation après le refroidissement post-dégazage, des contraintes de traction restent présentes et peuvent atteindre 29 MPa dans la partie centrale du substrat, par équilibre des contraintes de compression dans sa partie.périphérique.

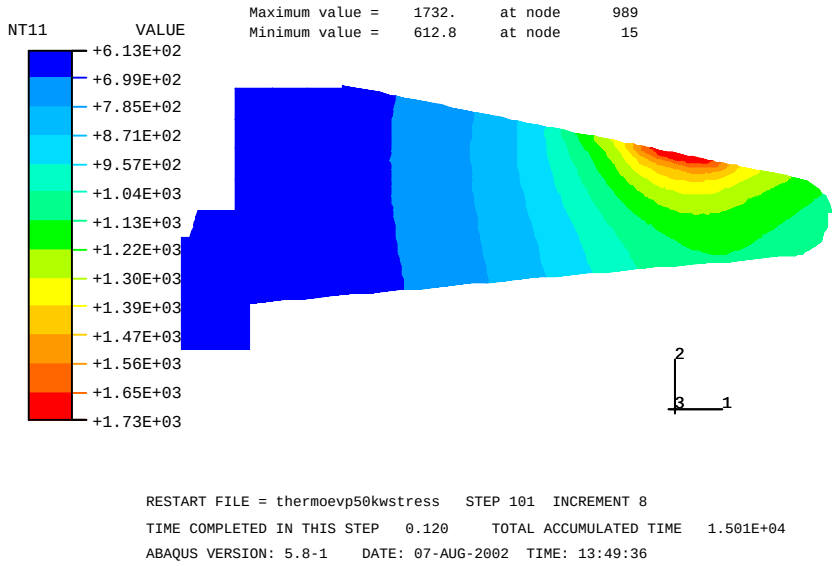


Figure 5-19 : champ de température à la fin du dernier cliché (température maximale).

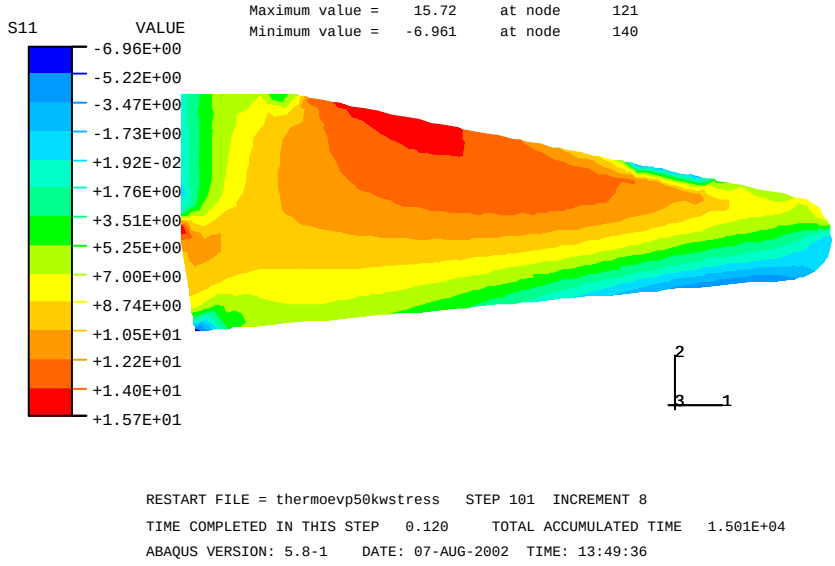


Figure 5-20 : contraintes radiales dans le graphite à la fin du dernier cliché (température maximale).

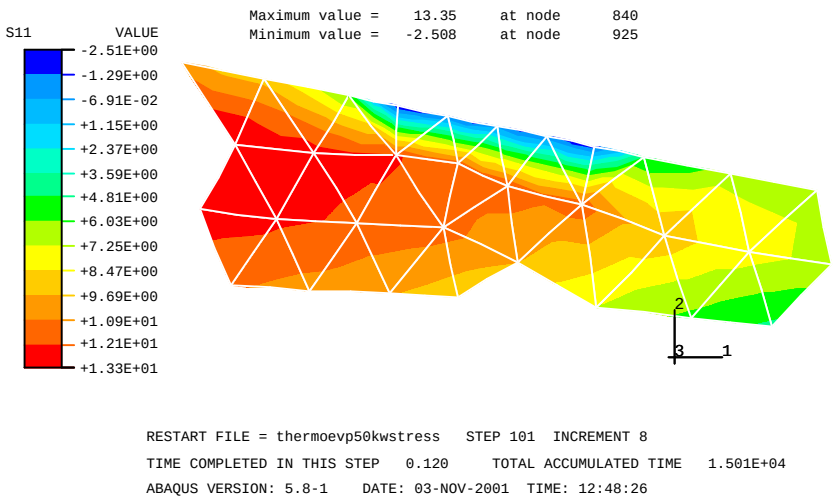


Figure 5-21 : contraintes radiales dans le graphite, à la fin du dernier cliché (température maximale).

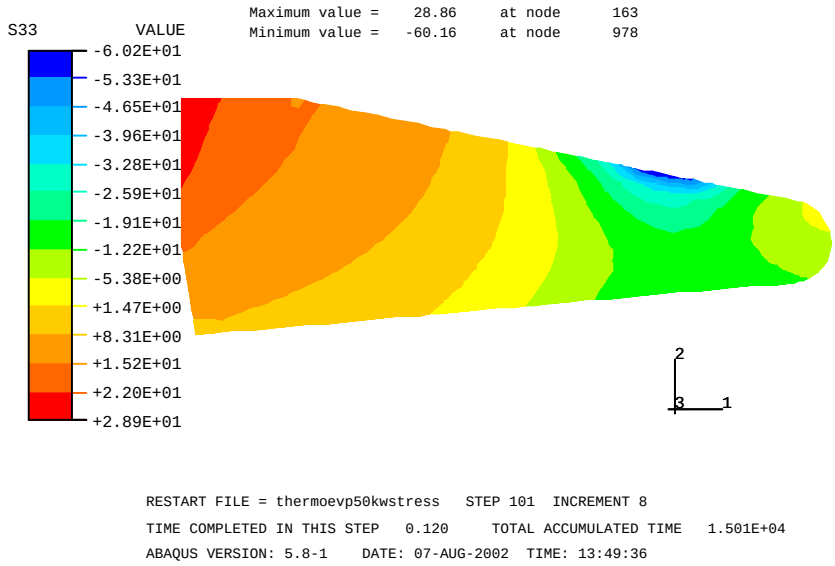


Figure 5-22 : contraintes tangentielles dans le graphite à la fin du dernier cliché (température maximale).

Dans le tungstène irradié, les contraintes (Figure 5-23 et Figure 5-24) sont faibles, en raison de la relaxation permise par ces hautes températures. En dehors de la piste où la température est moins élevée, la contrainte de compression peut atteindre 300 MPa.

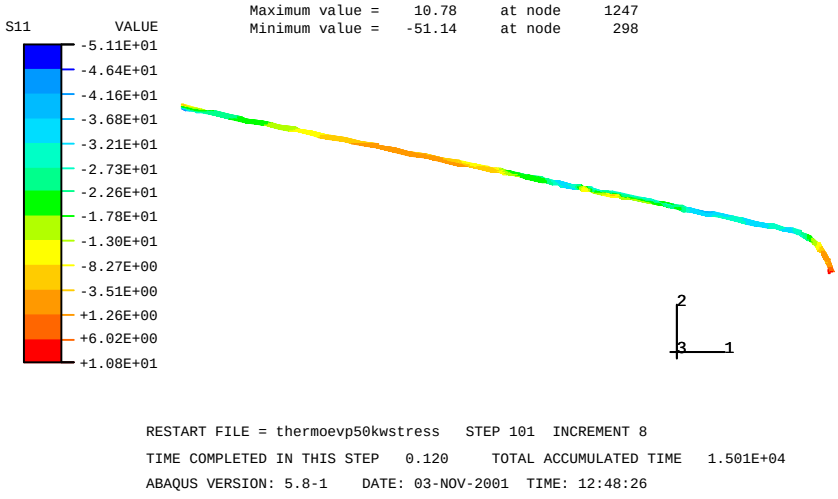


Figure 5-23 : contraintes radiales dans le tungstène à la fin du dernier cliché (température maximale).

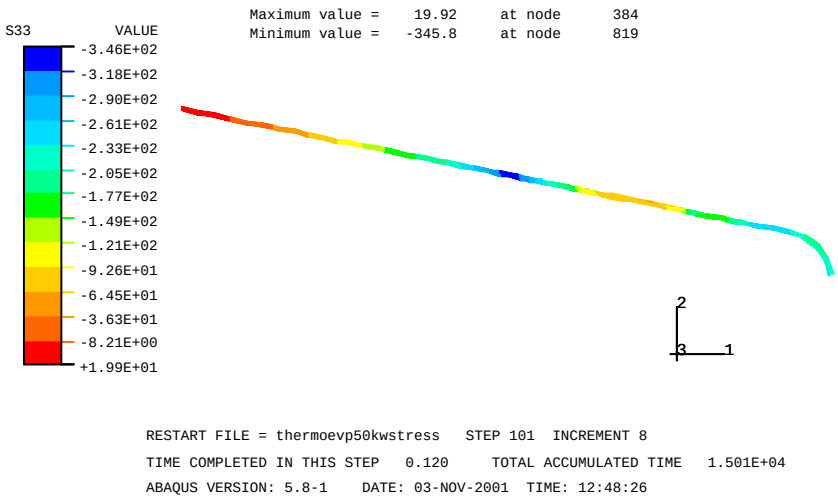


Figure 5-24 : contraintes tangentielles dans le tungstène à la fin du dernier cliché (température maximale).

Globalement, l'apport soudain de chaleur sur la couronne bombardée par les électrons provoque une mise en compression des deux matériaux dans les parties les plus chaudes. Ces contraintes sont compensées par des contraintes de traction qui affectent le graphite sous-jacent.

A la fin du protocole, soit 5 minutes après le dernier cliché, la température de l'anode est presque homogène (environ 545°C). Le graphite sous-jacent à la piste retrouve un état de faible traction radiale de l'ordre de 8 MPa, qui peut atteindre 16 MPa autour de la piste (Figure 5-25 et Figure 5-26). Les contraintes tangentielles, prépondérantes au dernier cliché, deviennent secondaires en fin de protocole (Figure 5-27).

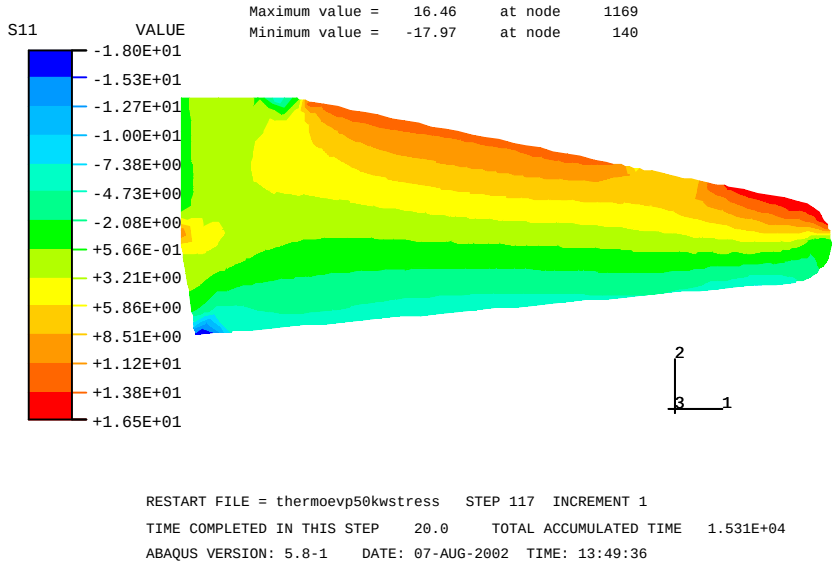


Figure 5-25 : contraintes radiales dans le graphite à la fin du protocole.

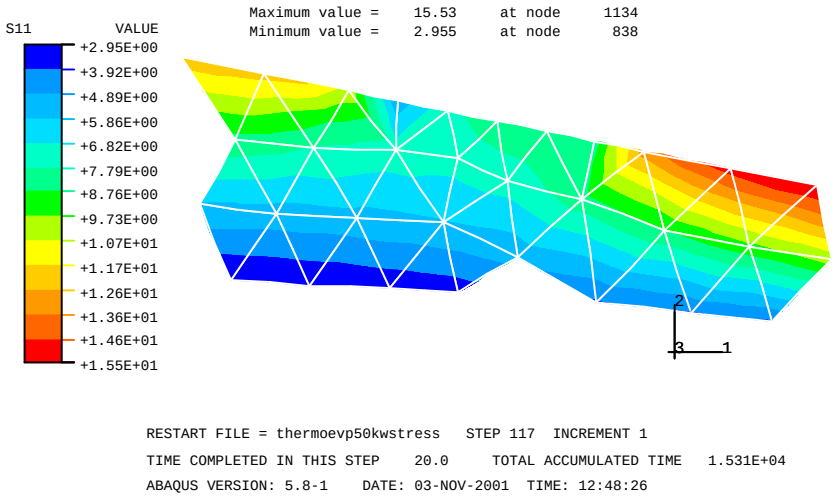


Figure 5-26 : contraintes radiales dans le graphite, piste bombardée, à la fin du protocole.

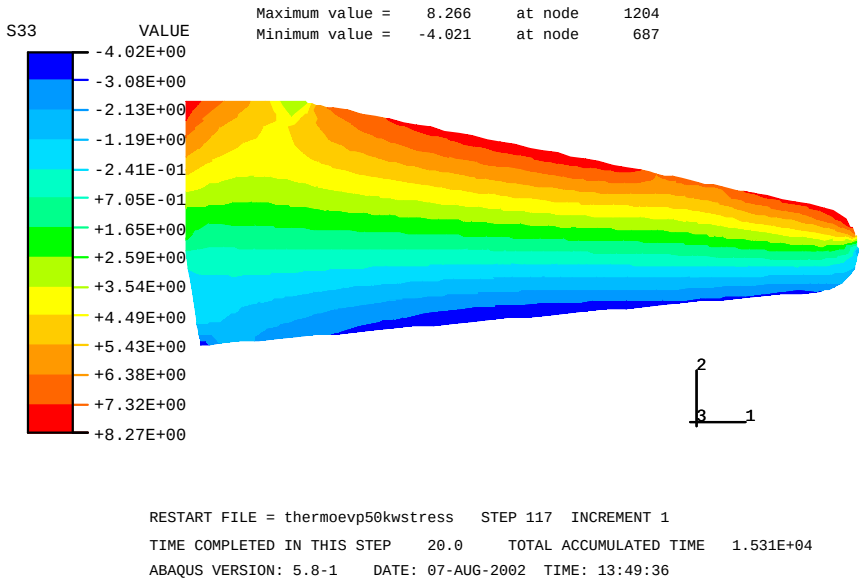


Figure 5-27 : contraintes tangentielles dans le graphite à la fin du protocole.

Le tungstène présente, au niveau de la piste, un niveau de contrainte tangentielle de près de 250 MPa et une contrainte de Von Mises de 310 MPa à 540°C (Figure 5-28, Figure 5-29, Figure 5-30).
Rappelons qu'à 25°C, après le recuit, la contrainte de Von Mises au même endroit valait 250 MPa (Figure 5-8).

Dans le paragraphe suivant, nous allons nous intéresser à l'évolution de la contrainte depuis le début du refroidissement jusqu'à la fin du protocole.

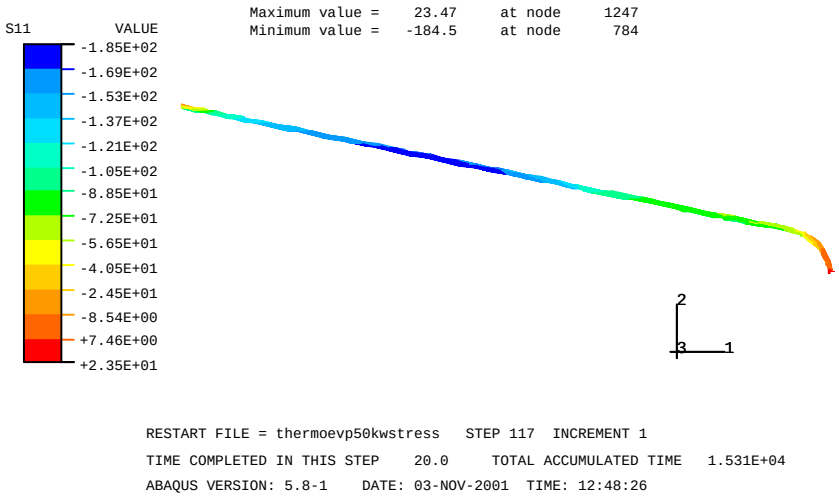


Figure 5-28 : contraintes radiales dans le tungstène à la fin du protocole.

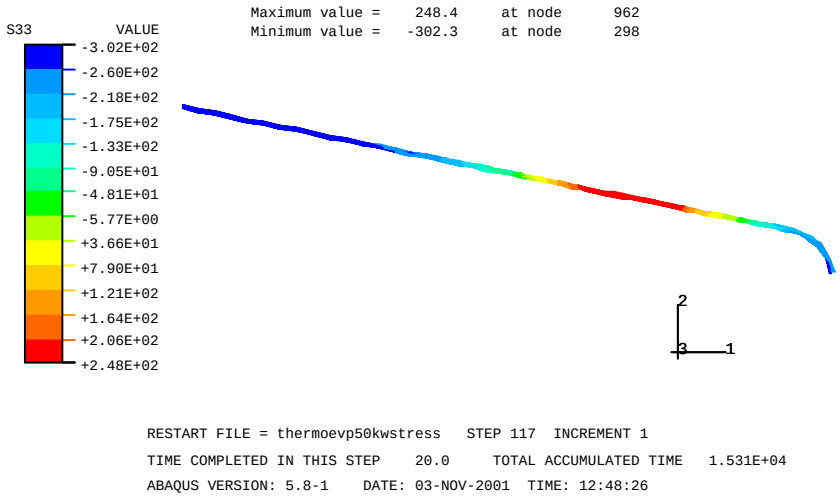


Figure 5-29 : contraintes tangentielles dans le tungstène à la fin du protocole.

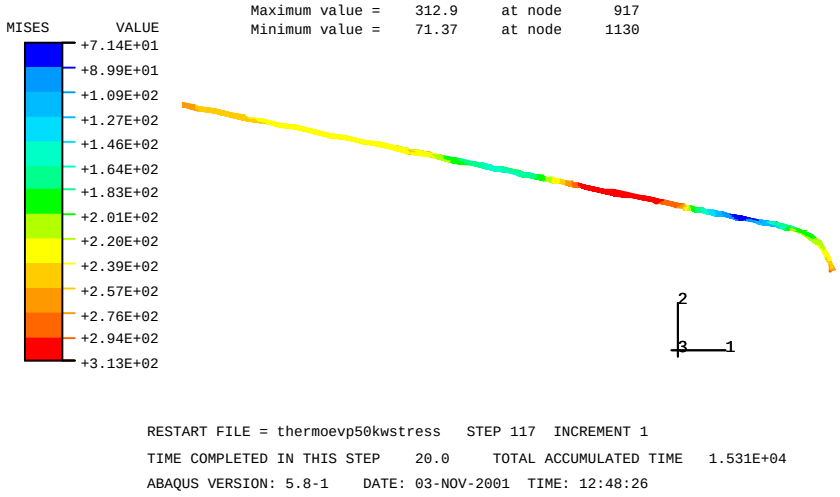


Figure 5-30 : contraintes de Von Mises dans le tungstène à la fin du protocole.

Comparaison entre un calcul élastoplastique et un calcul élastoviscoplastique.

Nous avons vu précédemment, avec la simulation du refroidissement du recuit, que la composante viscoplastique de la déformation était faible par rapport à la plastique. Afin d'estimer la contribution de la déformation visqueuse lors d'un protocole, nous avons mené deux simulations avec deux lois de comportement différentes pour le tungstène : une loi élastoplastique et la loi élastoviscoplastique identifiée au chapitre précédent. La loi élastoplastique a été construite en ôtant la composante visqueuse de la déformation de notre modèle, et bien sûr le terme de couplage.

Calculs EVP :

Le graphite sous la piste, dans un état résiduel de traction radiale de 16 MPa après le recuit, repasse en compression (1 MPa) sous l'effet de l'apport de chaleur par le faisceau électronique (Figure 5-31) Il est important de noter que le maximum des contraintes radiales de traction est obtenu à température ambiante, après le refroidissement qui suit le traitement thermique de dégazage. La contrainte tangentielle (Figure 5-32) passe par un maximum de compression à 40 MPa, soit environ le tiers de la résistance à la rupture du graphite (§ 2.3.4). Après les 50 cycles de bombardement électronique, l'anode se refroidit rapidement, et le graphite repasse en traction, à des niveaux qui restent toujours inférieurs à ceux atteints en fin du recuit.

Le tungstène, en état de compression résiduelle après le recuit, voit cette contrainte augmenter, jusqu'à s'inverser en un état de traction (Figure 5-33 et Figure 5-34). Cette inversion est surtout marquée sur la contrainte tangentielle, la plus élevée des deux. Elle s'opère à une température d'environ 800°C-1000°C, où la déformation inélastique devient importante. Cette constatation est confirmée par l'observation de la contrainte de Von Mises (Figure 5-35) ; dès les premiers clichés, celle-ci croît de 240 à 360 MPa, pour ensuite rechuter en raison de la baisse de la limite d'écoulement causée par l'échauffement de la piste. Au refroidissement, la contrainte croît de nouveau pour finalement atteindre un niveau nettement supérieur à celui créé par le refroidissement après recuit (310 MPa au lieu

de 240 MPa). La contrainte dans le tungstène atteint même plus de 370 MPa au bout de 10 clichés. Ce dernier est donc nettement plus contraint pendant le protocole qu'après le recuit.
La déformation plastique radiale (Figure 5-36) atteint un niveau environ dix fois supérieur à celui de la déformation viscoplastique (Figure 5-37) à la fin des 50 clichés. Cependant, après refroidissement, ces déformations reprennent des valeurs très faibles.
Les déformations inélastiques dans le tungstène au cours d' un protocole (Figure 5-38) obéissent à une alternance de compression et de traction suivant une sollicitation quasi symétrique.

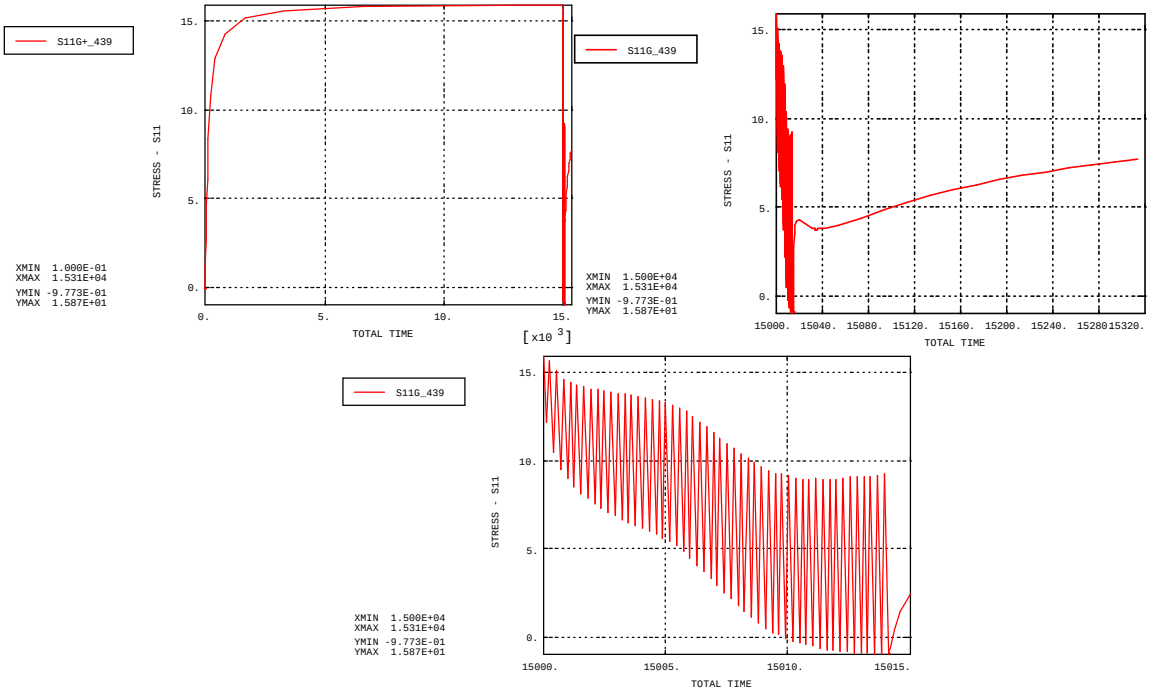


Figure 5-31 : Contrainte radiale dans le graphite : lors du recuit et du protocole (gauche), lors du protocole (droite), lors des 50 clichés du protocole (centre); loi EVP.

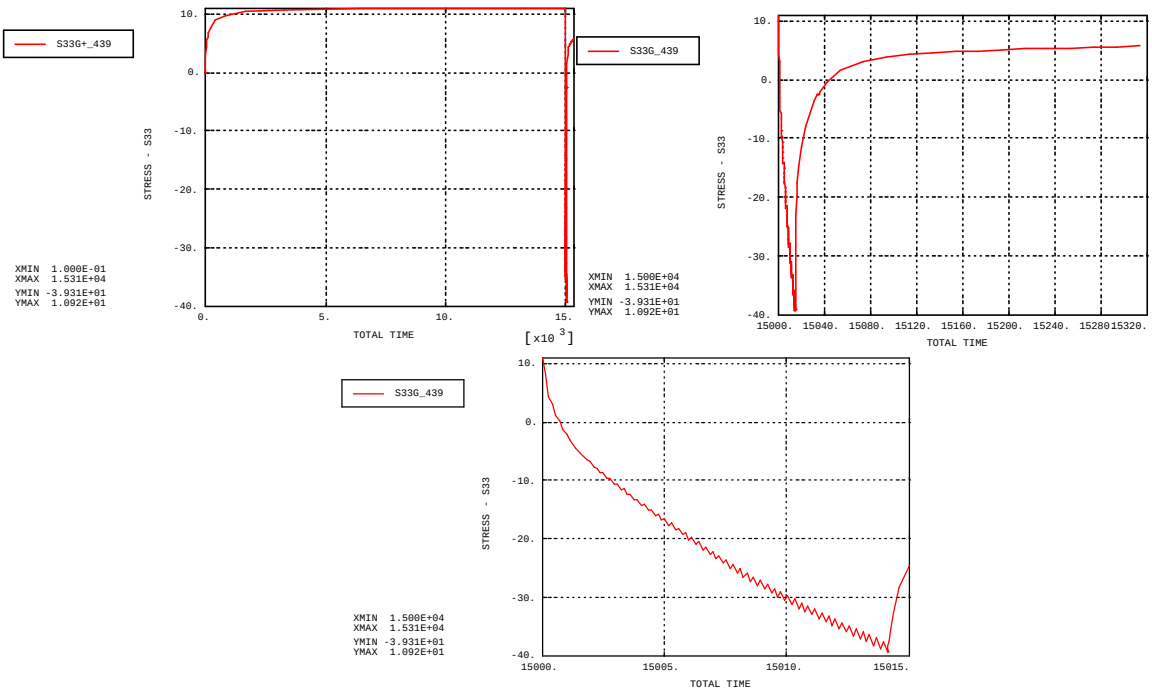


Figure 5-32 : Contrainte tangentielle dans le graphite : lors du recuit et du protocole (gauche), lors du protocole (droite), lors des 50 clichés du protocole (centre); loi EVP.

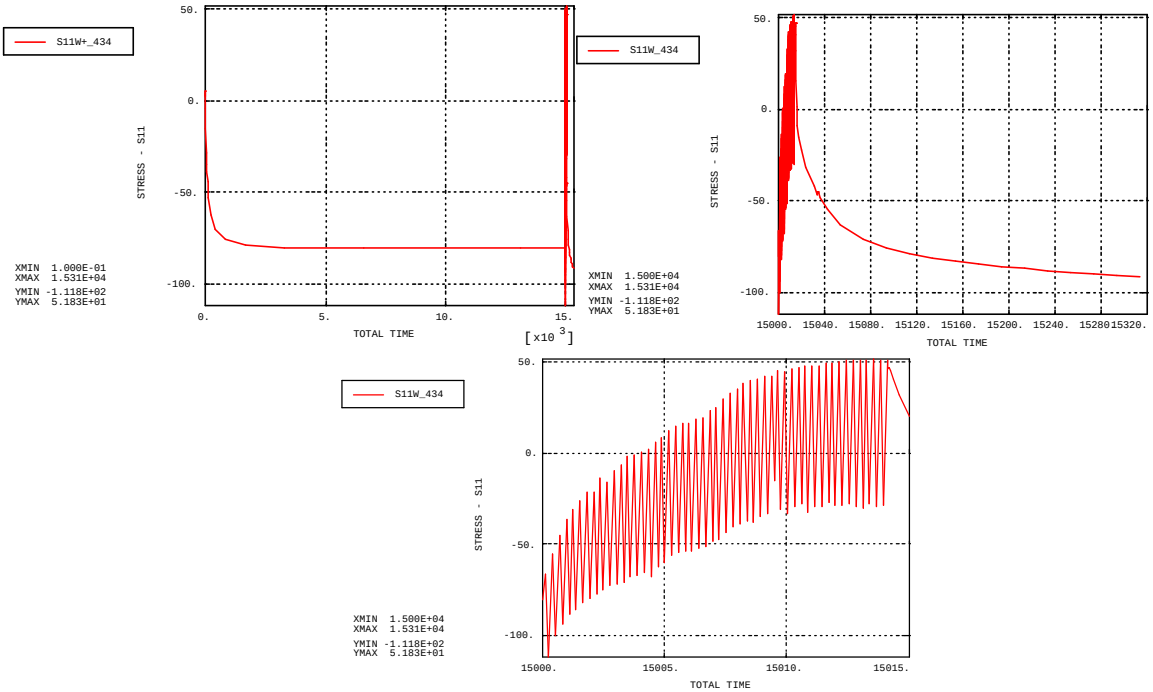


Figure 5-33 : Contrainte radiale dans le tungstène : lors du recuit et du protocole (gauche), lors du protocole (droite), lors des 50 clichés du protocole (centre); loi EVP.

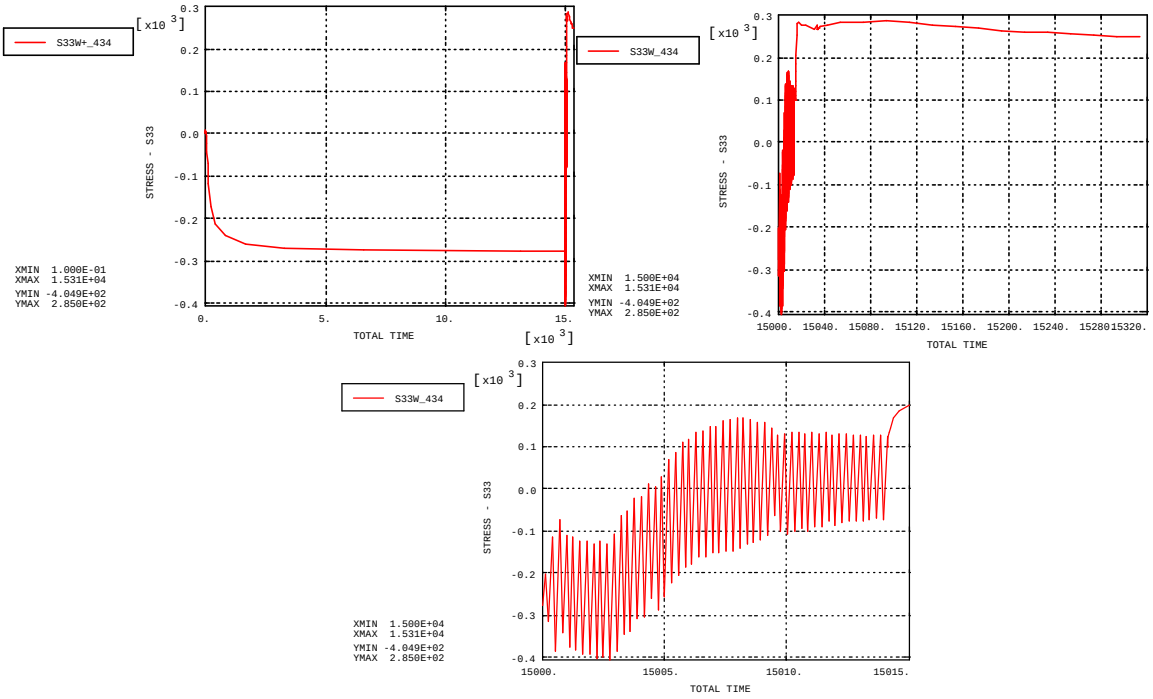


Figure 5-34 : Contrainte tangentielle dans le tungstène : lors du recuit et du protocole (gauche), lors du protocole (droite), lors des 50 clichés du protocole (centre); loi EVP.

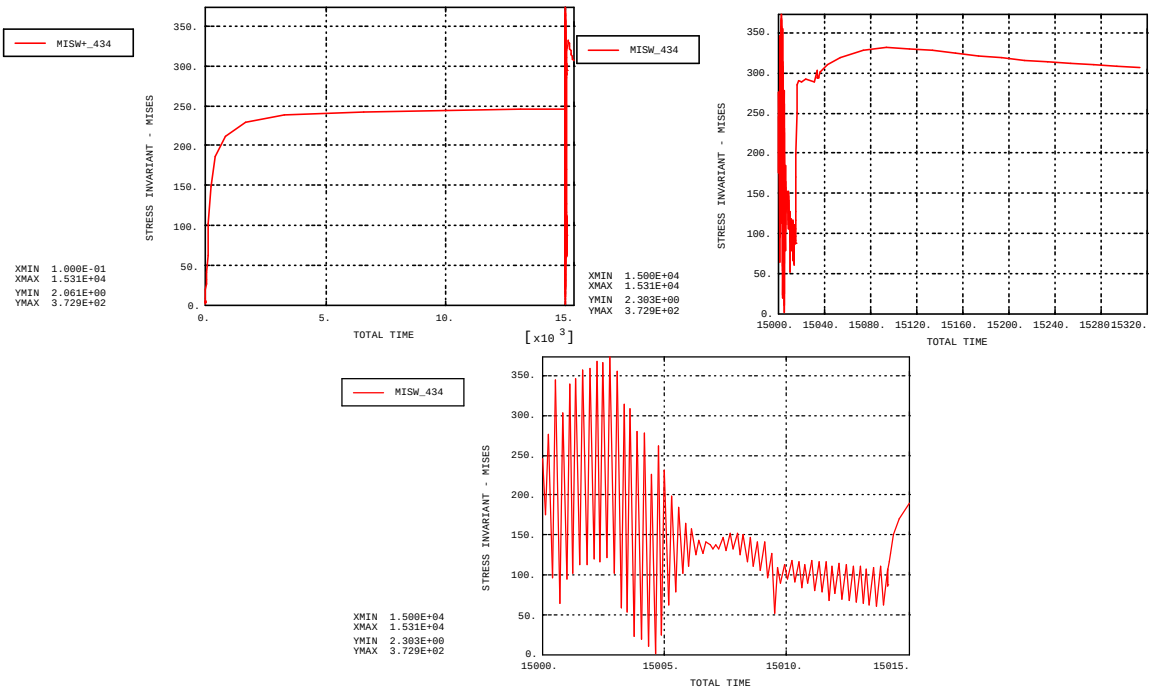


Figure 5-35 : Contrainte de Von Mises dans le tungstène : lors du recuit et du protocole (gauche), lors du protocole (droite), lors des 50 clichés du protocole (centre); loi EVP.

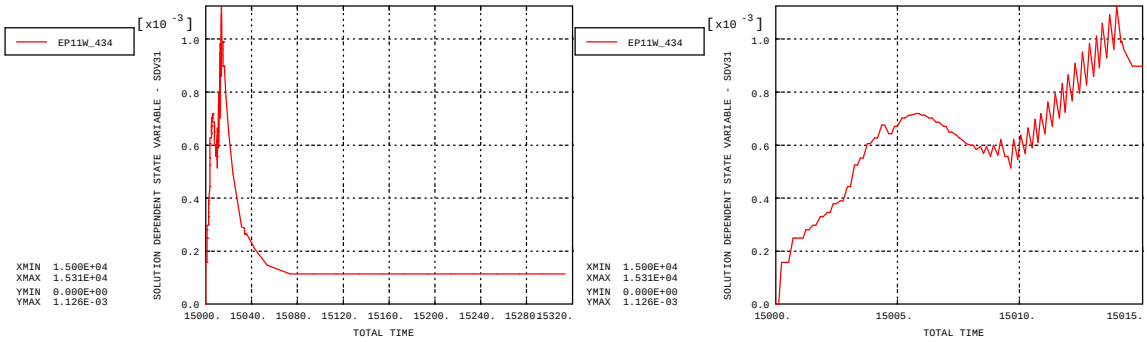


Figure 5-36 : Déformation plastique radiale dans le tungstène : lors du protocole entier (gauche), lors des 50 clichés du protocole (droite); loi EVP.

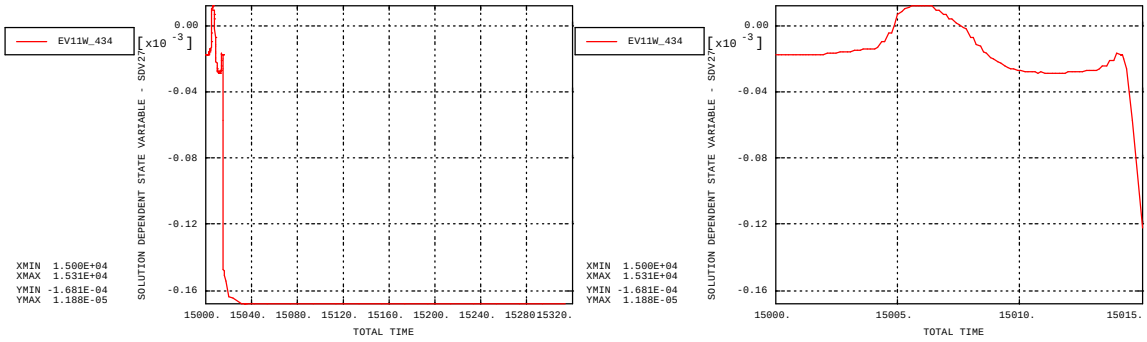


Figure 5-37 : Déformation viscoplastique radiale dans le tungstène : lors du protocole entier (gauche), lors des 50 clichés du protocole (droite); loi EVP.

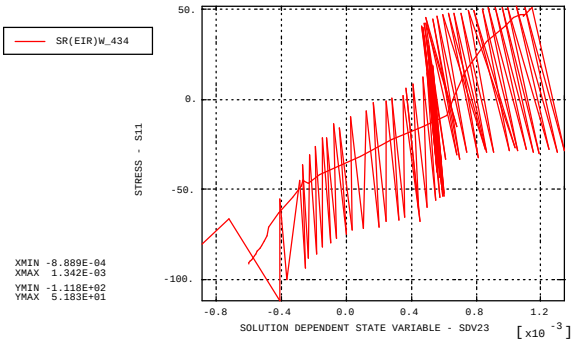


Figure 5-38 : contrainte radiale dans le tungstène en fonction de la déformation inélastique radiale; loi EVP.

L'analyse que nous avons menée § 3.5, inspirée par les cartes d'Ashby, nous avait fourni, à partir de la contrainte à 0,2% de déformation, une image de la contrainte moyenne de cisaillement en fonction de la température. La Figure 5-39, issue de cette analyse, a pour but de comparer la contrainte de cisaillement de limite d'élasticité aux niveaux de contrainte de von Mises atteints par le tungstène au cours d'un protocole (Figure 5-35). Une forte baisse de la contrainte de cisaillement apparaît au delà de 1200°C. La chute de la contrainte de Von Mises, observée précédemment sur la piste en tungstène quatre secondes après le début du protocole (Figure 5-40) est en accord avec cette observation, car elle opère à environ 1200°C, pour un niveau de contrainte similaire (entre 250 et 300 MPa) (Figure 5-40).

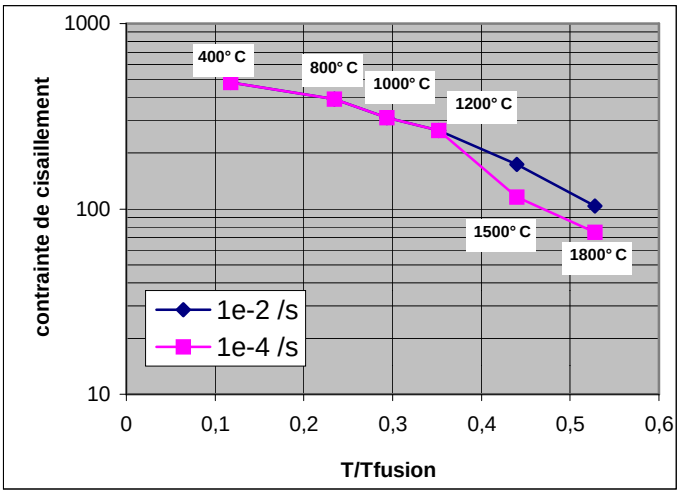


Figure 5-39 : Carte de la contrainte de cisaillement calculée, à 0,2% de déformation inélastique, en fonction de la température réduite (°C/°C).

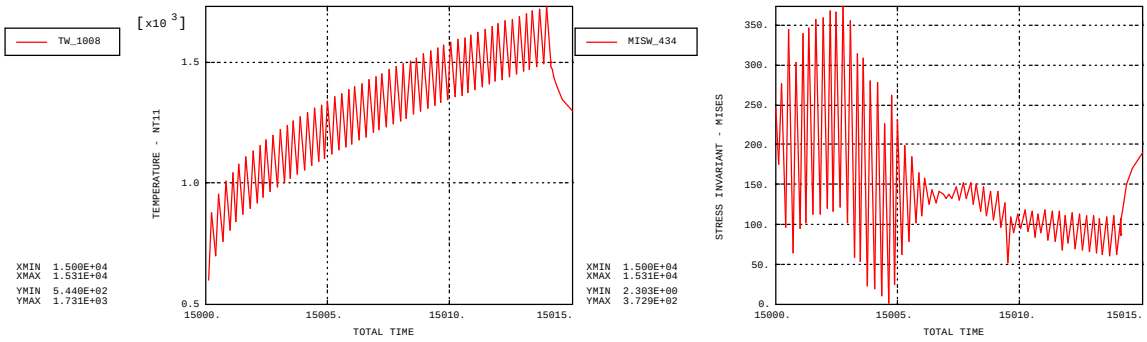


Figure 5-40 : Température et Contrainte de Von Mises associée sur la piste en tungstène lors des 50 clichés du protocole (calcul élastoviscoplastique).

Courbes EP :

Regardons maintenant les variables dans le cas d'une loi élastoplastique pour le tungstène.

Dans le graphite sous la piste, la contrainte radiale (Figure 5-41) et la contrainte tangentielle (Figure 5-42) sont analogues à leurs homologues calculées avec une loi élastoviscoplastique (Figure 5-31 et Figure 5-32).

Pour le tungstène, on note également peu de différence entre la contrainte de Von Mises de la loi élastoplastique (Figure 5-43) et celle de la loi élastoviscoplastique vue précédemment (Figure 5-35).
Par contre la déformation plastique radiale du tungstène au cours du protocole dépend de la loi utilisée. On le remarque surtout sur le niveau en fin de protocole. Alors qu'avec la loi élastoviscoplastique, la déformation plastique radiale vaut environ +0,012% (Figure 5-36), avec la loi élastoplastique elle est environ dix fois plus faible (Figure 5-44).
La déformation inélastique quelle que soit la loi considérée, est du même ordre. En effet, dans le cadre de la loi élastoviscopastique à double déformation inélastique, celle-ci est la somme de deux déformations (plastique et viscoplastique), qui se trouvent dans ce cas être très faibles.

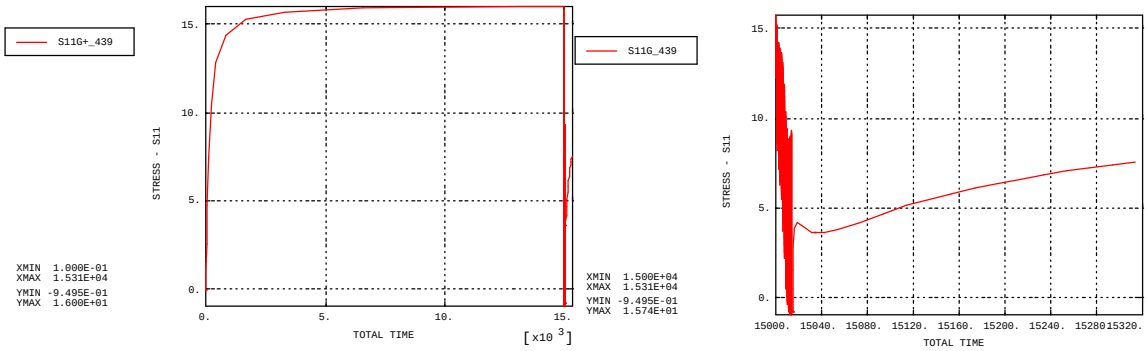


Figure 5-41 : Contrainte radiale dans le graphite : lors du recuit et du protocole (gauche), lors du protocole (droite); loi EP.

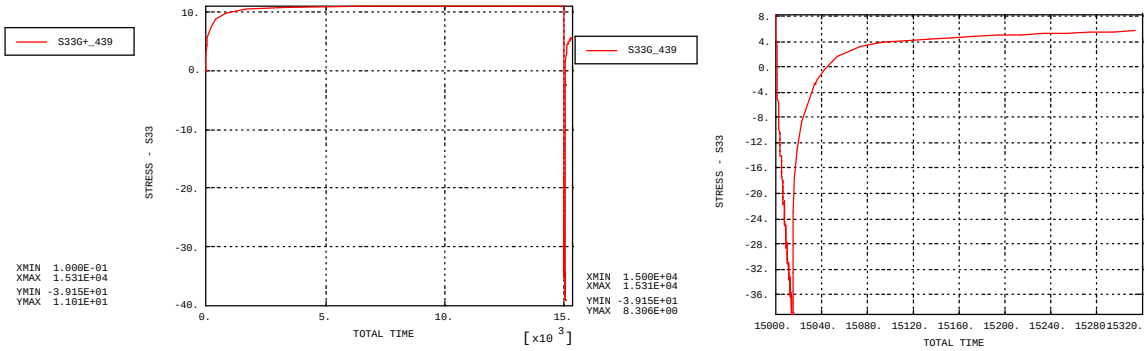


Figure 5-42 : Contrainte tangentielle dans le graphite : lors du recuit et du protocole (gauche), lors du protocole (droite); loi EP.

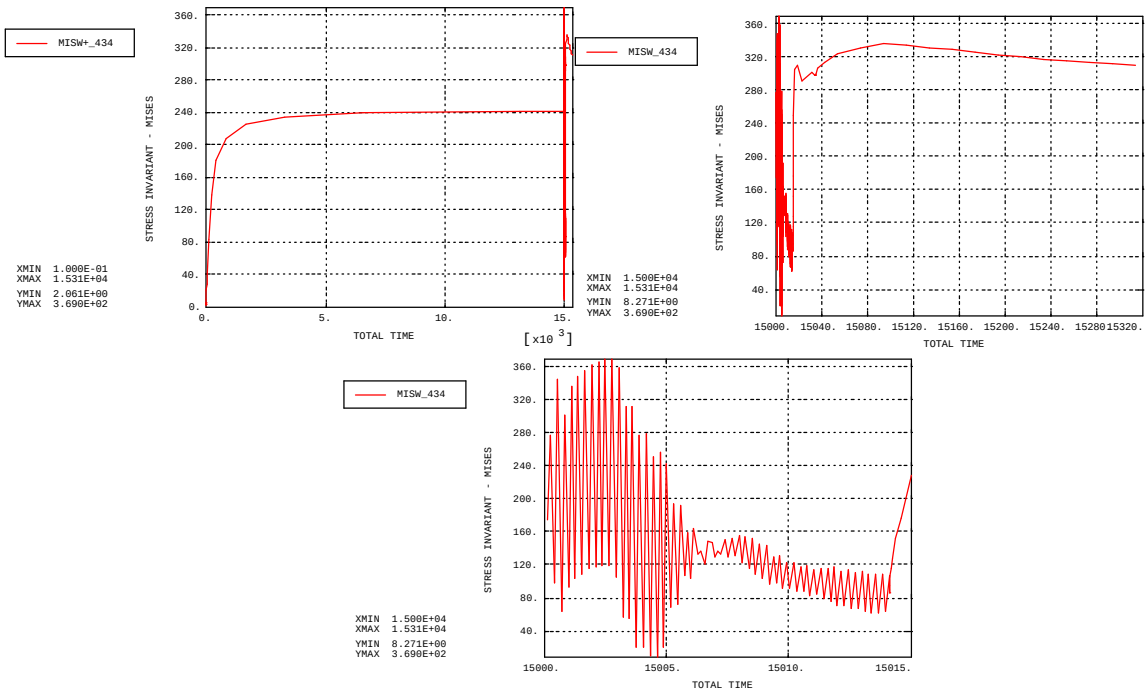


Figure 5-43 : Contrainte de Von Mises dans le tungstène : lors du recuit et du protocole (gauche), lors du protocole (droite), lors des 50 clichés du protocole (centre); loi EP.

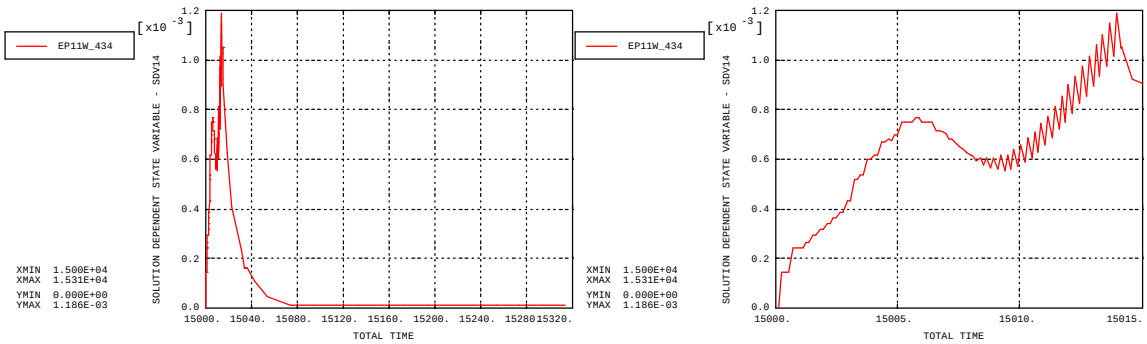


Figure 5-44 : Déformation plastique radiale dans le tungstène : lors du protocole entier (gauche), lors des 50 clichés du protocole (droite); loi EP.

Cette analyse montre que le fluage :

- n'intervient de manière significative sur les déformations inélastiques qu'à très haute température, en fin de protocole.
- n'a que très peu d'action sur les contraintes aux instants critiques où celles-ci sont maximales.

<u>En résumé, considérer une loi élastoviscoplastique pour la simulation du protocole ne change que peu les valeurs des contraintes calculées par rapport à une loi élastoplastique.</u>
<u>Les valeurs des déformations dépendent par contre de la loi considérée.</u>

La contrainte dans le graphite augmentant lors du refroidissement de l'anode, nous allons par la suite nous intéresser au refroidissement complet jusqu'à température ambiante.

5.6 RESULTATS DU PROTOCOLE LONG.

Le protocole long se distingue du protocole court précédemment étudié, par le fait que l'étape de refroidissement naturel plus longue permet à l'anode de revenir à la température ambiante. Ce protocole long représente la fin d'une journée d'usage de l'appareil d'imagerie chez le médecin.

La séquence de chauffage du protocole long est identique à celle du court (50 cycles d' allumage / extinction du faisceau d' électrons de durées respectives 120 et 160 millisecondes). L' étape de refroidissement, quant à elle, passe de 300 secondes à 15300 secondes, ce qui suffit pour ramener l'ensemble de l'anode à la température ambiante. La

température de la piste en tungstène est représentée sur la Figure 5-45. Les résultats de la simulation sont naturellement identiques à ceux du protocole initial pendant les 314 secondes communes aux deux protocoles.

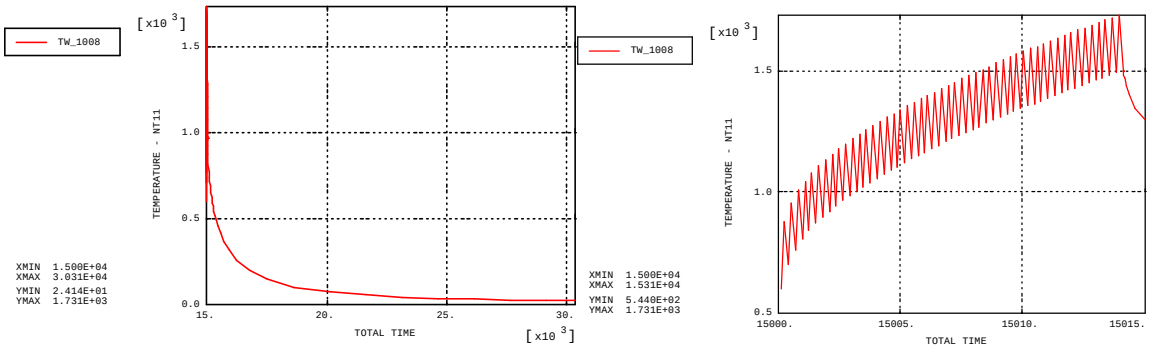


Figure 5-45 : Température sur la piste en tungstène au point d'impact du faisceau lors du protocole long ; ensemble du protocole (gauche) et 50 clichés (droite).

Compte-tenu de la faible contribution de la viscoplasticité sur les valeurs des contraintes (§ 5.5), nous avons considéré la loi élasto-plastique du tungstène pour cette étude du protocole long. Nous justifions notre choix par le fait que, bien que la durée du protocole soit très fortement augmentée, la température de l'anode, relativement basse pendant cet incrément de temps, ne permet pas l'activation du fluage, la température maximale dans le dépôt en tungstène ne dépassant pas 600°C.

Intéressons-nous à la contrainte dans le graphite sous la piste à la fin d'un protocole long. La température dans l'anode est alors homogène. Les contraintes radiales et tangentielles dans le substrat en graphite associées sont reportées sur les Figure 5-46 et Figure 5-47. Ces mêmes contraintes dans le graphite sous la piste apparaissent aux Figure 5-48 et Figure 5-49. On peut ainsi voir que la contrainte radiale atteint environ 12 MPa sous la piste (soit environ 30% de plus qu'avec le protocole court), et 21 MPa autour de celle-ci (valeur peu différente de celle calculée après recuit). Le changement des contraintes est aussi notable sur le comportement du tungstène puisque, comme le montre la Figure 5-50, la contrainte de Von Mises diminue de 310 MPa (à la fin du protocole court) à 290 MPa.
Les évolutions des contraintes dans le graphite et le tungstène, suite au refroidissement du protocole long (Figure 5-51), sont visibles respectivement sur les Figure 5-52 et Figure 5-53.
On voit bien qu'à la fin du protocole long, la piste en graphite, bien que plus contrainte qu'en fin de protocole court, l'est nettement moins qu'après le recuit.
La déformation plastique dans le tungstène sous la piste est stabilisée suite au protocole long (Figure 5-54).

En résumé, le refroidissement jusqu'à température ambiante après un protocole, sollicite davantage le graphite sous la piste qu'un simple protocole court, sans toutefois approcher la limite à rupture du graphite, 35 MPa, ni dépasser le niveau des contraintes obtenu après le recuit de dégazage. Autour de la piste, par contre, le niveau d'après recuit de 20 MPa dans le graphite est de nouveau atteint, voire légèrement dépassé.
Le refroidissement final du protocole ne semble donc pas se présenter comme une sollicitation particulièrement critique pour l'anode.

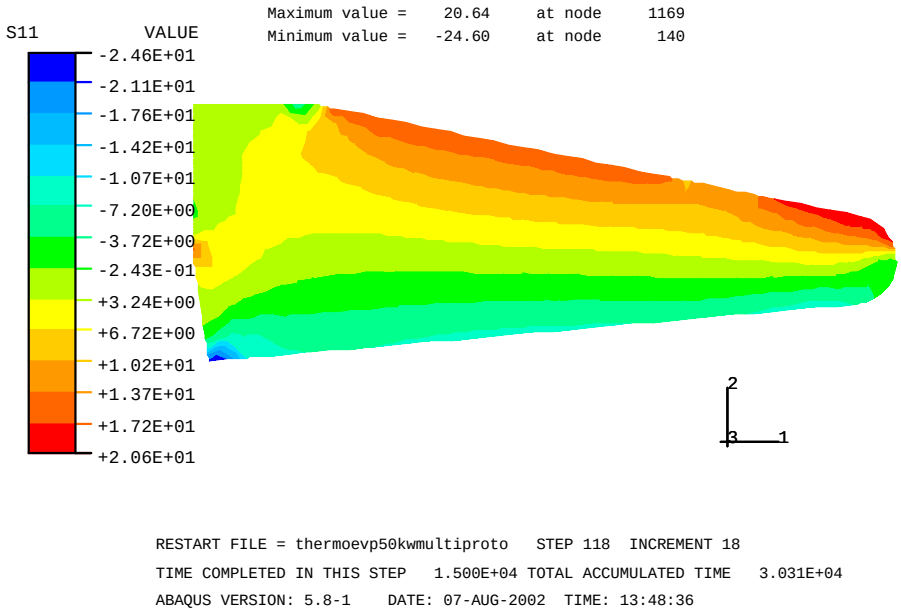


Figure 5-46 : Contraintes radiales dans le graphite à la fin du protocole long.

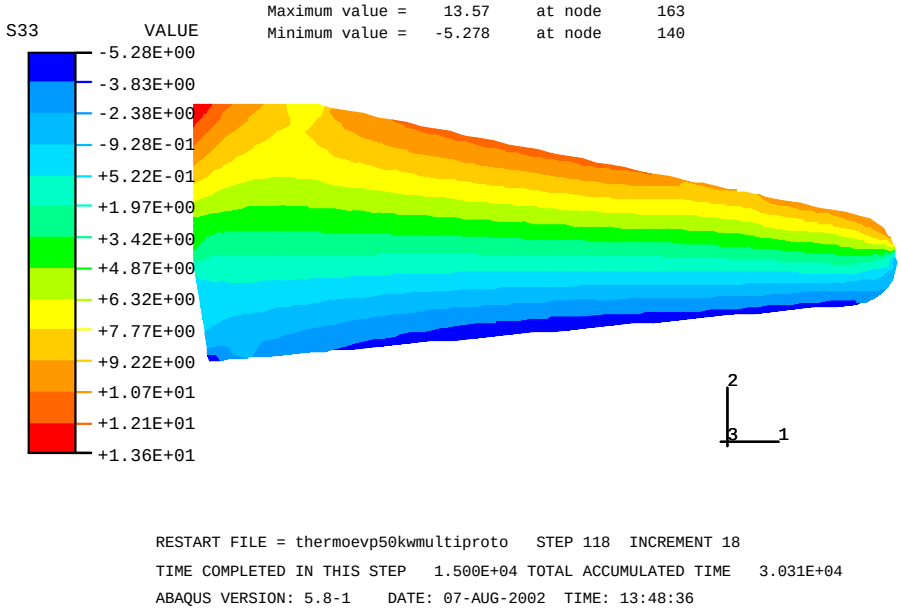


Figure 5-47 : Contraintes tangentielles dans le graphite à la fin du protocole long.

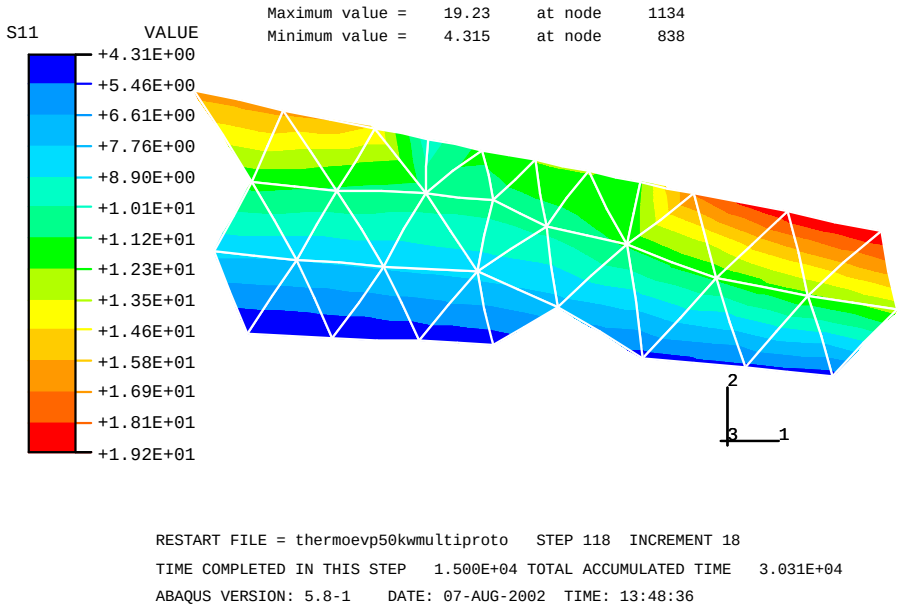


Figure 5-48 : Contraintes radiales dans le graphite, piste bombardée, à la fin du protocole long.

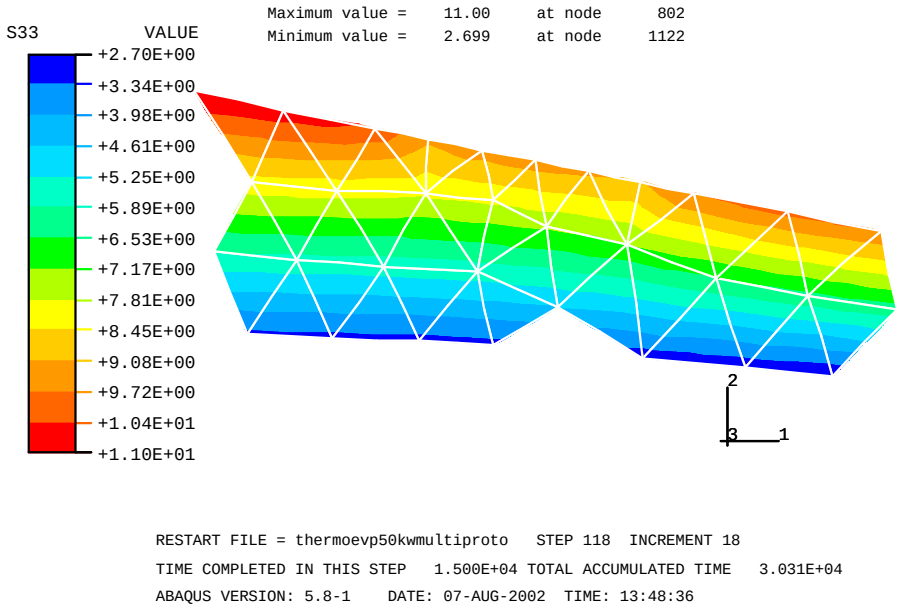


Figure 5-49 : Contraintes tangentielles dans le graphite, piste bombardée, à la fin du protocole long.

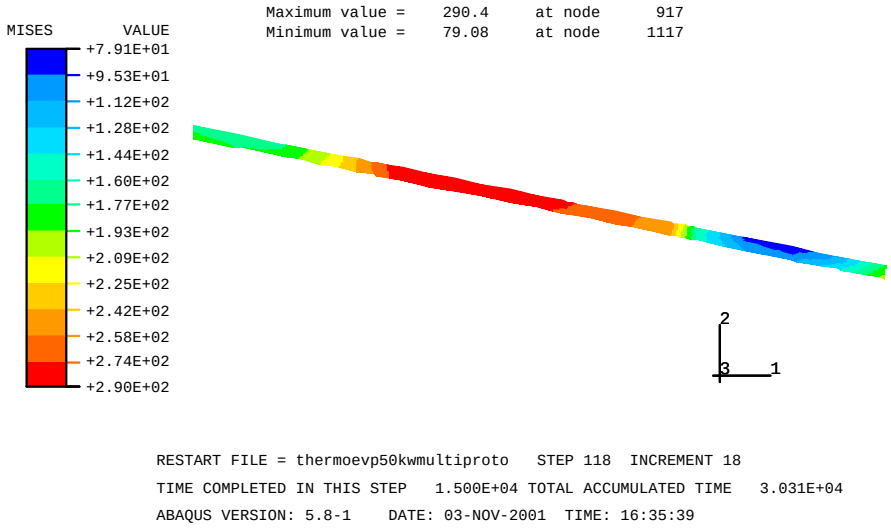


Figure 5-50 : Contraintes de Von Mises dans le tungstène, piste bombardée, à la fin du protocole long.

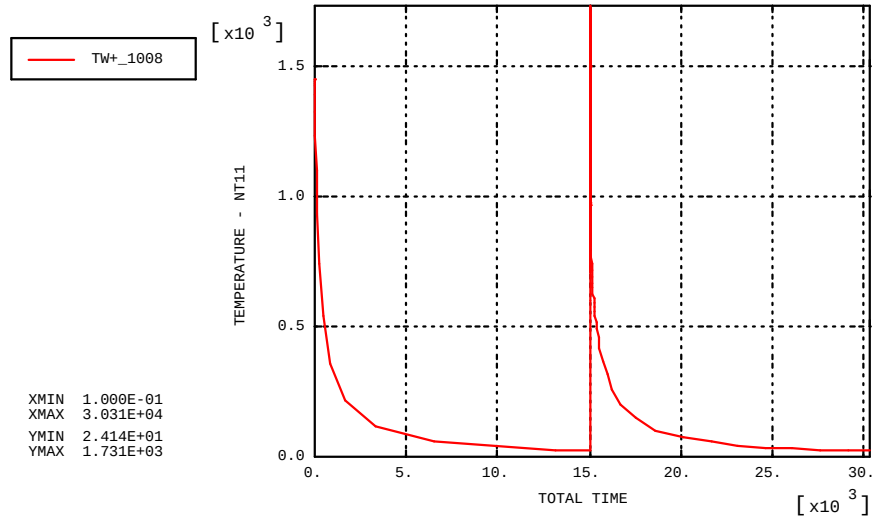


Figure 5-51 : Température sur la piste : lors du recuit et du protocole long (gauche).

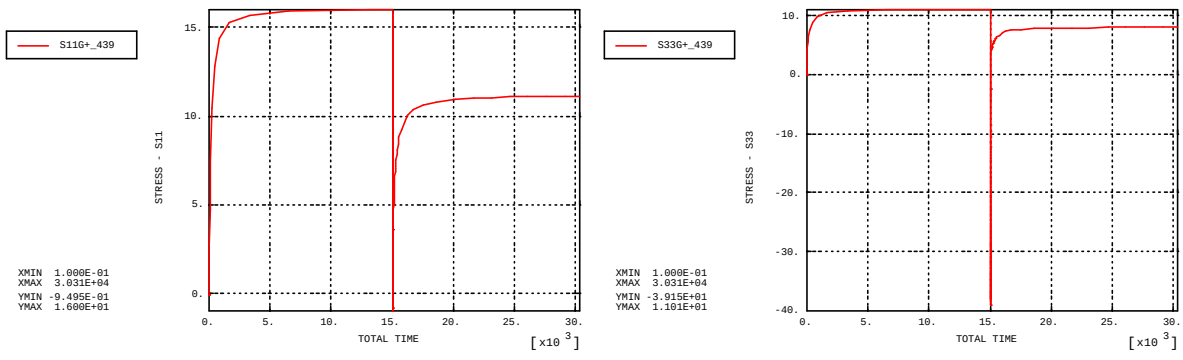


Figure 5-52 : Contrainte radiale(gauche) et tangentielle(droite) dans le graphite sous la piste: lors du recuit et du protocole long.

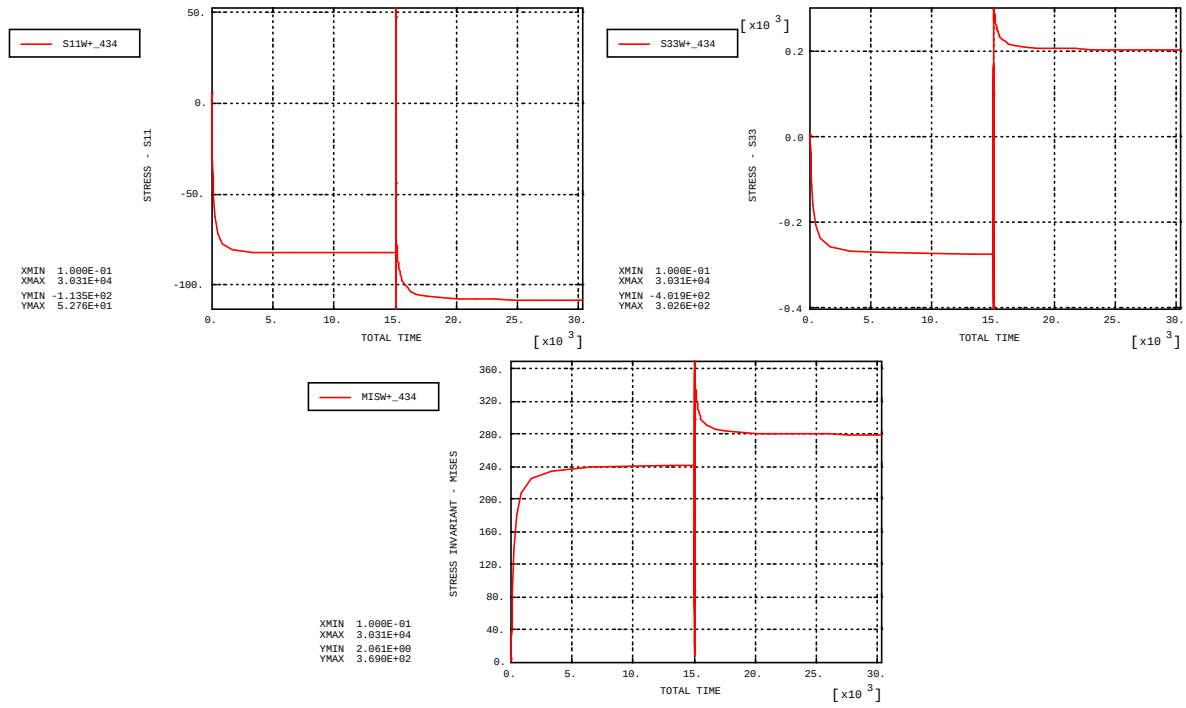


Figure 5-53 : Contrainte radiale(gauche), tangentielle(droite) et de Von Mises(centre) dans le tungstène de la piste: lors du recuit et du protocole long.

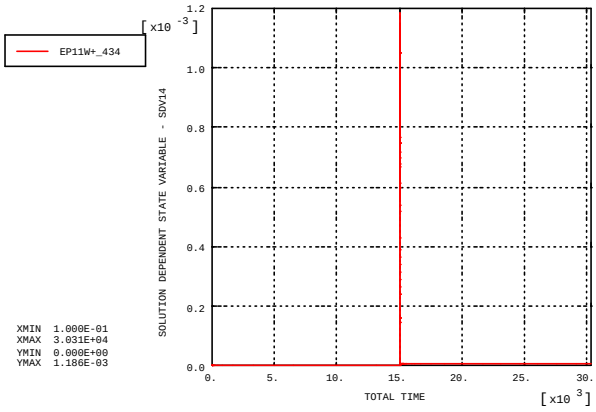


Figure 5-54 : Déformation plastique radiale dans le tungstène de la piste: lors du recuit et du protocole long.

5.7 RESULTATS DE 5 PROTOCOLES LONGS.

Comme nous venons de le voir, l'application d'un protocole long postérieur au recuit conduit à une augmentation de la déformation plastique cumulée, ainsi qu'à une contrainte résiduelle dans le tungstène. Nous nous proposons ici de vérifier si cet effet de rochet se stabilise au cours du temps en appliquant une succession de 5 protocoles longs à l'anode.

La Figure 5-55 montre l'évolution de la température sur la piste en tungstène au cours de l'enchaînement des protocoles.
Le protocole long est répété cinq fois, chacun conduisant à des conditions limites identiques : température maximale atteinte par la piste de 1731°C puis descente jusqu'à une température homogène de 24°C.

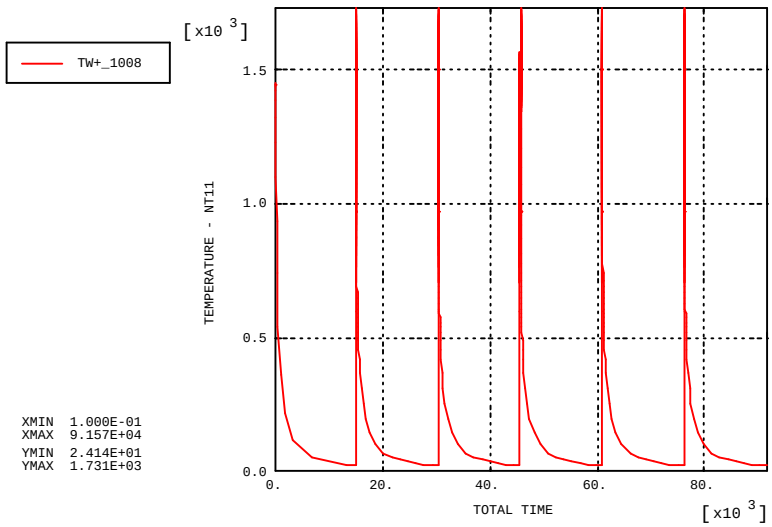


Figure 5-55 : Température sur la piste en tungstène lors du recuit et des 5 protocoles longs.

Ces calculs seront, comme précédemment, réalisés avec le modèle de comportement élastoplastique, donc en négligeant le fluage.

Que ce soit dans le substrat en graphite (Figure 5-56) où dans le dépôt en tungstène (Figure 5-57), l'état de contrainte ne diverge pas avec la répétition de protocoles. On peut observer une légère baisse de la contrainte radiale dans le graphite entre le premier et le deuxième protocole. La valeur est stable sur les protocoles suivants.
A la fin du cinquième protocole (Figure 5-60, Figure 5-61, Figure 5-62 et Figure 5-63), comme à la fin du premier, la contrainte maximale est située autour de la piste et varie peu en fonction du nombre de cycles. Les champs de Von Mises dans le tungstène n'évoluent pas non plus au cours du cyclage (Figure 5-50 et Figure 5-64).
L'évolution de la déformation plastique dans le tungstène de la piste est reportée sur la Figure 5-58 et la Figure 5-59. La déformation plastique augmente lors des premiers protocoles mais finit par se stabiliser.

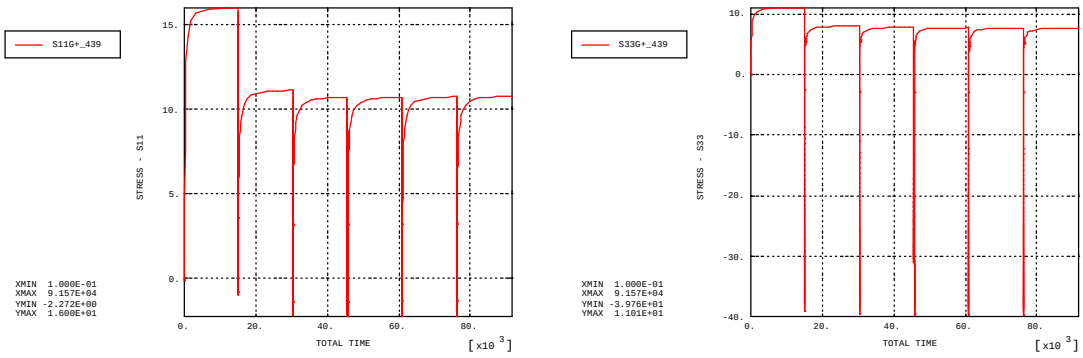
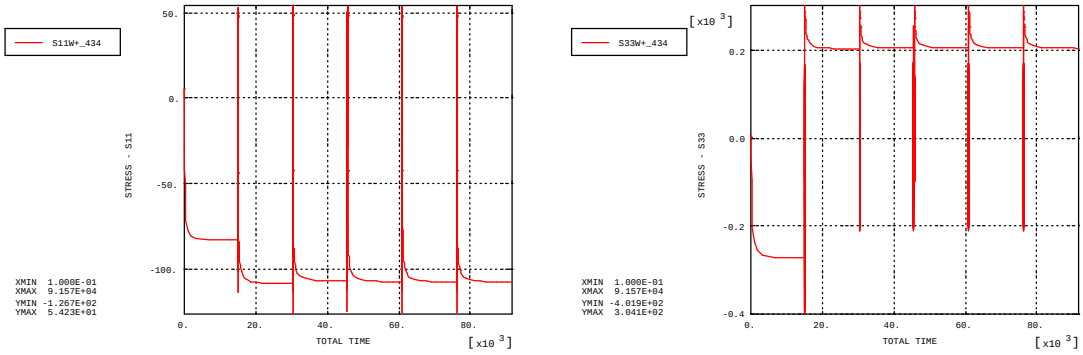


Figure 5-56 : Contrainte radiale(gauche) et tangentielle(droite) dans le graphite sous la piste: lors du recuit et des 5 protocoles longs.



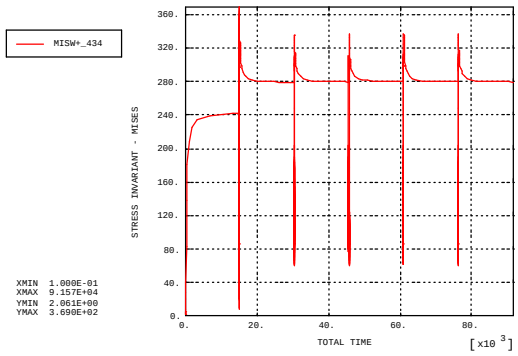


Figure 5-57 : Contrainte radiale(gauche), tangentielle(droite) et de Von Mises(centre) dans le tungstène de la piste lors du recuit et des 5 protocoles longs.

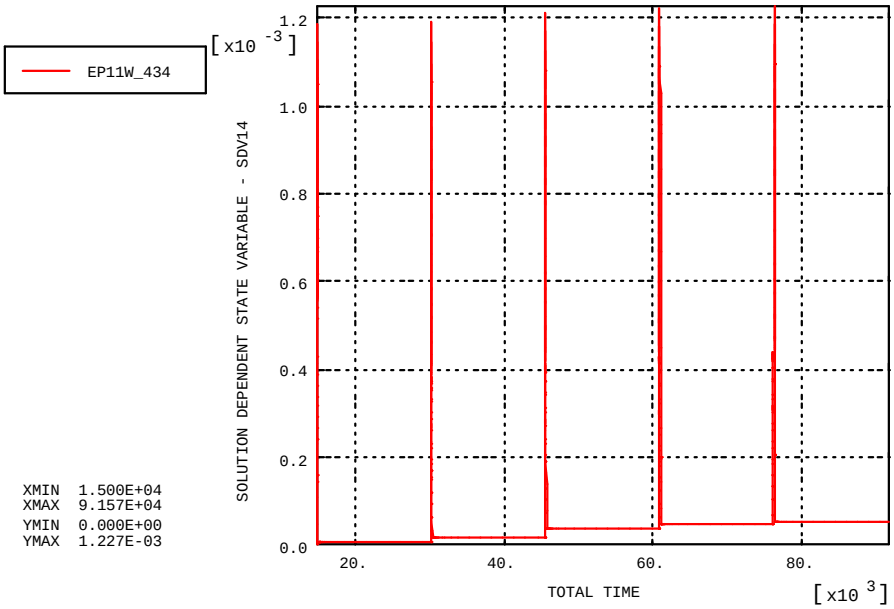


Figure 5-58 : Déformation plastique radiale dans le tungstène de la piste lors des 5 protocoles longs.

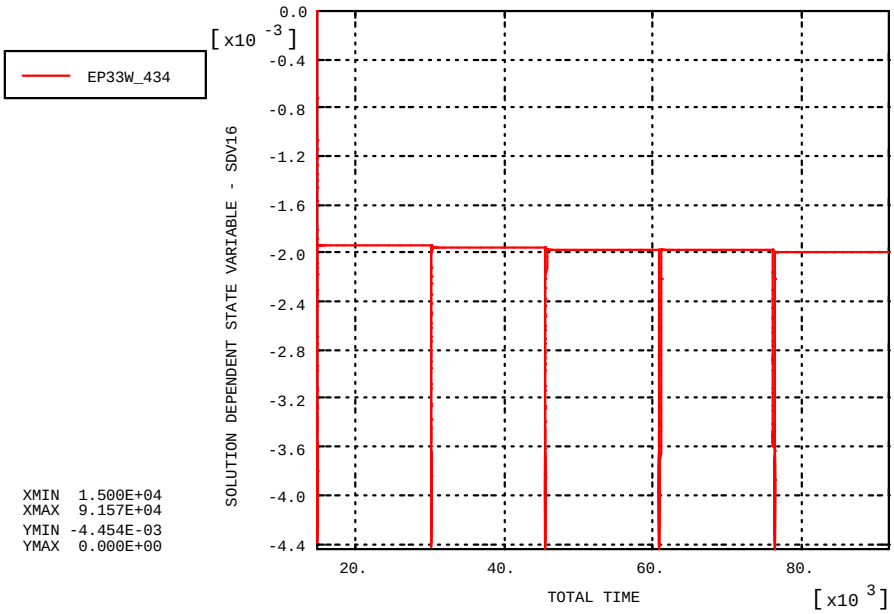


Figure 5-59 : Déformation plastique tangentielle dans le tungstène de la piste lors des 5 protocoles longs.

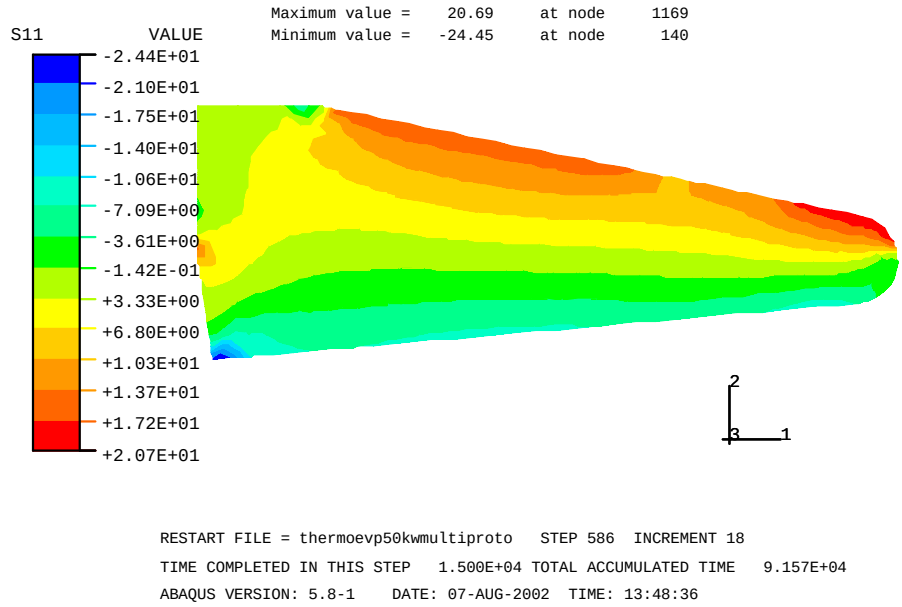


Figure 5-60 : Contraintes radiales dans le graphite à la fin des 5 protocoles longs.

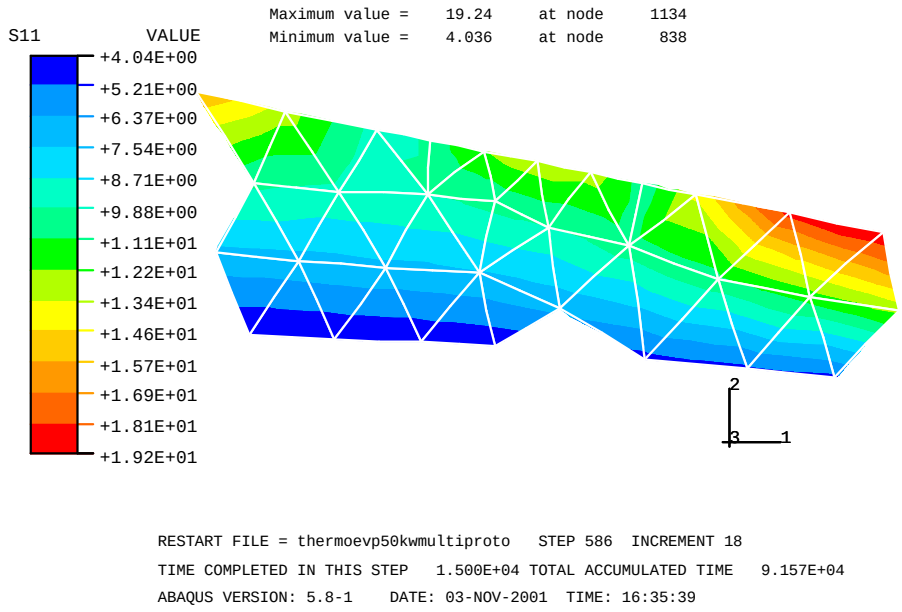


Figure 5-61 : Contraintes radiales dans le graphite, piste bombardée, à la fin des 5 protocoles longs.

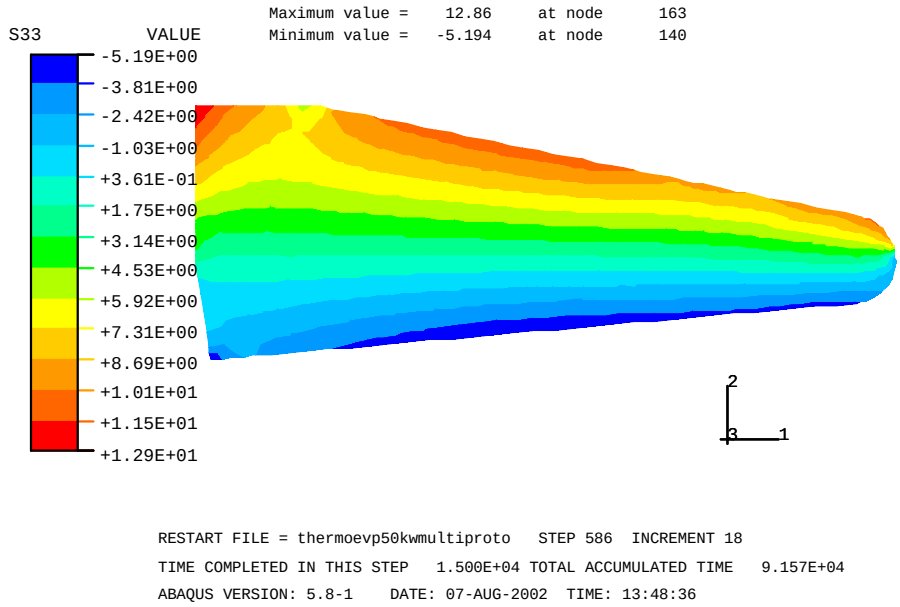


Figure 5-62 : Contraintes tangentielles dans le graphite à la fin des 5 protocoles longs.

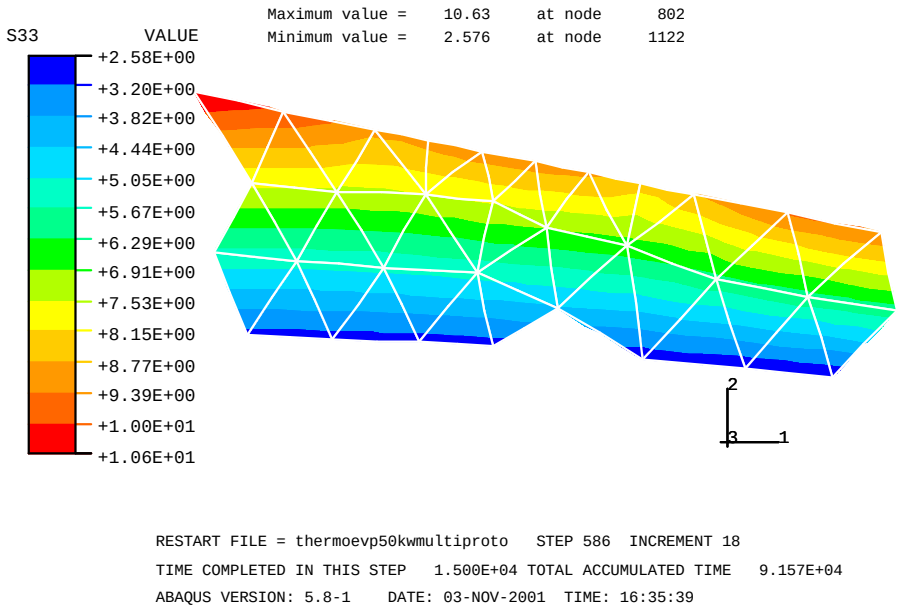


Figure 5-63 : Contraintes tangentielles dans le graphite, piste bombardée, à la fin des 5 protocoles longs.

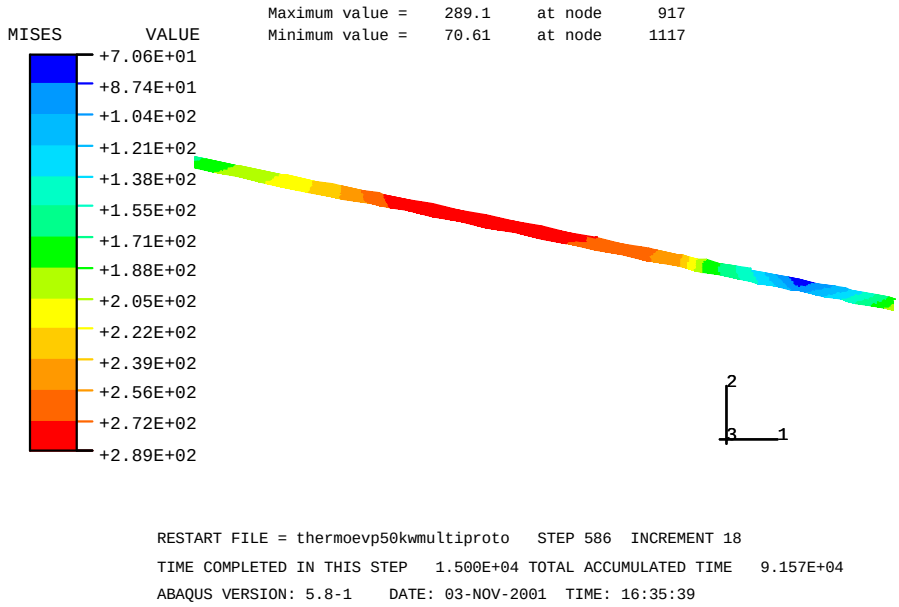


Figure 5-64 : Contraintes de Von Mises dans le tungstène, piste bombardée, à la fin des 5 protocoles longs.

En résumé, la simulation de la répétition de protocoles longs montrent que celle-ci conduit rapidement à un cycle stabilisé pour lequel contraintes et déformations se répètent d'un cycle à l'autre.

5.8 RECAPITULATIF.

Nous retiendrons que le refroidissement depuis 1450°C provoque dans l'anode des contraintes résiduelles importantes de traction dans le graphite (20 MPa) et de compression dans le tungstène (400 MPa). Pour le graphite, les contraintes s'élèvent à près des deux tiers de sa résistance à la rupture (35 MPa).

Le protocole sollicite davantage le graphite en traction jusque 29 MPa et le contraint en compression jusqu'environ le tiers de sa résistance à rupture. Le tungstène passe en traction au cours du protocole, tout en accumulant une déformation inélastique.

La répétition de protocoles longs n'entraîne pas de divergence des contraintes et des déformation dans le graphite ou le tungstène. L'effet de rochet observé à la fin du premier protocole long se stabilise rapidement et conduit à des contraintes et des déformations répétitives au cours des cycles.

6 RESUME ET PERSPECTIVES

Ce travail a concerné les anodes tournantes légères utilisées pour la production de rayons X dans les scanners médicaux. Ces anodes sont constituées de graphite revêtu de tungstène par projection plasma à basse pression. Nous nous sommes intéressés au comportement mécanique des matériaux constituants (particulièrement le tungstène) dans les conditions de sollicitations thermomécaniques intenses rencontrées durant la vie en service des anodes.

La première étape de ce travail a été une phase d'identification du problème posé. Nous avons ainsi cerné les conditions de sollicitation en service en termes de fréquence d'excitation, de température, de déformation et de vitesse de déformation. Des expertises d'anodes usagées ont permis de dégager les principaux modes d'endommagement en service.

Pour caractériser le comportement mécanique des matériaux, un dispositif d'essai existant a été adapté pour pouvoir travailler sur des éprouvettes de flexion de petite taille. Les procédures d'essai ont, quant à elles, été choisies pour générer des sollicitations proches de celles associées au fonctionnement. Dans toute la plage de température investiguée (ambiante à 1800°C), notre graphite s'est avéré posséder un comportement élastique fragile.

Le comportement du tungstène s'est révélé plus complexe : élastique-fragile jusqu'à 400°C, il devient ensuite plastique pour devenir sensible au fluage à partir de 1200°C. Des trajets de chargement originaux ont permis de mettre en évidence l'existence d'une contrainte interne de rappel, ainsi qu'un couplage entre déformations plastiques et déformations visqueuses.

Une loi phénoménologique originale de comportement, à double déformation inélastique, plastique et viscoplastique avec un terme d'interaction entre les deux mécanismes d'écoulement, a donc été nécessaire pour décrire le comportement mécanique du tungstène. L'écrouissage par chacun des écoulements est traduit par des variables cinématiques. L'identification numérique des paramètres a été réalisée par un optimiseur, couplé à un code de calcul par éléments finis simulant l'essai de flexion. La loi ainsi établie a été finalement validée en confrontant ses prévisions au comportement observé expérimentalement pour des trajets de chargement complexes.

Cette loi de comportement a finalement été utilisée pour simuler les conditions d'utilisation d'une anode réelle. On a ainsi calculé, à l'aide d'un maillage bidimensionnel axisymétrique, les contraintes générées par le refroidissement post-recuit, une puis plusieurs séries de clichés radiographiques, et enfin un refroidissement total après utilisation. La répétition de séries de clichés conduit rapidement à des cycles stabilisés. Contrairement aux simples simulations thermoélastiques réalisées préalablement à ce travail, les niveaux de contraintes calculés sont réalistes et demeurent inférieurs à la résistance à la rupture des matériaux. Cette simulation peut d'ores et déjà être utilisée industriellement pour évaluer l'influence d'une modification de la géométrie de l'anode et/ou des conditions de sollicitation sur les contraintes en service.

Un prolongement naturel de ce travail consisterait à s'intéresser désormais aux critères d'endommagement et de rupture des matériaux. Le tungstène est-il, dans ces conditions, sensible à la fatigue ou bien les températures élevées atteintes suffisent-elles à le restaurer ? Quel est le véritable rôle sur les contraintes du faïençage observé sur certaines anodes ? Une fissure amorcée dans le tungstène peut-elle se transmettre à travers l'interface au graphite sous-jacent ? Le graphite élastique-fragile peut-il en service être le siège de fissurations localisées amorcées à partir de défauts préexistants ?

Ces questions ne sont que quelques exemples de problèmes qui devraient être traités avant de prétendre parvenir à un véritable modèle prédictif d'endommagement et de rupture des anodes.

ANNEXES.

Annexe 1: la projection plasma à arc soufflé sous basse pression

La schéma de la Figure 0-1 illustre le principe de la projection plasma. Un arc électrique génère un plasma par ionisation d'un mélange de gaz plasmagènes, dont la recombinaison génère une température qui peut atteindre 10000°C. La poudre du matériau à déposer est injectée par un gaz porteur (généralement de l'argon) dans le jet plasma. Les grains de poudre sont simultanément fondus et transportées par le jet plasma en direction du substrat sur lequel elles viennent s'écraser et se solidifier.

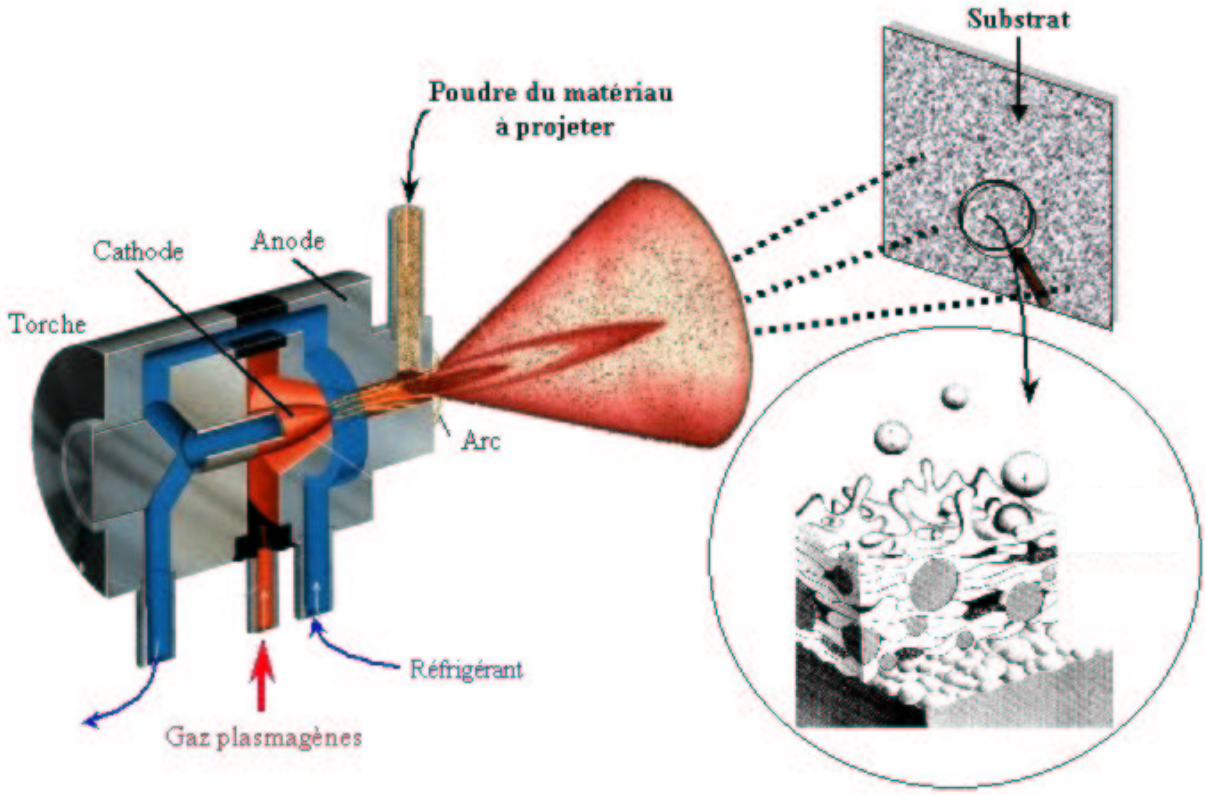


Figure 0-1 : Principe de la projection plasma (Guipont).

La technique de projection L.P.P.S. (Low Pressure Plasma Spraying) employée pour projeter le tungstène de notre étude opère sous faible pression d'argon (10 Torr). En pratique (Figure 0-2), la torche est fixée sur un bras mobile assurant la projection, parallèlement à l'axe, sur le disque-substrat en graphite mis en rotation.

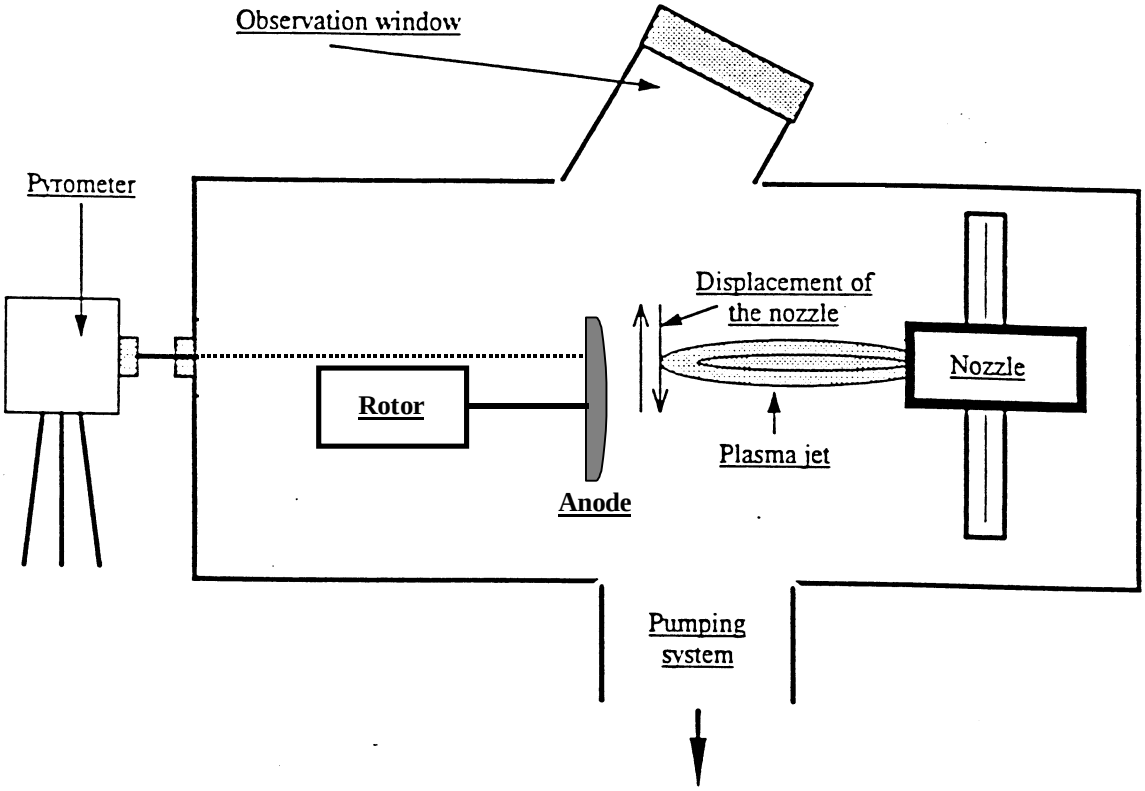


Figure 0-2: Schéma du dispositif de projection employé pour la projection L.P.P.S du tungstène sur les anodes.

Annexe 2: Transfert thermique selon le modèle du mur semi-infini.

L'équation de la chaleur décrivant le bilan d'énergie d'un système fermé s'écrit :

Variation d'énergie interne par unité de temps	=	Energie dissipée dans le système par unité de temps	+	Chaleur échangée avec l'extérieur

Sans transformation chimique ou physique du système, le terme de gauche se réduit à l'évolution de la température par l'intermédiaire de la capacité calorifique massique C. Sans production interne de chaleur, le premier terme de droite est nul. L'échange de chaleur par conduction est donné par l'équation d'équilibre: Q=-div q.
Les modes de transfert de chaleur sont la conduction, la convection et le rayonnement. Le modèle détaillé ici considère la seule conduction.
Selon Fourier, le transport de chaleur par conduction suit la loi suivante :

$$\vec{q} = -k\nabla T \qquad (1)$$

où q est le flux de chaleur traversant une unité de surface par unité de temps ($W/m^2.s$), T la température (°C), et k la conductivité thermique ($W.m^{-1}.°C^{-1}$).
L'équation de la chaleur s'écrit alors :

$$\rho.C.\frac{dT}{dt} = k\nabla^2 T \qquad (2)$$

avec:

ρ masse volumique du corps ($kg.m^{-3}$),
C capacité calorifique massique ($J.kg^{-1}.°C^{-1}$)
$\nabla^2 T$ Laplacien de la température, $\frac{\partial^2 T}{\partial x^2}+\frac{\partial^2 T}{\partial y^2}+\frac{\partial^2 T}{\partial z^2}$

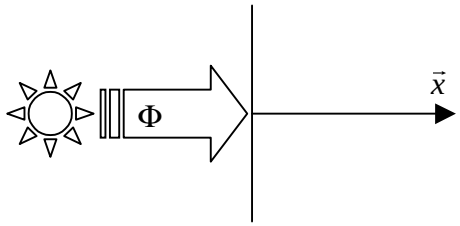
Le régime stationnaire atteint, le système obéit à l'équation suivante :

$$\alpha\nabla^2 T = 0 \qquad (3)$$

où $\alpha=k/\rho.C$ est appelé diffusivité (en m^2/s).

Dans le cas du mur semi-infini, on suppose que le flux de chaleur s'écoule suivant une seule direction x.

Initialement, la température T_0 est supposée uniforme.



Un flux constant, Φo est alors appliqué. La solution analytique de l'équation de Fourier (1) est la suivante :

$$T(x,t) = \frac{2\Phi_0}{b} * \sqrt{t} * ierfc(\frac{x}{2\sqrt{\alpha t}}) \qquad (4)$$

où $b=(k.\rho.C)^{1/2}$ est appelé effusivité ($W.s^{1/2}/m^2.°C$) et avec :

$$ierfc(x) = \int_{x}^{\infty} erfc(t)dt$$

$$erfc(t) = 1 - erf(t)$$

$$erf(t) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_{0}^{t} e^{-\tau^2} d\tau$$

ou *erf* est la fonction erreur.

On peut alors calculer, à partir de l'équation (4) la température en surface (x=0) :

$$T_s(0,t) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} * \frac{\Phi_0}{b} * \sqrt{t} \qquad (5)$$

Application à l'anode tournante de diamètre 150 mm pour application vasculaire:
Pour le tungstène, vers 1700°C (température de couronne maximum lors du protocole considéré dans cette étude), k, ρ et C valent respectivement 97 $W.m^{-1}.°C^{-1}$, 19300 $kg.m^{-}3$ et 184 $J.kg^{-1}.°C^{-1}$.
La puissance du faisceau incident est Φ_0=50 kW. La part transmise au foyer de l'anode n'est que de 70%, compte tenu du phénomène physique de rétrodiffusion des électrons. Les 30% complémentaires se répartissent en pratique de manière égale de part et d'autre du foyer. Dans le cadre de ce calcul de température d'impact au foyer, seule 70% de la puissance est donc considérée.
Le faisceau définit, sur la surface du tungstène, un foyer thermique rectangulaire de longueur l (dimension radiale) 9,53 mm et de largeur L (dimension orthoradiale) 1,5 mm.
Le temps à considérer est le temps de passage sous le faisceau.
L'anode tourne à une fréquence *f*=150 Hz (9000 tr/mn). Le rayon moyen de la couronne décrite par le foyer optique vaut *R*=59 mm. Le temps *t* se calcule donc par l'équation :

$$\mathrm{t} = \mathrm{L} / 2\pi.R.f \qquad (6)$$

L'incrément de température produit par le passage sous le faisceau, dit "température d'impact" s'exprime donc, à partir de (5) et (6), par :

$$T_i = \frac{\sqrt{2}}{\pi} . \frac{\Phi_0 . \sqrt{L}}{b . \sqrt{R.f}} \qquad (7)$$

Par ce calcul analytique, Ti est ainsi évaluée à environ 750°C.

Annexe 3: Validation du maillage 2D axisymétrique de l'anode utilisé pour la simulation thermique et la simulation mécanique.

Pour l'analyse thermique transitoire, il est préférable d'utiliser des éléments du second ordre plutôt que les éléments du premier ordre. En effet, avec ceux-ci les solutions peuvent être localement imprécises, du fait de la moyennation des termes de capacité calorifique. Nous avons choisi le maillage axisymétrique suivant (Figure 0-3), constitué de triangles à 6 nœuds pour le substrat, et quadrangles à 8 nœuds pour le dépôt.
Si elle ne doit pas être excessive (calculs trop longs), la finesse du maillage doit toutefois être suffisante pour conduire à une précision acceptable des calculs (i.e. un maillage ne conduit pas à une modification notable des résultats).

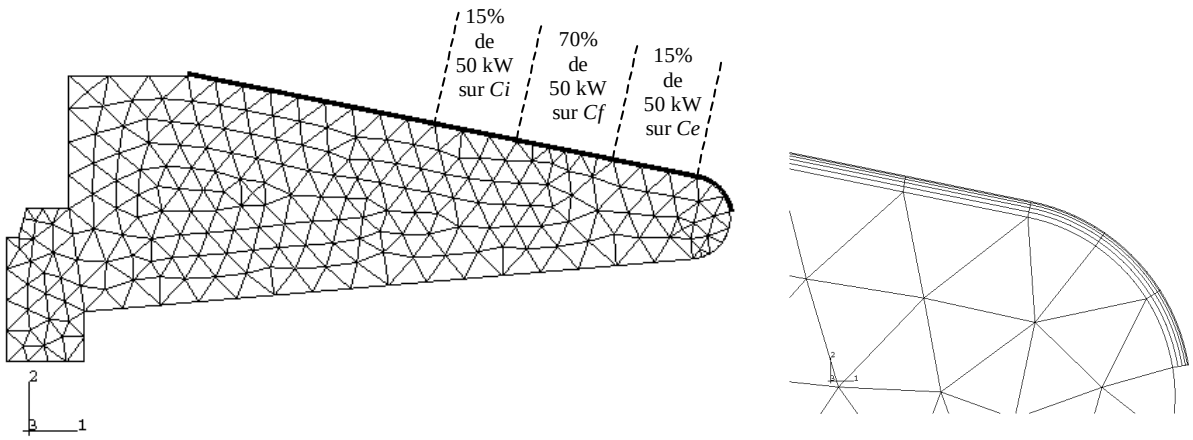


Figure 0-3 : Maillage de la demi-section de l' anode graphite/tungstène de diamètre 150mm et schématisation du chargement thermique.

Dans une analyse de transfert thermique transitoire, la stabilité de l'algorithme est conditionnée par le pas de temps (dépendant du raffinement du maillage). Si le pas de temps d'une étape du calcul est trop grand, alors des évolutions fausses de la température peuvent être calculées à certains incréments de l'étape de calcul, en particulier dans les zones à forts gradients thermiques. Pour éviter une telle situation, il est conseillé de respecter la règle suivante :

$$l^2 < \frac{6\lambda}{\rho C} t$$

où l est la taille maximum de l'élément, λ la conductivité, ρ la masse volumique, C la capacité calorifique et t l'incrément de temps minimum.
La durée minimale de l'analyse transitoire à calculer est de 120ms, durée d'une exposition sous le faisceau. En choisissant un incrément de temps minimum 100 fois plus petit, ce qui est raisonnable en calcul numérique, la longueur caractéristique l doit être inférieure à 0,4 mm pour le tungstène et 0,2 mm pour le graphite. Le maillage retenu remplit bien alors la condition requise pour le tungstène mais pas pour le graphite. Figure 0-4 et Figure 0-5
Pour valider ce maillage, nous avons réalisé un maillage plus fin (Figure 0-6) de l'anode,. Une simulation de l'ensemble du protocole a ensuite été menée avec les deux maillages afin de comparer les évolution de température au point le plus chaud de l'anode.
En comparant les profils de températures, issus des deux maillages (Figure 0-5 et Figure 0-7), à la fin du premier cliché, soit à 120 millisecondes, on s'aperçoit que les évolutions dans le graphite présentent moins d'oscillations dues à des artefacts numériques avec le maillage fin. Toutefois, on ne note pas de différence significative sur les valeurs calculées.
Compte tenu des lois de comportement complexes que nous envisagions de manipuler, nous nous sommes contentés du maillage le moins fin. En effet celui-ci conduit à des temps de calcul environ six fois moindres que le maillage le plus fin, ce qui le rend plus manipulable pour cette simulation numérique préliminaire.

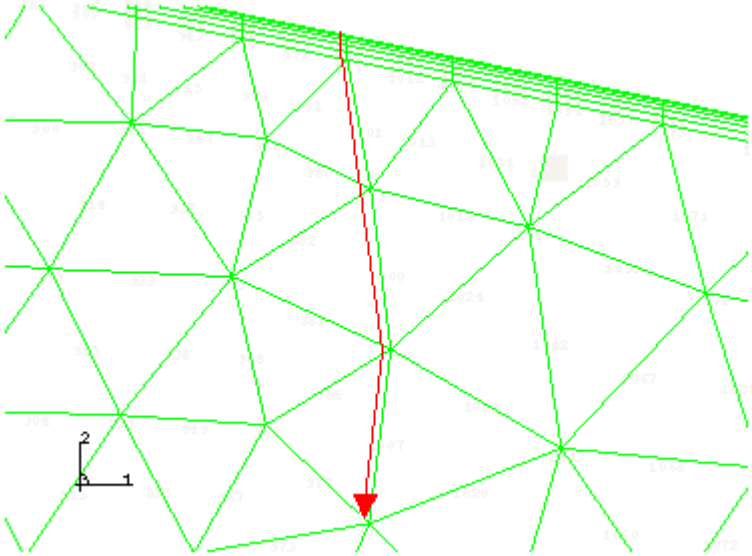


Figure 0-4 : Chemin sélectionné sous la piste bombardée dans le maillage grossier pour les profils de température de la Figure 0-5.

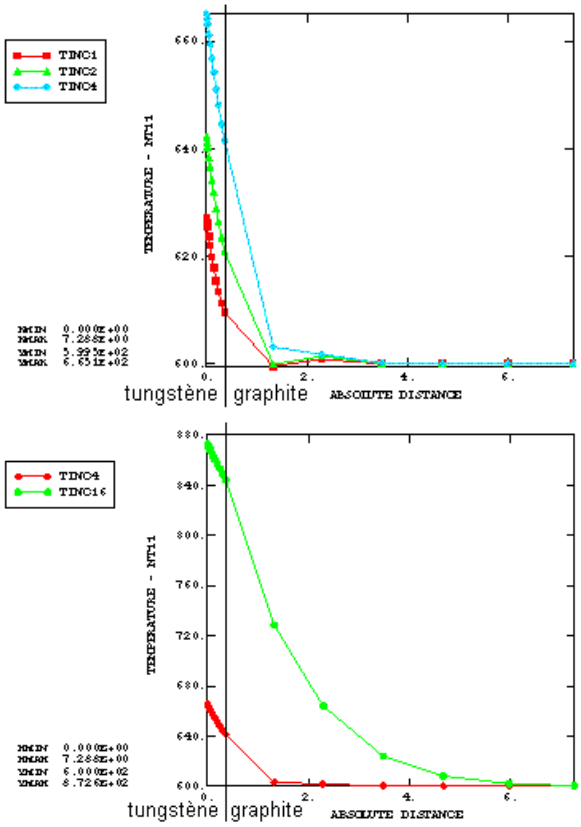


Figure 0-5 : Profils de température (°C) dans l'épaisseur (mm) sous l'impact du faisceau, au premier cliché, pour le maillage grossier (incrément 1 = 2,6ms, incrément 2 = 5,2ms, incrément 4 = 10,4 ms, incrément 16 = 120ms).

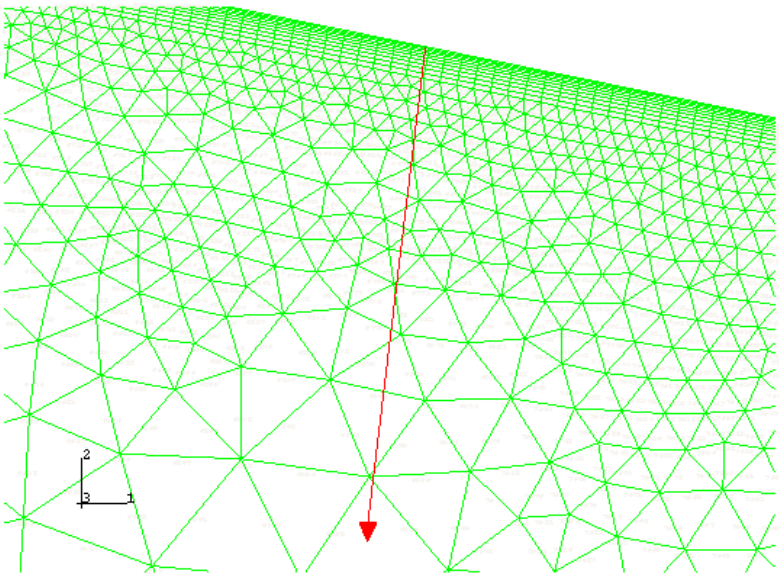


Figure 0-6 : Chemin sélectionné sous la piste bombardée dans le maillage fin pour les profils de température de la Figure 0-7.

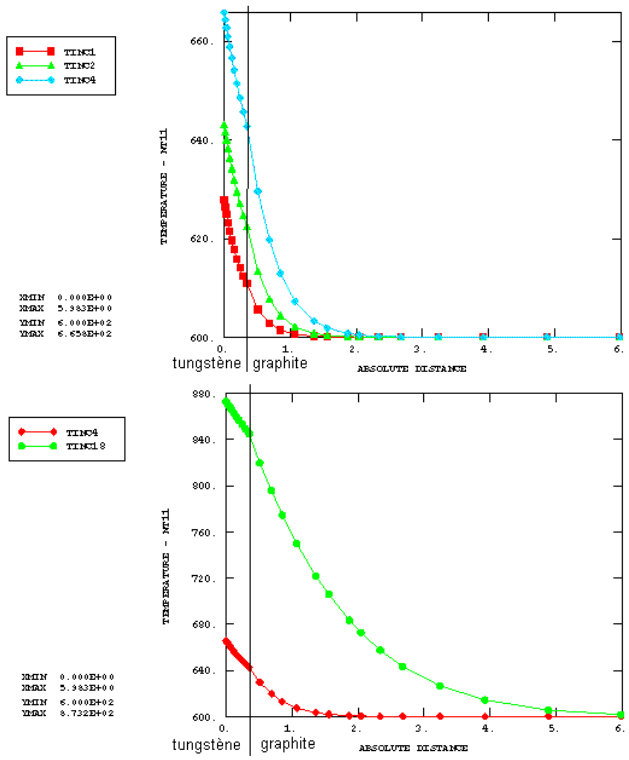
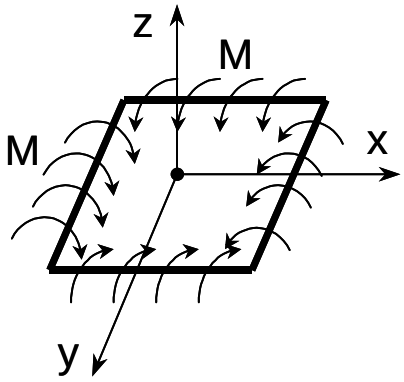


Figure 0-7 : Profils de température (°C) dans l'épaisseur (mm) sous l'impact du faisceau, au premier cliché, pour le maillage fin (incrément 1 = 2,55ms, incrément 2 = 5,1ms, incrément 4 = 10,2 ms, incrément 18 = 120ms).

Annexe 4: Estimations de contraintes résiduelles dans des plaques en tungstène LPPS par mesure de leur profil.

Afin d'estimer les contraintes résiduelles associées à la projection plasma, les deux plaques dans lesquelles ont été prélevées nos éprouvettes (plaques de 150x150x15 mm^3 de graphite revêtues d'un dépôt de 1,8 mm de tungstène) ont subi quelques mesures préliminaires avant découpage des éprouvettes. Le substrat graphite a été éliminé par usinage suivi d'un sablage humide léger, l'une des deux plaques étant brute de projection, l'autre ayant préalablement subi le traitement thermique de dégazage. Nous avons ensuite mesuré la flèche des plaques de tungstène en différents points. La mesure de cette flèche permet alors d'accéder aux valeurs des contraintes de flexion qui existaient dans le tungstène avant sa séparation du substrat.
Dans l'hypothèse de l'élasticité linéaire, une plaque d'épaisseur *h* soumise à un double moment de flexion *M* affiche une courbure sous la forme d'un paraboloïde de révolution.



En effet, le profil *z(x;y)* pris par la plaque est rattaché au moment de flexion *M* et à la rigidité de flexion D de la plaque par la formule suivante (S.P. Timoshenko 1957) :

$$z = \frac{M}{2D(1+\nu)}(x^2 + y^2),$$

avec :

$$D = \frac{Eh^3}{12(1-\nu^2)}$$

où *E* et ν sont le module d'élasticité et le module de Poisson.

Le moment de flexion *M* impose un état de contrainte qui est maximum au centre et en surface de la plaque. La relation associant M et la contrainte maximum σ_{max} s'écrit :

$$M = \frac{\sigma_{max} h^2}{6}$$

Connaissant les constantes *E* (293 MPa pour le tungstène brut et 273 MPa pour le tungstène dégazé), *ν* (0,3 dans les deux cas) et *h* (1,8 mm) de nos plaques de tungstène, la détermination de leurs profils *z(x;y)* nous permet d'estimer l'état de contrainte résiduel, puique *z* peut s'écrire :

$$z = \sigma_{max} \frac{(1-\nu^2)}{Eh(1+\nu)}(x^2 + y^2)$$

Les profils des flèches mesurées sont illustrés sur les Figure 0-8 et Figure 0-9.
La contrainte résiduelle maximale peut ainsi être évaluée à 103 MPa dans le tungstène brut et à 34 MPa dans le tungstène ayant subi le traitement thermique de dégazage. Le traitement thermique de dégazage des anodes conduit donc à une forte relaxation des contraintes résiduelle créées par le procédé de projection plasma.

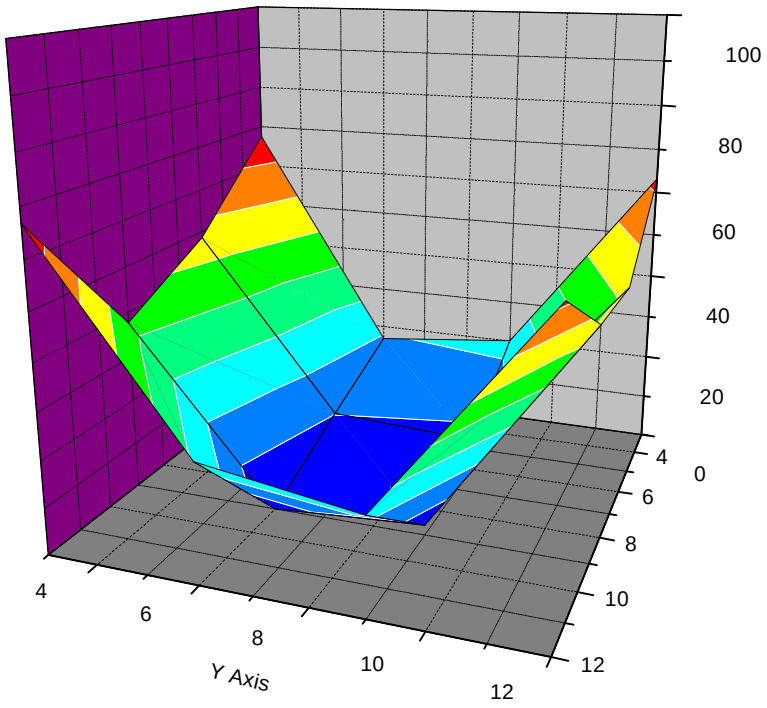


Figure 0-8: Courbure de la plaque en tungstène brut de dépôt (x et y en cm, z en 0,01 mm).

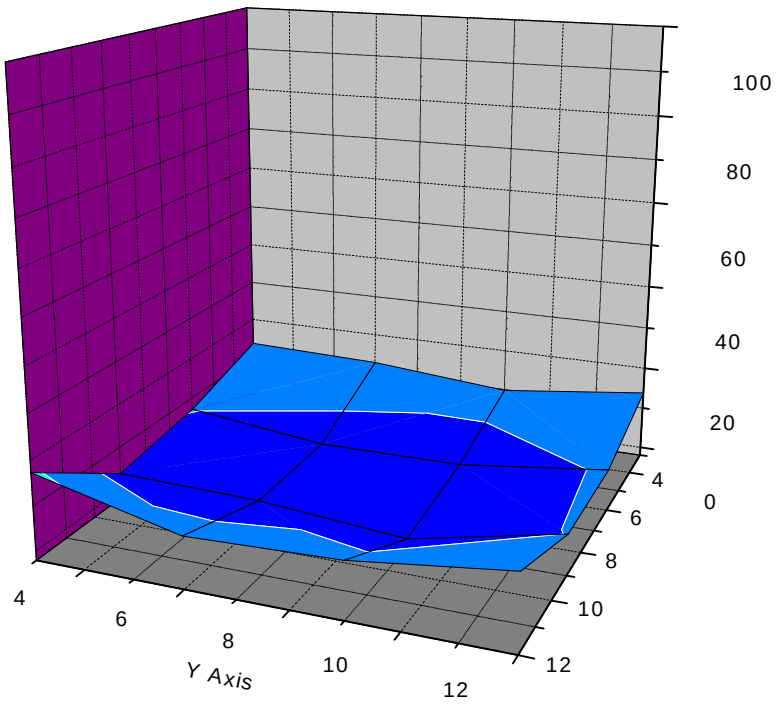


Figure 0-9: Courbure de la plaque en tungstène dégazé (x et y en cm, z en 0,01 mm).

BIBLIOGRAPHIE.

A. Itoh, M. H., M. Ayagaki (1993). Effects of substrate temperature during spraying on then properties of sprayed coatings(I). 1993 National Thermal Spray Conference, Anaheim, CA.
A. Luo, D. L. J., K.S. Shin (1992). "Strength properties and deformation behaviour of arc-melted PM tungsten at high temperature." Refractory metals and hard materials **11**: 1-8.
A.R. Ubbelhode, F. A. L. (1960). Graphite and its crystal compounds. London, Oxford University Press.
ABAQUS/Theory_Manual (1997). Theory Manual, 4.3.8.
ABAQUS/User's_Manual (1997). User's Manual, Vol. I, 11.2.4.
Bechtold, J. H. (1956). "Strain rate effect in tungsten." J. Metals **8**: 142-147.
Blackman, L. C. F. (1970). Modern aspects of graphite technology. London, New York.
Bouglé, J. Initiation à la radiologie, Internal communication, G.E.M.S.
Briant, C. L. (1994). The properties and uses of refractory metals and their alloys. High temperature silicides and refractory alloys, Materials research society.
Briant, C. L. (2000). "New applications for refractory metals." J.O.M. **March**: 36.
C. Malstrom, R. K., L. Green Jr. (1951). "Some mechanical properties of graphite at elevated temperatures." J. Applied Physics **22**: 5933-600.
C.E. Pugh, D. N. R. (1978). Nuclear Engineering and Design.
C.Y. Ho, R. W. P., P.E. Liley (1968). Therma conductivity of selected materials, National Bureau of Standards**:** Part 2.
Chaboche, J. L. (1978). Description thermodynamique et phénoménologique de la viscoplasticité cyclique avec endommagement, Paris VI.
Contesti, E. (1988). Description de l'interaction plasticité-viscoplasticité par un modèle phénoménologique à deux déformations inélastiques. Application à l'acier inoxydable de type 17-12 SPH., E.N.S.M.P.
Cottrell, A. H. (1953). Dislocations and plastic flow in crystals. Oxford, Clarendon Press.
D. François, A. P., A. Zaoui (1995). Comportement mécanique des matériaux, Hermes, Paris.
D. Marquis, J. L. (1987). Modeling elasto-plasticity, damage and aging as coupled behaviours in engineering materials. Colloque M.P.M., Aussois (France).
Deschka, S. (1996). "Manufacturing and high heat flux loading of tungsten coatings on fine grain graphite for the ASDEX-upgrade divertor." Journal of Nuclear Materials **233-237**: 645-649.
Diefendorf, R. J. (1960). The effect of atmosphere on the strength of graphite. Proc. 4th Carbon Conf., Pergamon Press, New York.
E.L. Harmon, R. P. M., N.F. Graves, G. Reinhardt (1960). Investigation of the properties of tungsten and its alloys, Union Carbide Metals & Co. Materials Research Laboratory.
E.R. Gilbert, J. E. F., F.L. Yaggee (1965). Multimechanism behavior in the creep of tungsten. Refractory metals and alloys IV, French Lick, Ind., Gordon and Breach, Science Publishers.
Ely, R. E. (1968). Ceramic Bulletin **47**(5): 489.
F. Lanza, H. B. (1973). . 11th Conf. on Carbon.
G.T. Yahr, R. S. V., W.L. Greenstreet (1973). . 11th Conf. on Carbon.
Gailliègue, S. (1999). Conception d'une machine d'essais mécaniques à très haute température, Centre des Matériaux - ENSMP.
Gessusbou, M. (1969). "Aging effect on an hardening rod", Jap. J. of Hot Mat.
Gras-Naulin, N. (1996). Analyse de la réponse en compression uniaxiale d'une mousse syntactique de carbone de la température ambiante jusqu'à très haute température. Science et Génie des Matériaux. Paris, Ecole des Mines de Paris.
Green, W. V. (1959). "Short-time creep-rupture behavior of tungstne at 2250°C to 2800°C." Trans. of the Metallurgical Society of AIME **215**: 1057-1060.
Griffith, A. A. (1920). Phil. Trans. R. Soc. **221A**(163).
Guipont, V. , Internal communication, Centre des Matériaux (Evry -France).
H. Doering, P. S. (1966). "Effect of electron bombardment heating on the tensile properties of tungsten." Materials Research and Standards **6**(3): 134-138.
H.H. Lund, S. A. B. (1960). High temperature properties of molded graphites. 4th Conference on Carbon.
H.H.W. Losty, J. S. O. (1962). . 5th Conf. on Carbon.
H.W. Davidson, H. H. W. L. (1958). The mechanical properties of non-metallic brittle solids. London, Butterworth.
Handbook, M. (1990). "Metals Handbook Vol.2 - Properties and Selection: Non-ferrous Alloys and Specials-Purpose Mayerials, ASM International 10th Ed." .
Hasselman, D. P. H. (1963). J. Am. Ceram. Soc. **11**: 564.
Hove, J. E. (1958). . Ind. Carbon and Graphite. S. o. C. Industry. London**:** 501.
I.E. Campbell, E. M. S. (1967). High temperature materials and technology. New York, John Wiley & Sons, Inc.
Ilman, Y. (1995). "The influence of directed alloying and thermomechanical treatment on the structure and mechanical properties of high-putity Cr, Mo and W." Journal de Physique IV.

J. Eberhardsteiner, H. A. M., P. Torzicky, P. Rödhammer (1991). “Thermo-Visco-Elasto-Plastic FE analysis of a composite X-ray rotary anode under cyclic thermal loading.” Refractory Metals & Hard Materials **10**(1991): 147-154.
J. Lemaitre, J. L. C. (1985). Mécanique des Matériaux Solides. Paris, Dunod.
J. Rappeneau, G. J. (1965). Propriétés mécaniques des graphites et carbones. Les Carbones. M. e. Cie. Paris.
J. Rappeneau, G. J., M. Guimard (1966). “Fluage thermique et comportement non élastique du graphite artificiel.” Carbon **3**: 407-420.
J.H. Bechtold, P. G. S. (1954). “Flow and fracture characteristics of annealed tungsten.” Trans. of the ASM **46**: 397-408.
J.I. Goldstein, D. E. N., P. Echlin, D.C. Joy, C.Fiori, E. Lifshin (1984). Scanning Electron Microscopy and X-Ray Analysis. N.Y. & London, Plenum Press.
J.L Wood, R. C. B., P.L. Walker Jr. (1980). “Subcritical crack growth in fine grained polycrytalline graphites.” Carbon **18**: 169-178.
J.L. Taylor, D. H. B. (1964). “Tensile properties of pyrolytic tungsten from 1370° to 2980°C in vaccum.” J. of the Less-Common Metals **6**: 157-164.
J.L. Tietz, J. W. W. (1965). Behavior and properties of refractory metals. Standford, Calif., Standford University Press.
J.S. Nadeau, P. H. H. (1975). J. Mater. Sci. **10**(846).
Johnson, W. A. (1990). Properties and selection: nonferrous alloys and special purpose materials. Metals Handbook. A. International. **Vol. 2, 10th Ed.:** 579.
Jouquet, G. (1965). Propriétés mécaniques des graphites et carbones. Les Carbones. M. e. Cie.
Jouquet, G. (1974). “La rupture des matériaux carbonés.” B.I.S.T. du C.E.A. **n°192**: 25.
K. Tokunaga, N. Y., N. Noda, T. Sogabe, T. Kato (1998). “High heat load properties of tungsten coated carbon materials.” Journal of Nuclear Materials **258-263**: 998-1004.
Kechnie, T. M. (1993). VPS forming of refractory metals and ceramics for space furnace containment cartridges. National Thermal Spray Conference, Anaheim, CA.
Keen, R. D. (1950). , U.S. At. Energy Commission.
Klopp, W. D. (1984). Technology status of molybdenum and tungsten alloys. Space Nuclear Power System, Albuquerque, New Mexico, Orbit Book Company.
Kohl, W. H. (1967). Handbook of materials and techniques for vacuum devices. New York, Reinhold publishing corporation.
L. Greenstreet, J. E. S., G.T. Yahr (1969). Carbon **7**(15).
L.C.L. Propriétés thermo-mécaniques du G2664, Le Carbone Lorraine.
L.J. Broutman, S. M. K., P.K. Mallick (1970). J. of Am. Ceram. Soc. **53**(12): 649.
Loeb, A. L. (1954). “Thermal conductivity: VIII, a theory of thermal conductivity of porous materials.” Journal of American Ceramic Society **37**: 96-99.
Losty, H. H. W. (1970). Mechanical properties of graphite technology. Modern aspects of graphite technology. A. Press. London, New York, L.C.F. Blackman.
Ludwik, P. (1909). Elemente der technologischen mechanik. Berlin, Springer.
M.F. Ashby, H. J. F. (1982). Deformation-mechanism maps : the plasticity and creep of metals and ceramics, Pergamon Press.
Mandel, J. (1971). Plasticité et Viscoplasticité, Springer-Verlag.
Marquis, D. (1978) Etude théorique et vérification expérimentale d'un modèle de plasticité cyclique. Thèse, Université de Paris VI.
Masson, I. B. (1962). . 5th Conf. on Carbon.
Mrozowski, S. (1956). . 1st and 2nd Conference on Carbon.
Nightingale, R. E. (1962). . Nuclear Graphite. A. Press. New York**:** chap 6-6, p. 147.
P. Arragon, R. M. B. (1958). . Ind. Carbon and Graphite. S. o. C. Industry. London**:** 565.
P. Renard, G. H. (1985). Matériaux spéciaux: les carbones, Aérospatiale, Direction de la Qualité, Laboratoire Central.
Parker, E. R. (1954). “Modern concepts of flow and fracture.” ASTM Trans. **50**: 52-104.
Plansee (1992). Tungsten Documentation.
Pugh, J. W. (1957). Tensile and creep properties of tungsten at elevated temperatures. ASTM Proceedings.
R.A. Neiser, R. D. W., G.R. Smolik, K.J. Hollis (1993). An evaluation of plasma sprayed tungstne for fusion reactors. National thermal spray conference, Anahaim, CA.
R.C. Tucker, J. (1974). “Structure property relationships in deposits produced by plasma spray and detonation gun techniques.” J. Vac. Sci. Technol. **11**(4): 725-734.
R.F. Brodick, D. J. F. (1964). Fatigue, tension and stress-rupture tests of tungsten at 6000 °F with an electron-beam furnace. American Society of Testing Materials.
R.H. Singleton, E. L. B., F.W. Carl (1961). “Tungsten Fabrication by arc spraying.” Journal of Metals: 483-486.
Ravel, F. (1994). “Des carbones aux graphites.” Chocs **11**: 77-81.
Richards, C. W. (1965). La science des matériaux de l'ingénieur. Paris, Dunod.

Riley, W. C. (1967). Graphite. High temperature materials and technology. New York, John Wiley & Sons, Inc.**:** 188-234.
S. Kuroda, T. W. C. (1991). “The quenching stresses in thermally sprayed coatings.” Thin Solid Films **200**: 49-66.
S.F.C. (1993). Détermination de la tenacité K1c du G2664, Société Française de Céramique.
S.F.C. (1993). Module d'élasticité dynamique du G2664, Société Française de Céramique.
S.P. Timoshenko, S. W. K. (1957). Theory pf plates and shells, Mc Graw-Hill.
S.W.H. Yih, C. T. W. (1979). Tungsten: sources, metallurgy, properties and applications. N.Y. and London, Plenum Press.
Saï, K. (1993). Modèles à grand nombres de variables internes et méthodes numériques associées., E.N.S.M.P.
Singleton, R. H. (1962). Sintering of plasma arc spray formed tungsten. Vaccum Metallurgy.
V. Mani, A. L. (2000). Track Temperature Analysis Program, GE Corporate R&D.
W. Cai, H. L., A. Sickinger, E. Muehlberger, D. Bailey, E.J. Lavernia (1994). “Low Pressure Plasma Deposition of Tungsten.” J. of Thermal Spray Technology **3**(2): 135-141.
W. Schulle, F. T. (2000). Evaluation of the modulus of elasticity of refractories. Unified International Technical Conference on Refractories, Berlin, Germany.
W.D. Klopp, W. R. W., P.L. Raffo (1965). “Effects of grain size on tensile and creep properties of arc-melted and electron-beam-melted tungsten at 2250°F to 4140°F.” Trans. of the Metallurgical Society of AIME **233**: 1860-1865.
W.S. Lee, C. F. L., G.L. Xiea (1998). “Dynamic shear deformation and failure behaviour of pure polycrystalline tungsten.” Materials science and engineering **A247**: 102-112.
Y. Mutoh, K. I., K. Nagata, M. Takeuchi (1995). “Effect of rhenium addition on fracture toughness of tungsten at elevated temperature.” Journal of materials science **30**: 770-775.