HAL
open science

Étude de la compaction isostatique à chaud de l'acier inox 316L : Modélisation numérique à l'échelle mésoscopique et caractérisation expérimentale

Ala Zouaghi

To cite this version:

Ala Zouaghi. Étude de la compaction isostatique à chaud de l'acier inox 316L : Modélisation numérique à l'échelle mésoscopique et caractérisation expérimentale. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2013. Français. NNT : 2013ENMP0006 . pastel-00823612

HAL Id: pastel-00823612

https://pastel.hal.science/pastel-00823612

Submitted on 17 May 2013

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 doctorale n° 364 : Sciences Fondamentales et Appliquées

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Mécanique Numérique

présentée et soutenue publiquement par

Ala ZOUAGHI

le 28 Janvier 2013

Etude de la compaction isostatique à chaud de l'acier inox 316L : Modélisation numérique à l'échelle mésoscopique et caractérisation expérimentale.

~ ~ ~

HIP of stainless steel 316L considered at the mesoscopic scale: Numerical modelling and experimental characterization

Directeur de thèse : **Michel BELLET**
Maître de thèse : **Marc BERNACKI**

Jury

Pr. Didier BOUVARD, SIMAP, Grenoble INP	Rapporteur
Pr. Sylvain DRAPIER, SMS, ENSM de Saint Etienne	Rapporteur
Dr. Denis CEDAT, AREVA NP	Examinateur
Dr. Guilhem ROUX, CEA Grenoble	Examinateur
Dr. Julien BRUCHON, SMS, ENSM de Saint Etienne	Examinateur
Pr. Michel BELLET, CEMEF, MINES ParisTech, Sophia Antipolis	Examinateur
Pr. Yves BIENVENU, CdM, MINES ParisTech, Evry	Examinateur
Dr. Marc BERNACKI, CEMEF, MINES ParisTech, Sophia Antipolis	Examinateur

MINES ParisTech
CEMEF UMR CNRS 7635
1, rue Claude Daunesse - BP207
06904 Sophia Antipolis Cedex - France

T H E S E

A mes parents,

Remerciement

Ce travail, commencé en octobre 2009, a été pour moi d'une extrême richesse tant sur le plan humain que professionnel.

Je ne sais comment exprimer ma gratitude à Michel Bellet, Marc Bernacki et Yves Bienvenu qui ont dirigé ces travaux et qui m'ont accordé leur confiance pendant ces années de thèse. Leur patience, leurs conseils et leur talent ont été un catalyseur à la passion avec laquelle je me suis investi dans ce travail. Ils ont su trouver du temps pour répondre à mes questions et apporter un regard critique sur mon travail avec la bonne humeur et la grande clarté qui les caractérisent. Leurs gentillesses et leur qualité humaine hors du commun ont largement contribué à faire de ces années une expérience enrichissante. Merci à tous pour vos suggestions, vos critiques constructives, et pour les discussions que nous avons pu avoir.

Ces travaux sont effectués avec le support d'AREVA dans le cadre de la Chaire " Matériaux du Nucléaire" d'AREVA-MINES ParisTech. Je les remercie pour leur soutien financier et l'intérêt porter à cette étude.

J'exprime toute ma gratitude à Denis Cedat qui m'a guidé avec beaucoup de compétence et de patience durant ces trois années, pour les orientations judicieuses qu'il m'a proposées et aussi pour les perspectives qu'il m'a offert. Je remercie aussi Gilles Perrin et Pascal Ould pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail et pour les conseils avisés qu'ils m'ont donnés.

Mes plus vifs remerciements à Guilhem Roux, avec qui j'ai eu le plaisir de collaborer, pour l'aide qu'il m'a apportée et pour avoir suivi mon travail avec intérêt.

Je voudrais évidemment remercier Didier Bouvard et Sylvain Drapier qui ont eu l'amabilité d'accepter la lourde charge d'être rapporteurs et d'étudier mon manuscrit en détail. Merci également à Julien Bruchon pour l'intérêt qu'il a manifesté en acceptant d'expertiser mon travail.

Je remercie également Denis et Guilhem d'avoir accepté de participer à mon jury de thèse.

Un grand merci à Yvan Chastel, l'ancien directeur du CEMEF ainsi que la direction de l'Ecole des Mines de Paris de m'avoir permis d'effectuer ce travail au sein du CEMEF et du CdM.

Merci également à Moez Chafra pour m'avoir transmis son savoir-faire, et pour m'avoir aidé et guidé tout au début de ma carrière.

Merci à tous les chercheurs, thésards, techniciens et administratifs du CEMEF et du CdM, avec une mention très spéciale pour Benjamin, Ana Laura, Maha, Siham, François, Haythem, Walid, Okba, Karim, Pamela, Cristophe, Yann, Edwige, Ahmed, Achraf, Takao, Rebecca, Michel, Marie-Françoise, Sylvie, Geneviève et Françoise.

Certains amis sont plus que des amis, merci Kais, Amrouch, Kassem, Hichem, Sofien, Mehdi, Ayoub, Ramzi, Dhaou, Stoura, Morsi, Said, Firas et Walid.

Mais surtout, les mots me manquent pour remercier de tout mon cœur mes parents, ma famille et ma belle-famille pour leur soutien indéfectible et leurs encouragements qui m'ont aidés à relever de nombreux challenges et surtout ma femme, Mouna, pour son soutien, son écoute, ses conseils, sa patience et le bonheur qu'elle m'apporte jour après jour.

Table des matières

Introduction générale **11**

Chapitre I. Compaction Isostatique à Chaud : modélisation des phénomènes physiques et mise en œuvre analytique et numérique **15**

1. Introduction **17**

2. Métallurgie des poudres en particulier pour des alliages performants **18**

2.1. Pourquoi adopter la métallurgie des poudres 18

2.2. Elaboration des poudres 19

2.2.1. Généralités 19

2.2.2. Atomisation 20

3. Présentation du procédé CIC **21**

3.1. Généralités 21

3.2. L'intérêt du procédé CIC 22

3.3. Mise en conteneur 23

3.4. Dégazage 23

3.5. Cycle de compaction 24

4. Mécanismes physiques de densification **25**

4.1. Déformation viscoplastique des particules 26

4.2. Transport par diffusion 26

5. Modélisation analytique du procédé CIC **28**

5.1. Modèles analytiques 28

5.2. Vitesse de densification 29

5.3. Courbes de densification 30

6. Modélisation numérique du procédé CIC **33**

6.1. Modélisation à l'échelle macro de la déformation viscoplastique des particules 34

6.2. Modélisation à l'échelle méso du procédé CIC 36

6.2.1. Déformation viscoplastique des particules 36

6.2.2. Transport par diffusion 38

7. Synthèse **42**

Chapitre II. Etude expérimentale de la densification et calibration des essais 43

1. Introduction 45

2. Etude de la poudre 316L atomisée 45

2.1. Observations générales 49

2.2. Faciès particuliers 50

3. Calcul des temps d'interruption des cycles CIC 53

3.1. Lois de comportement macroscopique de la poudre d'acier 316L 53

3.2. Modèle macroscopique 56

3.2.1. Présentation de l'outil numérique R2sol 56

3.2.2. Validation du modèle 56

3.2.2.1. Estimation de l'effet thermique du conteneur 57

3.2.2.2. Modélisation numérique sur R2Sol 60

3.3. Calcul des temps d'interruption 62

3.4. Synthèse 68

4. Evolution des propriétés macroscopiques de la pièce 69

4.1. Evolution de la géométrie (V=f(t)) extérieure des lopins 70

4.2. Méthode d'usinage (EDM) 71

4.3. Méthodologie, prélèvement et préparations des échantillons 72

4.4. Méthode utilisée pour la mesure de densité 74

4.5. Discussion des résultats de la densité relative obtenus 76

5. Evolution de la microstructure de l'acier inoxydable 316L en cours de densification 78

5.1. Observations en M.O 78

5.2. Observation et microanalyse avec le M.E.B 83

5.3. Observation métallurgique des particules 90

5.4. Etude à la microsonde (Homogénéisation des particules au cours du cycle) 92

5.5. Analyse EBSD, grains et particules 93

6. Propriétés mécaniques 98

6.1. Essai de micro-dureté 98

6.2. Essai de traction 100

7. Synthèse 102

Chapitre III. Modèle numérique pour la phase de compaction de poudre 103

1. Introduction 105

2. Approche mécanique 105

2.1. Volume Elémentaire Représentatif modélisé 106

2.2. Equations générales de la mécanique et lois de comportement 107

2.3. Conditions aux limites 109

3. Approche numérique 112

3.1. Méthode Level-set 112

3.2. Lois de mélange 115

3.3. Adaptation de maillage 116

4. Formulation du problème 118

4.1. Formulation forte 118

4.2. Formulation faible 119

4.3. Formulation discrète 120

4.4. Identification des unités de calcul 121

4.5. Schéma global utilisé 121

5. Modélisation de la compaction avec comportement newtonien 122

5.1. Résolution de type Stokes incompressible 122

5.1.1. Cas tests 122

5.1.2. Influence des paramètres numériques et mécaniques 124

5.2. Résolution de type Stokes compressible 127

5.3. Synthèse 130

6. Génération et compaction de poudre polydisperse 131

6.1. Génération de granulométrie réelle 131

6.2. Compaction d'un ensemble de particules polydisperse 134

6.3. Méthode de coloration de graphe 135

7. Compaction d'un VER 2D avec comportement viscoplastique de type puissance . 138

7.1. VER carré 139

7.2. VER circulaire 141

7.2.1. Granulométrie simple 141

7.2.2. Granulométrie réelle utilisée en 2D 149

8. Conclusion 156

Chapitre IV. Exploitation du modèle en 3D et discussions par rapport aux résultats expérimentaux 157

1. Introduction 159

2. Définition des conditions aux limites à partir d'un calcul « macroscopique » 159

3. Compaction de VER monodisperse 164

4. Génération de VER 3D respectant une granulométrie donnée 167

5. Compaction de VER 3D polydisperse 169

5.1. Pré-compaction 169

5.2. Evolution de la densité relative 171

5.3. Comparaison de la densité moyenne avec les résultats expérimentaux 176

5.4. Configuration des particules 177

5.5. Discussion de l'exploitation future du modèle (recalage de loi de comportement macroscopique) 184

6. Conclusion 185

Conclusion générale et perspectives 187

Références bibliographiques 191

Annexes 200

Introduction générale

Aujourd'hui, la modélisation numérique est devenue une étape incontournable dans le monde de l'industrie vu son rôle indispensable dans le développement et l'optimisation des procédés. Les normes sont de plus en plus sévères alors même que les industriels souhaitent réduire leurs délais et coût de conception. Pour le secteur nucléaire et pour la fabrication des pièces, la modélisation numérique occupe aujourd'hui une place importante dans la réalisation de produits répondant aux exigences sévères de ce secteur.

En raison des possibilités qu'il offre à la fois d'un point de vue technique mais également économique, le procédé de Compaction Isostatique à Chaud (CIC aussi appelé HIP pour Hot Isostatic Pressing en anglais) est de plus en plus utilisé dans les industries nucléaires et aéronautiques. Cette technique permet de produire des pièces métalliques ou céramiques, haut de gamme. En effet, ce procédé permet d'obtenir des pièces denses de forme plus ou moins complexe, de microstructure uniforme et nécessitant un usinage limité. Ainsi, lorsque certaines pièces requièrent des matériaux parfaitement denses, à structure contrôlée et avec des tolérances géométriques très serrées, le procédé CIC est de plus en plus mis en œuvre.

Ceci explique que la Compaction Isostatique à Chaud (CIC) est envisagée par AREVA-NP comme une alternative à certains procédés usuels de fabrication et d'assemblage de certains composants. Pour pouvoir utiliser ce procédé, il est impératif de renseigner les dossiers de conformité des matériaux et composants, au regard des codes et standards et exigences de l'autorité de sûreté. Dans cette optique, la modélisation numérique du procédé représente un atout indispensable pour prévoir les caractéristiques des composants compactés mais aussi pour optimiser les paramètres du procédé. Dans ce contexte, AREVA-NP bénéficie déjà d'une longue expérience en modélisation numérique à l'échelle macroscopique du procédé CIC avec le développement du logiciel PRECAD sur la base du logiciel CASTEM, en collaboration avec le CEA [Dellis, 97 ; Bouaziz, 97 ; Svoboda et al.,97]. Ce type de simulation est mis à profit pour déterminer des gammes de compaction en tenant compte notamment du comportement macroscopique du matériau pulvérulent au cours de sa compaction (lois de comportement plastique compressible). De son côté, le CEMEF a effectué de nombreux travaux de simulation de la compaction à chaud et à froid, toujours à l'échelle macroscopique, et dans l'environnement logiciel des codes FORGE2 et FORGE3 [Abouaf, 85 ; Coccoz, 95 ; Jinka et al., 97 ; Bellet, 94 ; Bellet, 99]. Le Centre des Matériaux, de son côté, au cours de travaux sur la compaction isostatique à chaud de superalliages avec Imphy S.A. [Lu, 87] et d'aciers inoxydables avec le CEA, FRAMATOME et EDF [Couturier, 99], a étudié l'évolution de la microstructure à l'échelle de la particule pour la poudre atomisée au gaz neutre puis à l'échelle d'un petit nombre (<100) de particules pour le matériau en cours de densification.

Grâce aux progrès considérables des moyens de calcul mais également expérimentaux, nous pouvons aujourd'hui avoir accès à l'information microscopique et la modéliser. C'est dans cette optique que la modélisation à l'échelle d'un volume élémentaire représentatif (VER) s'est récemment développée. Dans le cadre de la métallurgie des poudres, le travail à cette échelle, que nous nommerons dans la suite « échelle mésoscopique » permet d'apporter des éléments de compréhension concernant la formation de la microstructure et d'étudier l'impact

des paramètres du procédé (température, pression, durée des essais) et de la nature de la poudre initiale (composition, granulométrie, etc.) sur la microstructure finale des pièces et donc sur leurs caractéristiques finales. Dans cette optique, une des attentes placées dans la simulation numérique du procédé CIC à l'échelle mésoscopique réside dans la prévision des caractéristiques des composants compactés en prenant en compte l'évolution de leur microstructure.

Les travaux de recherche proposés dans le cadre de cette thèse sont donc complémentaires des outils de simulation macroscopiques précédemment évoqués. Ils ont pour objectif d'apporter des éléments de compréhension supplémentaires sur les caractéristiques, les hétérogénéités et la prédiction du comportement de pièces fabriquées par CIC. Ces propriétés résultent des caractéristiques microstructurales, qui sont elles-mêmes la conséquence des multiples phénomènes microstructuraux qui se produisent pendant la compaction. Dans cette optique, il est donc proposé de développer une modélisation numérique de la compaction à l'échelle d'un volume élémentaire représentatif (VER), de façon à pouvoir mettre en œuvre un modèle numérique qui pourra répondre aux problématiques soulevées précédemment. Ces travaux seront complétés par des travaux à caractère expérimental soutenant deux objectifs : d'une part étudier les propriétés finales des pièces soumises à un cycle CIC; et d'autre part, valider le travail numérique réalisé à l'échelle mésoscopique.

Pour répondre à ces objectifs, ce manuscrit s'articule en quatre parties principales:

Le premier chapitre est dédié à une description générale des techniques propres à la métallurgie des poudres. L'accent est porté notamment sur la technique de compression isostatique à chaud. Pour cela, une synthèse bibliographique concernant les mécanismes physiques qui peuvent intervenir lors du procédé CIC est présentée. De plus, les modèles analytiques et numériques existant dans la littérature sont discutés.

Le deuxième chapitre constitue une présentation de la méthodologie suivie concernant le travail expérimental ainsi qu'une synthèse des résultats obtenus. Les caractéristiques de la poudre sont présentées. Ensuite, les essais interrompus ainsi qu'un calcul macroscopique effectué afin de justifier le choix des instants d'interruption sont exposés. Enfin, les évolutions des propriétés macroscopiques et microscopiques des pièces soumises à un cycle CIC sont analysées et comparées avec celles des spécifications nucléaires.

Le troisième chapitre présente les modèles numériques et mécaniques établis pour la modélisation du procédé à l'échelle mésoscopique. Les résultats de simulation sur VER présentant des granulométries monodisperses et polydisperses sont présentés et discutés.

Le dernier chapitre porte sur la présentation de simulations 3D d'un VER généré en respectant une granulométrie expérimentale. Les résultats obtenus sont discutés et comparés avec les données expérimentales portant sur des cycles interrompus.

Chapitre I

Compaction Isostatique à Chaud : modélisation des phénomènes physiques et mise en œuvre analytique et numérique

Table des matières

1. Introduction 17

2. Métallurgie des poudres en particulier pour des alliages performants 18

2.1. Pourquoi adopter la métallurgie des poudres 18

2.2. Elaboration des poudres 19

2.2.1. Généralités 19

2.2.2. Atomisation 20

3. Présentation du procédé CIC 21

3.1. Généralités 21

3.2. L'intérêt du procédé CIC 22

3.3. Mise en conteneur 23

3.4. Dégazage 23

3.5. Cycle de compaction 24

4. Mécanismes physiques de densification 25

4.1. Déformation viscoplastique des particules 26

4.2. Transport par diffusion 26

5. Modélisation analytique du procédé CIC 28

5.1. Modèles analytiques 28

5.2. Vitesse de densification 29

5.3. Courbes de densification 30

6. Modélisation numérique du procédé CIC 33

6.1. Modélisation à l'échelle macro de la déformation viscoplastique des particules 34

6.2. Modélisation à l'échelle méso du procédé CIC 36

6.2.1. Déformation viscoplastique des particules 36

6.2.2. Transport par diffusion 38

7. Synthèse 42

1. Introduction

Ce premier chapitre a pour objectif de présenter les principes et notions associés à la métallurgie des poudres. Les phases en amont de la phase de densification à chaud ainsi que cette dernière sont présentées afin de retracer l'historique de l'alliage métallique sous forme de poudre. De plus, les travaux de la littérature dédiés à la modélisation analytique et numérique du procédé de compaction isostatique à chaud (CIC) sont introduits.

La Métallurgie des Poudres (MdP) permet d'élaborer des matériaux denses à partir de poudre, sans repasser par la fusion complète de la matière. Pour certaines pièces, elle se place de plus en plus comme une alternative de qualité à d'autres procédés plus classiques tels que le moulage et le forgeage. La CIC représente une technique de MdP qui permet d'élaborer des pièces de grandes dimensions avec une microstructure homogène.

Ces dernières décennies, de nombreuses études ont permis de mieux comprendre le procédé CIC, d'identifier les mécanismes physiques qui le contrôlent et de le modéliser. La plupart de ces études concernent la modélisation du procédé CIC à l'échelle macroscopique en prenant en compte des valeurs moyennées des caractéristiques locales de la poudre (taille des particules, vitesse de densification, etc.). Ces études se basent donc sur des hypothèses restrictives importantes. Ainsi si le comportement moyen de la poudre peut être prédit, les hétérogénéités locales constatées expérimentalement ne peuvent être reproduites fidèlement à l'heure actuelle. Cette faiblesse concernant la modélisation du procédé CIC rend difficile son optimisation. La solution retenue dans le cadre de ce travail consiste à travailler à l'échelle d'un volume élémentaire représentatif (VER) afin de prendre en compte, le plus fidèlement possible, les hétérogénéités locales ayant un impact sur les différents phénomènes physiques intervenant lors du procédé CIC. Enfin, nous notons que l'identification et la compréhension des méthodes théoriques et numériques déjà existantes représentent des points essentiels pour l'amélioration de la modélisation du procédé.

Nous commencerons, dans la deuxième partie de ce chapitre, par présenter de manière brève la métallurgie des poudres. Nous décrirons ensuite le procédé CIC et les différentes étapes de l'obtention d'une pièce densifiée. Dans la quatrième partie, nous verrons quels sont les mécanismes physiques prépondérants intervenant lors du procédé. Finalement, nous présenterons plus en détail les méthodes analytiques les plus utilisées dans la littérature et nous discuterons des méthodes numériques existantes pour simuler le procédé. Cette dernière partie nous permettra d'introduire la notion de formalisme level-set adoptée dans le cadre de ce travail pour la modélisation du procédé CIC à l'échelle mésoscopique.

2. Métallurgie des poudres en particulier pour des alliages performants

2.1. Pourquoi adopter la métallurgie des poudres

La métallurgie des poudres (MdP) rassemble une grande variété de procédés thermomécaniques d'élaboration et de mise en forme de métaux à partir de poudres (compression à froid, frittage, compaction isostatique à chaud, frittage flash, etc.). L'utilisation de la MdP pour la fabrication des pièces présente beaucoup d'avantages par rapport aux autres techniques de mise en forme telles que la fonderie, le forgeage ou l'usinage (Fig. 1-1). Les industries concernées par ces techniques sont entre autres le nucléaire, l'aéronautique, l'armement, l'automobile, l'outillage, etc. L'automobile reste aujourd'hui un grand consommateur de la MdP en terme de masse [Bouvard, 02].

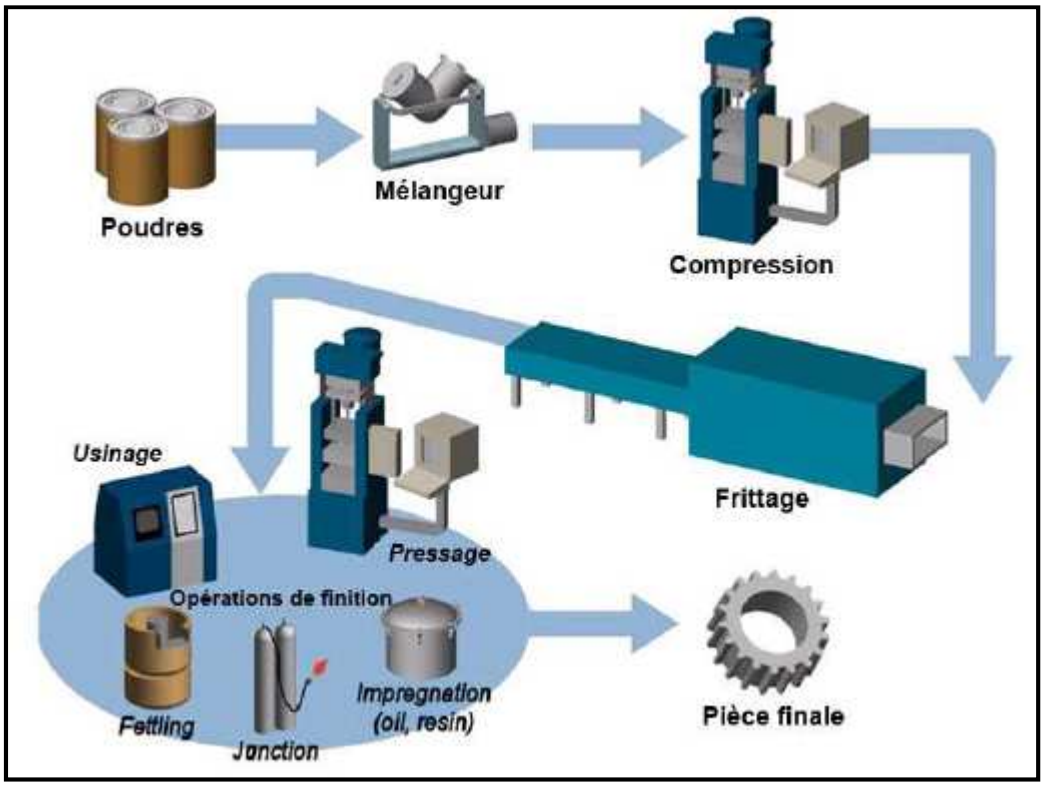


Figure 1 - 1. Procédé de fabrication de pièce par la métallurgie des poudres [Jerier, 09].

Les intérêts souvent mis en avant de la MdP sont :

- Un intérêt économique à travers la fabrication directe de pièces sans besoin important de finition (*near-net-shape*) et ce quelle que soit la complexité de la géométrie.
- La possibilité d'élaborer des matériaux difficiles voire impossibles à fondre (soit à cause d'un point de fusion trop élevé soit à cause d'un gradient important entre les points de fusion pour le cas de mélange d'alliages peu compatibles ; c'est le cas des « cermets » : association de céramique réfractaire et de métal (carbures de tungstène par exemple pour les outils d'usinage et de travail des roches).

- La possibilité d'obtenir des caractéristiques mécaniques au moins équivalentes aux matériaux forgés (microstructures et propriétés généralement améliorées) ; c'est un point important pour les aciers spéciaux ou autres superalliages.
- L'élaboration de pièce par MdP s'effectue souvent sans fusion totale de la matière (en dehors du stade primaire de l'atomisation du métal liquide et des procédés "additifs" qui consistent à fondre des poudres métalliques à l'aide d'un laser ou un faisceau d'électrons et à les déposer couche après couche sur un substrat afin de construire le profil de pièce désiré). Ceci permet un meilleur contrôle de la microstructure.
- La possibilité de réaliser des pièces en matériaux hautes performances difficilement formables ou usinables.
- Un intérêt technologique à travers la possibilité d'utiliser des inserts, des bimatériaux ou même des matériaux à gradients de propriétés permettant d'éliminer les difficultés d'assemblage (soudage par exemple), ouvrant ainsi la voie aux matériaux architecturés.
- L'élaboration et la mise en œuvre de nouveaux matériaux avec des propriétés physico-chimiques améliorées grâce aux différents mélanges de poudres qu'il est possible de combiner.

En dehors des périodes de crises économiques, la MdP progresse de 5 à 8 % en volume par an sur le plan mondial atteignant ainsi plus de 1MT/an en 2007 essentiellement pour des produits à base de fer. La progression en valeur est encore plus nette grâce à la conquête incessante de nouveaux marchés.

2.2. Elaboration des poudres

2.2.1. Généralités

Les poudres métalliques sont produites par un grand nombre de procédés standard dans le domaine de la physique et de la chimie. Selon la nature du métal et les exigences, différentes méthodes de production ont été développées [Bouvard, 02]. Les méthodes de fabrication des particules de poudres peuvent se classer en trois catégories :

- Mécanique : consiste à diviser un solide essentiellement par choc (broyage, procédé coldstream, mécanosynthèse).
- Physique : tel que l'atomisation qui devient la principale méthode de fabrication de poudres métalliques (atomisation par un fluide, par centrifugation, sous vide ou par gaz, par ultrasons).
- Chimique : elle permet de préparer des poudres de tous les éléments (et de quelques composés) avec un spectre de taille de particule très important (évaporation, réaction chimique, électrolyse, précipitation, décomposition thermique d'un solide, etc.).

L'étape d'élaboration de la poudre est une opération qui vise à optimiser les caractéristiques de la poudre. Le choix d'une méthode, outre l'aspect du coût final de l'élaboration, a évidemment une influence importante sur les propriétés de la poudre

résultante. Les caractéristiques qualitatives ou quantitatives principales de la production de la poudre sont :

- La granulométrie.
- La morphologie.
- La microstructure (taille des particules, et des grains métallurgiques qui les constituent).
- La composition chimique.
- Le comportement mécanique du matériau constitutif.
- L'aptitude à la compaction.
- Le coût.

2.2.2. Atomisation

Dans le cadre de ce projet, nous nous intéressons à des particules obtenues par atomisation. Actuellement, plus de 80% des poudres métalliques commercialisées sont produites par atomisation [Jerier, 09], la plupart étant peu alliées car atomisées à l'eau (procédé plus économique). Pour notre cas d'étude, la poudre d'acier austénitique inoxydable 316L a été atomisée à l'argon, gaz neutre. Elle a été produite par pulvérisation du métal fondu par un jet d'argon sous pression. Le liquide se désintègre en fines gouttelettes qui prennent une forme généralement sphérique sous l'effet de la tension superficielle. Le métal doit être maintenu sous vide afin de minimiser la teneur en oxygène. L'atomisation permet alors l'élaboration de poudre de haute pureté servant à l'élaboration de pièces totalement denses dans lesquelles la formation de précipités est réduite sans être totalement éliminée. Dans le cas général, les poudres atomisées au gaz ont généralement une densité apparente d'environ 50% et une densité tapée (après remplissage et vibration du conteneur) supérieure à 60% [Couturier, 99]. Pour notre cas, la densité tapée est de l'ordre de 70%. Nous reviendrons sur les phénomènes physiques qui accompagnent la solidification des particules liquides. Le débit massique d'une tour d'atomisation étant de 50 à 100 kg/min dans une tour de quelques 2m de diamètre et 5 m de hauteur, le parcours des particules n'y est pas aussi tranquille qu'on pourrait l'imaginer et nous aurons l'occasion d'y revenir en relatant nos observations des poudres au chapitre suivant.

L'intérêt principal de l'atomisation par rapport aux autres méthodes de fabrication de poudre est principalement la flexibilité de la composition, car le métal est élaboré par des techniques de fusion sous vide à partir de matières premières de grande pureté. Des traitements du métal liquide par un laitier affinant et isolant le métal des traces d'oxygène ont été mis au point en particulier par Erasteel, notre élaborateur. De plus, les teneurs en impureté pour le carbone, l'oxygène, le soufre et l'azote peuvent être abaissés à des niveaux compatibles avec les normes en vigueur. C'est pourquoi, de nombreux alliages peuvent être fabriqués avec cette technique. Dans une poudre atomisée, les impuretés ne présentent pas le même rôle que dans les métaux produits par solidification massive. Pour certaines, elles sont moins nocives (azote, etc.) ; tandis que pour d'autres, tel que l'oxygène dans le cas de l'acier inoxydable, elles le sont plus. Le succès de l'atomisation au gaz neutre est dû principalement

à la grande productivité de cette technique d'atomisation, mais la technologie restant délicate à maîtriser, on ne compte qu'une dizaine de sociétés spécialisées en Europe.

3. Présentation du procédé CIC

3.1. Généralités

La compression isostatique à chaud est un procédé de consolidation des matériaux sous forme de poudre à des températures inférieures à leur température de fusion. Elle représente une technique utilisée dans l'industrie pour produire des pièces métalliques ou céramiques, haut de gamme, à partir de poudres. Ce procédé permet d'obtenir des pièces de forme plus ou moins complexe et de microstructure relativement uniforme. Le principe de la CIC consiste à soumettre une enveloppe étanche remplie de poudre à un traitement thermique sous pression isostatique appliquée par l'intermédiaire d'un gaz inerte dans une enceinte haute pression contenant un four à résistance. Pendant ce procédé, la pression peut atteindre 400 MPa et la température 2000°C. Les enceintes instrumentées, dédiées à la recherche, ont typiquement un volume de l'ordre du litre tandis que l'on trouve dans l'industrie des enceintes de plusieurs mètres de diamètre et de hauteur. Les temps de maintien de ces conditions en pression et température, pour former la pièce voulue, sont de l'ordre de quelques heures ce qui explique le coût important du cycle de densification et donc son application à des pièces de haute valeur ajoutée et de grande dimension ou à un grand nombre de pièces de plus faibles dimensions. Plus précisément, le cycle, dépassant souvent une durée totale de 10 heures, se compose d'une phase de chauffage et mise en pression, d'un palier en pression et température pour finir avec le refroidissement et la baisse de la pression (Fig. 1-2). Au cours du procédé, le volume du conteneur est réduit généralement de l'ordre de 30% et la porosité du matériau est complètement éliminée. La figure 1-3 schématise les différentes étapes du procédé CIC menant de la poudre à la pièce finale.

L'invention de la technologie CIC remonte aux années soixante (travaux de J. Conway [Gilp et al., 92] à l'Institut Battelle de Columbus). La technologie n'a pu se développer que par la maîtrise du refroidissement de la paroi de la chambre sous pression. Les plus grosses presses utilisent des câbles de précontraintes pour contenir la force verticale et aussi les forces radiales (technologie Asea reprise par Avure Technology). Les plus petites machines utilisent des bouchons à fermeture de type canon de marine à filets carrés. Le chauffage pour les plus grosses machines est réalisé au moyen de résistors (Mo). L'argon est mis en circulation et sa conductivité thermique sous pression et température est égale à celle de l'eau. Pour la mesure de la température, deux thermocouples sont utilisés à différentes cotes au voisinage de la charge. Aujourd'hui le plus grand four HIP utilisé est installé au Japon et construit par Avure Technologies. Le four a un diamètre intérieur de 2050 mm et une hauteur de 4200 mm, et peut traiter des pièces à des températures allant jusqu'à 1350°C et des pressions jusqu'à 120 MPa. Dans le monde de la métallurgie, la production annuelle des pièces fabriquées par CIC a atteint l'ordre de 15000 tonnes en 2010 [HIP, 11].

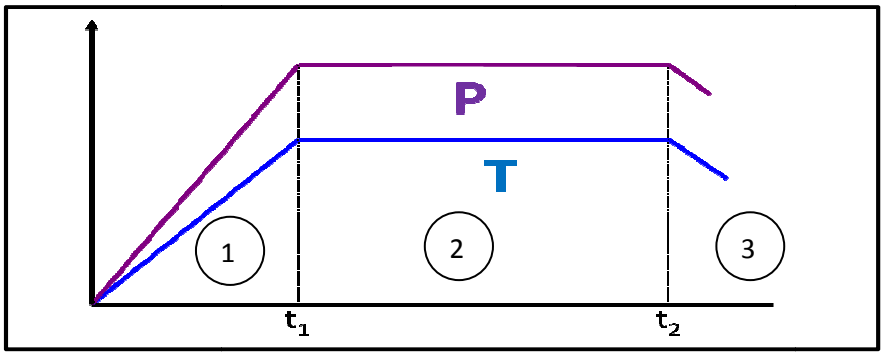


Figure 1 - 2. Cycle opératoire d'un procédé CIC, (1) montée en température et en pression, (2) palier (3) refroidissement complet et dépressurisation totale.

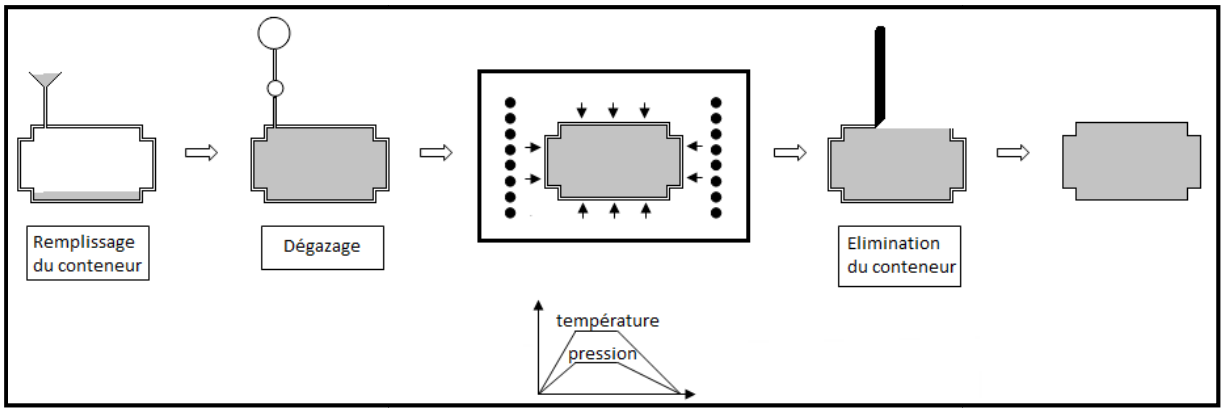


Figure 1 - 3. Schéma du procédé de compactage isostatique à chaud [Bouvard, 02].

3.2. L'intérêt du procédé CIC

Les avantages du procédé CIC sont multiples. Certains sont liés à la métallurgie des poudres et d'autres sont des caractéristiques inhérentes au procédé [Abouaf, 85 ; Bouvard, 02]. Indépendamment des avantages liés à la métallurgie des poudres présentés précédemment, la CIC présente plusieurs avantages dont le plus important réside dans le fait que l'application d'une pression importante permet une densification à plus basse température que lors d'une opération de frittage simple. Cela a pour effet de limiter le grossissement des grains métallurgiques et permet donc d'obtenir une structure plus fine.

La CIC rivalise de nos jours avec les techniques classiques d'élaboration de certaines pièces (coulée, forgeage, usinage, etc.). Pour les aciers rapides (les plus performants des aciers à outils), elle a pris une place prépondérante pour de petites comme pour des pièces massives d'outillage. Le procédé CIC présente des caractéristiques attractives surtout lorsqu'on cherche une qualité élevée. De plus, ce procédé garantit :

- une densification complète relativement uniforme grâce à l'application d'une pression importante,
- la possibilité de densifier des poudres qui seraient difficiles à densifier par frittage,
- une microstructure quasi-homogène, isotrope et fine,
- l'amélioration des propriétés de fatigue, de fluage et de résilience [Couturier, 99 ; Bouvard, 02].

Dans le domaine du nucléaire, certaines pièces des réacteurs sont aujourd'hui réalisées par moulage (et non par forgeage) à cause de leur forme complexe. Cependant, le moulage d'aciers austénitiques peut poser beaucoup de problèmes de fissuration à chaud [Baccino et Moret, 93]. Ainsi, le procédé CIC apparaît aujourd'hui comme une alternative intéressante afin d'améliorer la sureté des pièces lors de l'utilisation de nuances austénitiques (316L pour notre cas d'étude par exemple).

3.3. Mise en conteneur

La poudre à densifier est transportée dans des conteneurs spéciaux à l'abri de l'air et sans contact avec la matière organique. Elle est introduite peu avant la densification dans un conteneur métallique étanche de forme adéquate dont le rôle est de lui transmettre la pression appliquée pour la guider au cours de la densification vers la forme finale souhaitée. De plus, il permet de maintenir la poudre sous vide tout au long du procédé et de faciliter l'extraction de la pièce souhaitée après compaction. L'étape de remplissage se fait généralement sur une table vibrante pour obtenir la plus haute densité relative initiale possible. Les mécanismes principaux, qui conditionnent la densité relative initiale lors de la mise en conteneur, sont : le frottement inter-particulaire, l'écoulement et l'empilement. Ils sont contrôlés par la distribution granulométrique et la morphologie des particules.

Le choix de la géométrie initiale du conteneur représente une des difficultés du procédé. En effet, il faut sélectionner un matériau de conteneur qui supporte de hautes températures mais aussi suffisamment déformable pour ne pas empêcher la densification. De plus, le conteneur doit être facile à éliminer après le compactage, par usinage ou attaque chimique.

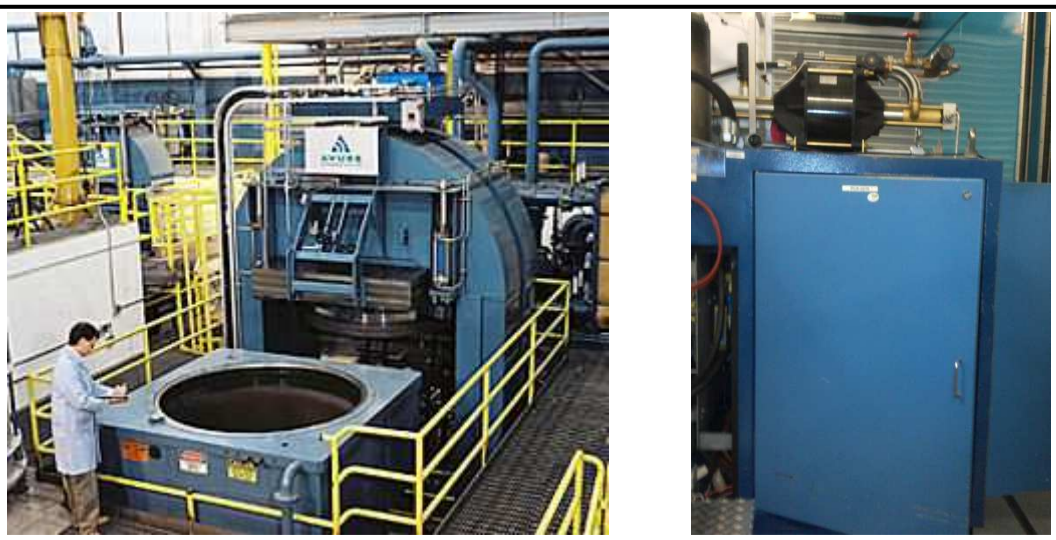
3.4. Dégazage

Avant obturation du « queusot de remplissage » (extrémité du conteneur qui le relie au système de remplissage puis de pompage), l'intérieur du conteneur est mis sous vide au moyen d'un groupe de pompage pour éviter que l'air puisse gêner la densification et pour éliminer une partie des espèces chimiques absorbées en surface. La facilité de cette opération dépend de la géométrie de la pièce à compacter mais elle est très importante car toute trace d'oxygène entraînera la formation d'oxydes aux frontières des particules. Ensuite, le conteneur est rendu étanche par soudage du queusot. Le dégazage peut aussi être réalisé en lit mince sur une goulotte vibrante et chauffée pendant le remplissage.

Les paramètres importants de cette opération sont principalement la température et la qualité du vide. Le dégazage ne doit pas dépasser une température de 500°C pour éviter la réaction des espèces absorbées avec la poudre. La pression à l'intérieur d'un lit de poudre de moins de 10 cm de haut descend lentement sous la barre de 10^{-3} mbar (10^{-1} Pa), alors qu'elle est 10 fois plus élevée au dessus de la poudre. Ceci est dû au difficile transport de gaz dans un massif de poudre, d'où l'intérêt du dégazage en lit mince et en temps masqué au remplissage dont la durée peut être de plusieurs heures pour des pièces massives. Les espèces dégazées sont le H_2O, le CO et le CO_2 notamment.

3.5. Cycle de compaction

L'ensemble conteneur et poudre est alors introduit dans un four CIC (Fig 1-4) où un cycle avec montée en température et pression est appliqué. La pression est appliquée par l'intermédiaire d'argon gazeux. Elle se situe généralement entre 50 et 150 MPa, tandis que la température varie entre 480°C (pour l'aluminium) et 1700°C (pour le tungstène). Bien évidemment, la température doit rester inférieure à la température de solidus mais suffisante pour éliminer les porosités et pour avoir un matériau dense avec de bonnes caractéristiques mécaniques et microstructurales.



(a) (b)

Figure 1 - 4. Vue de deux unités de compaction isostatique à chaud : (a) presse CIC pour grand volume de production (source: http://www.directindustry.fr), (b) enceinte CIC du CEA Grenoble. Les technologies diffèrent au niveau du mode de fermeture : (a) bouchons lisses et pression hydraulique exercée par un cadre précontraint par des câbles métalliques (technologie Asea), (b) fermeture de l'enceinte par des bouchons filetés, comme les culasses des canons de marine.

Pour ce qui concerne notre étude sur le 316L, le cycle de CIC utilisé pour la mise en forme des pièces (au CEA Grenoble et chez Bodycote) est un cycle semblable à ceux utilisés pour la mise en forme des pièces industrielles. Ce cycle dure 12 heures et peut être découpé en trois segments de temps (Fig.1-5):

- en trois heures, la température augmente jusqu'à 1150°C et la pression atteint 120 MPa,
- ensuite, la température et la pression sont maintenues pendant quatre heures,
- enfin, un refroidissement complet et une dépressurisation totale sont réalisés en cinq heures.

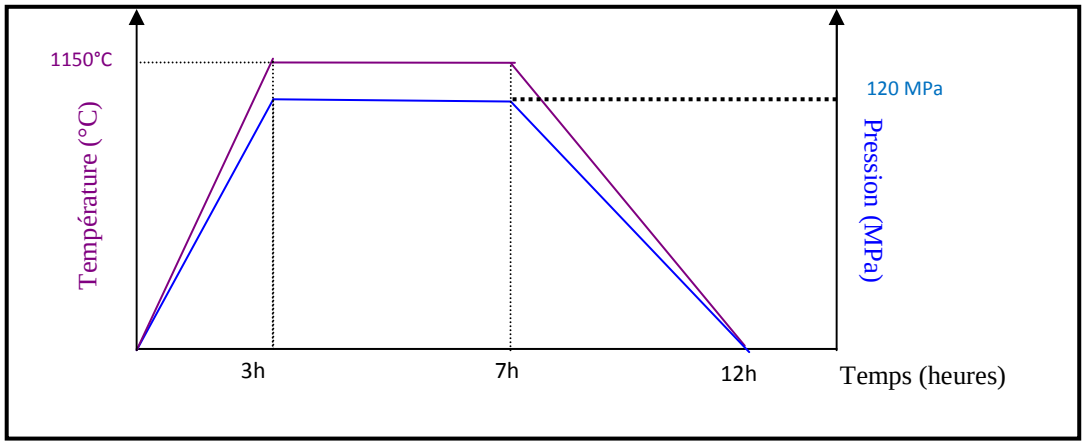


Figure 1 - 5. Cycle CIC appliqué.

4. Mécanismes physiques de densification

Dans une CIC, la modélisation de la déformation de la poudre est complexe vu le grand nombre de phénomènes physiques qui peuvent intervenir simultanément ou successivement. Ces mécanismes peuvent être classés en 4 grandes catégories [Abouaf, 85] :

- Réarrangement des particules de poudre par glissement des unes sur les autres : il intervient principalement à froid et aux premiers instants de la compression, et est présent pour tous les types de poudre. Son importance dépend de la morphologie des particules, de la distribution granulométrique, du matériau constitutif et de la qualité et quantité du lubrifiant éventuellement utilisé.
- Déformation plastique instantanée des particules (essentiellement à froid) : lorsque les contraintes appliquées deviennent suffisamment importantes, les grains subissent des déformations plastiques instantanées.
- Déformation viscoplastique des particules (essentiellement à chaud), appelée aussi fluage, qui obéit généralement à une loi de comportement de type puissance et qui constitue de loin le phénomène prépondérant lors de la densification.
- Transport par diffusion (essentiellement à chaud aux joints entre particules de poudre), par diffusion en surface ou aux joints de grains métallurgiques.

Après une vibration au remplissage pour réarranger les particules et lorsqu'une pression est appliquée et que le chauffage progresse, le compact va se déformer rapidement et très localement (contacts inter-particulaires) par déformation plastique instantanée. Ensuite, quand la température et la pression augmentent, la déformation viscoplastique et le transport par diffusion (éventuellement en toute fin de densification) deviennent les mécanismes qui contribuent le plus à la densification. Dans ce qui suit, nous nous intéresserons principalement au mécanisme de déformation viscoplastique des particules. Nous présenterons aussi le mécanisme de transport par diffusion mais d'une manière succincte.

4.1. Déformation viscoplastique des particules

Suite à l'augmentation de la température et de la pression, après le réarrangement, le premier mécanisme qui apparaît est le mécanisme de déformation viscoplastique des particules. Ce mécanisme est le plus souvent décisif pour la densification et la mise en forme [Kim, 02]. Il contribue fortement à l'augmentation de la densité relative d'un compact. Il représente le mécanisme prépondérant pour une grande partie du temps du procédé. Cette phase débute à une densité relative de l'ordre de 65% [Rizkallah et al., 01]. Une loi de type puissance, $\dot{\varepsilon} = A\sigma^n$, est traditionnellement utilisée pour modéliser la déformation des particules de poudre (où $\dot{\varepsilon}$ représente la vitesse de déformation, σ la contrainte et *A* et *n* deux paramètres dépendant de la température et caractérisant l'alliage métallique constitutif des particules). Au cours de ce mécanisme, la densité relative et donc la compacité augmentent d'une manière importante avec la formation des joints entre les particules. Dans le procédé CIC, la pression appliquée permet une densification avec une température plus basse que pour le frittage classique ce qui permet de limiter les phénomènes de grossissement des grains métallurgiques. Lorsque la densité augmente jusqu'à atteindre les derniers pourcents de densification, la densification par le mécanisme de déformation viscoplastique diminue et les mécanismes de transport par diffusion qui apparaissent deviennent les mécanismes prépondérants.

4.2. Transport par diffusion

Les mécanismes de transport par diffusion apparaissent donc très tardivement lors du procédé CIC pour devenir prépondérants lors des derniers pourcents de densification (certains auteurs utilisent également le mot frittage pour décrire ces mécanismes mais il ne faut pas les confondre avec le procédé de frittage lui-même). Contrairement à la déformation viscoplastique, le transport par diffusion activé par les gradients de potentiels chimiques qui se développe sous l'effet de gradients de pressions capillaires ou de contrainte correspond à la somme de plusieurs phénomènes qui peuvent se produire simultanément ou successivement. Ceci explique la complexité de sa modélisation. En effet, lors du transport par diffusion, la matière qui se déplace peut le faire comme l'illustre la figure 1-6 par une diffusion en volume ou en surface [Atkinson et Davies, 00]: c'est à dire par le centre du joint des particules ou la surface des particules. Pour la première source de matière provenant du centre des joints des particules, deux chemins sont envisageables : la matière peut passer par le joint des particules (diffusion aux joints de particules également appelée diffusion de type Coble, phénomène noté 1 dans la figure 1-6) où par une diffusion en volume (phénomène noté 2) [Helle et al., 85]. Pour la matière provenant des particules elles-mêmes, le flux peut se produire par un phénomène de diffusion en volume (phénomène noté 3), par diffusion surfacique (phénomène noté 4) (la matière passant par la couche superficielle du matériau) et ou encore par transport gazeux (phénomène noté 5) (évaporation-condensation).

L'évolution topologique de la microstructure lors de ces transports par diffusion dépend de l'origine du transport de matière. En effet, en suivant les chemins (1) et (2), les centres de particules se rapprochent et une consolidation et densification de la poudre survient. Les

transports par les chemins (3), (4) et (5) conduisent à une simple consolidation de la pièce sans densification mais ont cependant une grande influence sur la déformation du compact [Bernache-Assollant et Bonnet, 05].

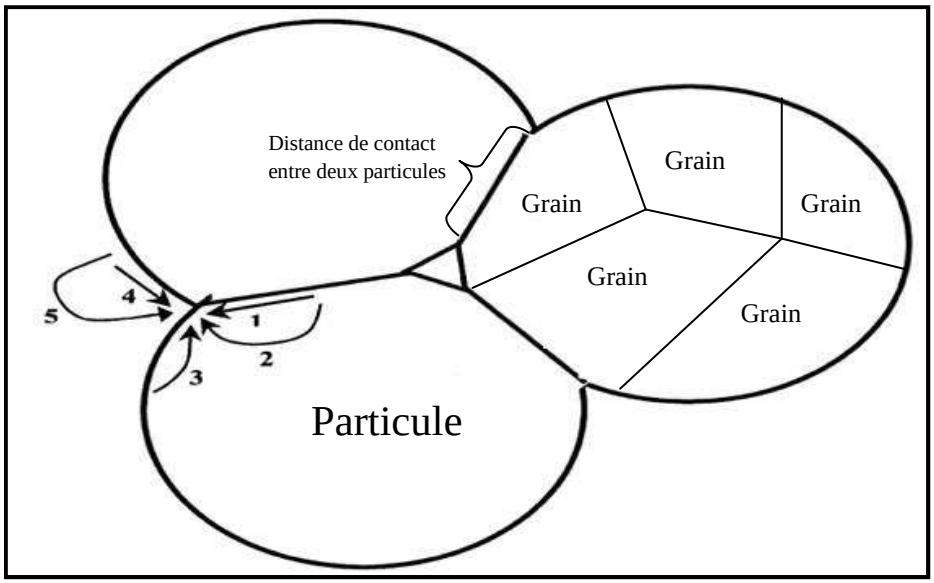


Figure 1 - 6. Les différents chemins de diffusion lors du transport par diffusion [Atkinson et Davies, 00].

L'influence de ces phénomènes sur la densité du compact dépend de plusieurs facteurs : pression, température, temps de maintien, granulométrie et forme de l'enveloppe. Chacun de ces paramètres a ses propres conséquences sur l'évolution du compact. Dans certaines conditions de température et de pression et aussi de granulométrie, un mécanisme peut devenir prépondérant sur les autres. Connaître les mécanismes prédominants et les mécanismes à négliger pendant l'évolution du procédé CIC est évidemment capital concernant la modélisation numérique de celui-ci. C'est ce qui a motivé le développement de modèles analytiques simples qui ont pu être exploités en terme de diagramme de densification et que nous allons décrire dans la section suivante.

5. Modélisation analytique du procédé CIC

Depuis quelques décennies, de nombreux travaux ont cherché à modéliser le procédé CIC en essayant de comprendre les mécanismes physiques le contrôlant. Ainsi, dans cette section du rapport, une synthèse des modèles analytiques existants est proposée.

5.1. Modèles analytiques

Les principaux travaux analytiques de modélisation de CIC sont les travaux de Wilkinson et Ashby, qui s'intéressent aux mécanismes de déformation [Wilkinson et Ashby, 75] et les travaux d'Arzt qui concernent l'étude de l'impact de certaines propriétés topologiques du compact de poudre [Arzt, 83]. Plus précisément, Arzt s'est intéressé à l'influence de l'augmentation du nombre moyen de particules voisines d'une particule (coordinence) sur la densification. Une relation de la forme $D=f(Z)$ (où Z représente la moyenne du nombre de coordination) a été calculée. Plusieurs travaux ont ensuite apporté des modifications sur ces modèles en jouant sur les hypothèses géométriques et/ou les hypothèses concernant la modélisation des mécanismes de densification [Arzt et al., 83 ; Fischmeister et Arzt, 83 ; Davies et Jones, 97].

Jusqu'à aujourd'hui, de nombreuses questions restent posées quant aux mécanismes de transformation de la poudre vers le matériau fini. Plusieurs auteurs ont essayé de modéliser analytiquement la CIC. Ces modélisations ont été élaborées en tenant compte des propriétés du matériau et des paramètres du procédé mais en s'appuyant sur de nombreuses simplifications. Dans l'ensemble de ces modèles, la température et la pression sont généralement supposées constantes et le retrait du compact est idéalisé comme isotrope. Pendant la CIC, la densité relative augmente et la morphologie des différentes particules de poudres est modifiée. La densification est un processus continu impliquant plusieurs mécanismes et phénomènes microstructuraux. Construire un modèle qui représente l'évolution continue de la densité est un problème non encore résolu. Une des solutions trouvée dans plusieurs travaux consiste à considérer le procédé de CIC comme un processus avec deux étapes (milieu granulaire puis milieu poreux). Dans ces deux étapes, les géométries, les hypothèses et les lois de comportement utilisées ne sont pas les mêmes afin d'obtenir une modélisation analytique plus réaliste du procédé. Une valeur limite de la densité relative (D = 0.9) a été introduite pour les séparer [Arzt et al., 83 ; Fischmeister et Arzt, 83 ; Davies et Jones, 97]. C'est la valeur généralement acceptée pour le passage d'une porosité ouverte à une porosité fermée.

Pendant la première étape de la modélisation c'est à dire lorsque la densité relative D est inférieure ou égale à la valeur limite D=0.9, les particules de poudre sont supposées sphériques, de même rayon R, bien différenciées et sont en contact avec les particules voisines à travers de petites surfaces (Fig. 1-7). Or, dans la réalité, la géométrie et la disposition des particules ne sont jamais aussi parfaites. Les contacts entre ces particules augmentent en nombre et en taille et la densification est déterminée par l'évolution de ces contacts. Ainsi, naturellement cela conduit à considérer une deuxième étape (D > 0.9), pour

laquelle, le compact est modélisé comme un solide homogène dont les pores ne sont plus communiquants et idéalisés par des sphères (Fig. 1-8). La modélisation est basée dans cette étape sur les pores et non plus sur les particules.

A noter que la densité relative est définie comme $D = \frac{V_s}{V_{app}}$ avec V_s le volume total des particules de poudre et V_{app} le volume total.

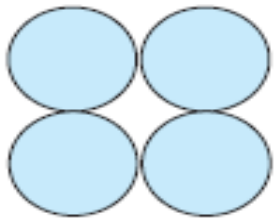


Figure 1 - 7. Géométrie pendant la première étape.

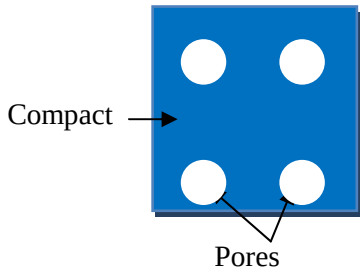


Figure 1 - 8. Géométrie pendant la deuxième étape.

Ces approches analytiques, bien que riches d'enseignement (modes de déformation prépondérants au niveau local en fonction de l'avancement de la densification), restent cependant très limitées vis-à-vis du comportement réel de la poudre au regard des phénomènes physiques complexes en jeu comme décrit dans la section 4 de ce chapitre.

5.2. Vitesse de densification

La modélisation analytique du procédé CIC consiste à identifier et quantifier les mécanismes qui participent à l'échelle microscopique à la densification de la pièce. La variable qui caractérise le mieux l'état du compact est sa densité relative. Sa valeur macroscopique est obtenue en sommant au cours du temps du procédé les effets microscopiques. Cette variable est déterminée à travers l'intégration numérique de l'expression de la vitesse de densification. C'est pourquoi, un des principaux objectifs de la modélisation analytique est d'identifier les expressions de la vitesse de densification associées aux différents mécanismes qui peuvent se produire pendant la CIC. Plusieurs approches ont été développées pour étudier l'évolution de la densification provoquée par les différents mécanismes du procédé CIC : Artz [Arzt et al., 83], Helle [Helle et al., 85] et Atkinson [Atkinson et Davies, 00]. Dans toutes ces approches, les lois d'évolution de la densification sont identifiées pour chaque mécanisme afin de caractériser la densité relative du compact. Elles sont basées sur des principes physiques et des hypothèses fortes pour décrire l'évolution de la densité relative au cours du temps. Les vitesses de densification peuvent ainsi servir pour déterminer les mécanismes prédominants au cours de la densification. L'influence de chacun des mécanismes agissant pendant la densification du compact dépend de l'évolution des variables du procédé à travers le temps. La vitesse de densification est finalement la somme de toutes les vitesses de densification des mécanismes qui se déroulent simultanément. Ces expressions restent limitées dans leur validité à cause des hypothèses prises en compte pour les définir. Parmi ces hypothèses nous pouvons noter la modélisation d'une géométrie idéalisée contenant des pores et un compact uniformément distribué, une densification

supposée uniforme et l'utilisation de fonctions approchées telles que la surface moyenne de contact. Un exemple de calcul de la vitesse de densification, pour la déformation viscoplastique des particules pendant l'étape 1 ($D < 0.9$), est présenté dans l'annexe 1. Nous présentons une synthèse de ces expressions, dans le tableau 1-1 en se référant principalement à [Atkinson et Davies, 00]. La nomenclature associée est présentée dans l'annexe 2.

Les expressions des vitesses de densification présentées dans le tableau 1-1 synthétisent celles classiquement acceptées pour le mécanisme de déformation viscoplastique des particules et pour les deux chemins de transport de matière à partir du centre des joints des particules (notés 1 et 2 sur la figure 1-6).

Mécanismes	Equations	Références
Déformation viscoplastique des particules		
Etape 1	$\dot{D} = 5.3\,(D^2 D_0)^{\frac{1}{3}} \frac{1}{\sqrt{3}} \left(\frac{D-D_0}{1-D_0}\right)^{\frac{1}{2}} A\left(\frac{P_{1eff}}{3}\right)^n$	[Helle et al., 85]
Etape 2	$\dot{D} = \frac{3}{2} A \frac{D(1-D)}{(1-(1-D)^{\frac{1}{n}})^n} \left(\frac{3P_{2eff}}{2n}\right)^n$	[Helle et al., 85]
Transport par diffusion		
Diffusion au joint de particules selon le joint (chemin 1 noté sur la figure 1-6)		
Etape 1	$\dot{D} = 43 \left(\frac{1-D_0}{D-D_0}\right) \frac{\Omega}{kT} \frac{\delta D_b}{R^3} P_{1eff}$	[Helle et al., 85]
Etape 2	$\dot{D} = 4 \frac{\Omega}{kT} \frac{\delta D_b}{R^3} P_{2eff}$	[Helle et al., 85]
Diffusion volumique au joint de particule (chemin 2 noté sur la figure 1-6)		
Etape 1	$\dot{D} = 32\,(1 - D_0) \frac{\Omega}{kT} \frac{D_v}{R^2} P_{1eff}$	[Atkinson et Davies, 00]
Etape 2	$\dot{D} = 3 \left(\frac{1-D}{6D}\right)^{\frac{1}{2}} \frac{\Omega}{kT} \frac{D_v}{R^2} P_{2eff}$	[Atkinson et Davies, 00]

Tableau 1 - 1. Equations de la vitesse de densification pour différents mécanismes pendant un procédé CIC [Atkinson et Davies, 00] (voir en annexe 2 la définition des termes).

5.3. Courbes de densification

Les différentes expressions de vitesse de densification décrites par le tableau 1.1 sont intéressantes, mais évidemment dépendantes de nombreux paramètres, d'où la nécessité de présenter ces expressions sous une forme plus explicite de courbes appelées courbes de densification. Ces courbes sont des diagrammes utilisés pour identifier le mécanisme dominant pendant la densification d'un compact et étudier l'influence de chaque paramètre au cours du temps. Le principe de construction de ces cartes consiste à fixer une des variables (température, pression ou densité) et à tracer dans le plan des deux autres les domaines dans lesquels la déformation est contrôlée par un mécanisme de déformation donné. Le mécanisme prépondérant est déterminé à travers l'évaluation de la plus grande valeur de la vitesse de

densification des différents mécanismes. Arzt [Arzt et al., 83] et Helle [Helle et al., 85] ont par exemple suivi cette méthodologie pour un superalliage de « nichrome » Ni-20Cr en proposant trois diagrammes : le premier pour une pression fixe avec comme variables la densité et le rapport de température $\frac{T}{T_m}$ (Fig. 1-9), le deuxième pour une température fixe avec comme variables la densité et la pression normalisée $\frac{P}{\sigma_y}$ (Fig. 1-10) et le dernier pour une densité fixe avec la température et la pression comme variables (Fig. 1-11).

Ces courbes sont obtenues à travers l'intégration numérique des différentes équations de vitesse de densification pour les différents mécanismes. Dans les figures 1-9 et 1-10, nous remarquons qu'il existe des lignes pour séparer les mécanismes dominants (lignes rouges) et des lignes exprimant l'évolution de la densité relative en fonction du temps (lignes noirs). Par exemple, pour un superalliage Ni-20Cr (Fig. 1-9), pour une pression de 100 MPa, pour un rayon de particules de 50 µm et pour un rapport de température $\frac{T}{T_m} = 0.7$, nous obtenons après 15 minutes une densité relative de 0.92 (la déformation viscoplastique est alors le mécanisme prépondérant) et après deux heures une densité relative de 0.98 (le transport par diffusion est alors le mécanisme prépondérant). La figure 1-11 est un peu différente des deux autres puisqu'elle illustre l'influence de la taille des particules initiales sur le procédé et met en évidence l'importance de l'application d'une pression dans un procédé CIC. Nous remarquons sur cette figure que plus la taille des particules est petite moins la pression et la température nécessaires pour densifier sont grandes. Par exemple, nous remarquons que, pour un rayon de particules homogène égale à 25 µm et pour une pression de 20 MPa, une température de 1300°C est nécessaire afin d'atteindre une densité égale à 99% en une heure tandis que la température peut-être ramenée à 1000°C dans le cas d'une pression fixée à 100 MPa. Ces valeurs, bien que très grossières par leur degré d'approximation, illustrent cependant une nouvelle fois un des avantages important du procédé CIC vis-à-vis d'un frittage classique.

De manière générale, il convient de noter que les courbes de densification présentent plutôt un caractère indicatif compte tenu des hypothèses et incertitudes sur les coefficients utilisés dans les équations de la vitesse de densification. De plus, l'établissement de telles cartes de densification se révèle assez souvent délicat car il faut pouvoir disposer de l'ensemble des données physiques et mécaniques qui contribuent aux équations de densification. Finalement, on pourra remarquer que diagnostiquer qu'un mécanisme est prépondérant ne veut pas forcément dire que les autres sont négligeables. En conclusion, elles ne peuvent suffire qu'à une prédiction qualitative de l'évolution de la densité.

Pour le cas de notre étude, la température va atteindre 1150°C et la pression 120 MPa. En se référant à la figure 1-12 pour le cas d'une poudre en acier, nous pouvons conclure que le mécanisme de déformation viscoplastique à chaud représente le mécanisme prépondérant pour la majorité du temps de densification et plus précisément jusqu'aux derniers pourcents de densification.

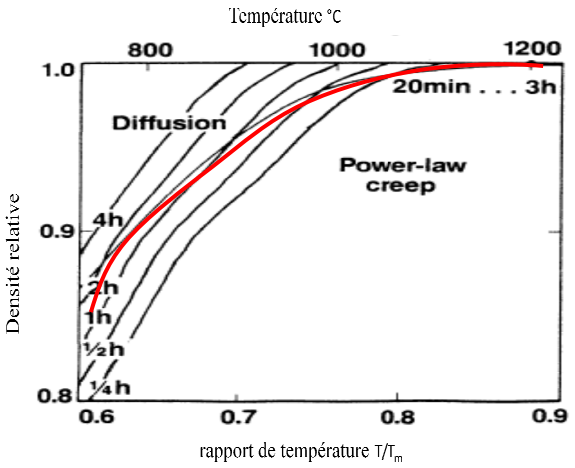


Figure 1 - 9. Courbe de densification pour une poudre (superalliage Ni-20Cr) exprimant la densité relative en fonction du rapport de température avec une pression constante égale à 100 MPa et pour des rayons de particules constants égaux à 50 µm [Atkinson et Davies, 00].

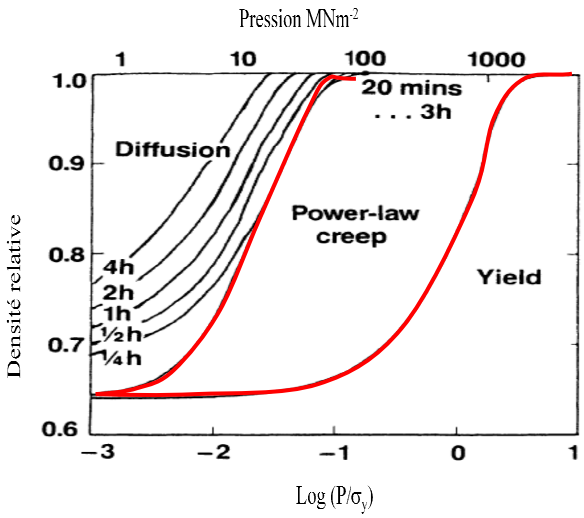


Figure 1 - 10. courbe de densification pour une poudre (superalliage Ni-20Cr) exprimant la densité relative en fonction de la pression normalisée avec une température constante égale à 1473 K et pour des rayons de particules constants égaux à 50 µm [Atkinson et Davies, 00].

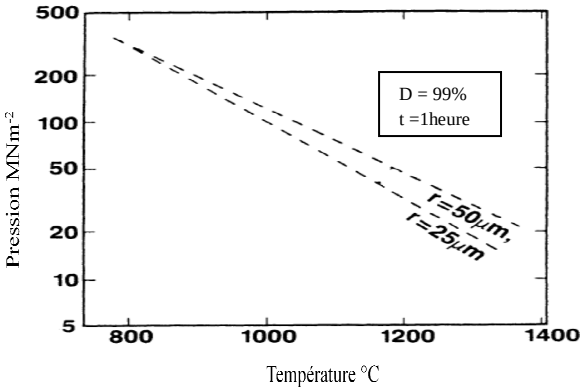


Figure 1 - 11. Courbe de densification pour une poudre (superalliage Ni-20Cr) exprimant l'évolution de la pression en fonction de la température T pour obtenir une densité relative de 99% après une heure et pour deux rayons de particules différents [Atkinson et Davies, 00].

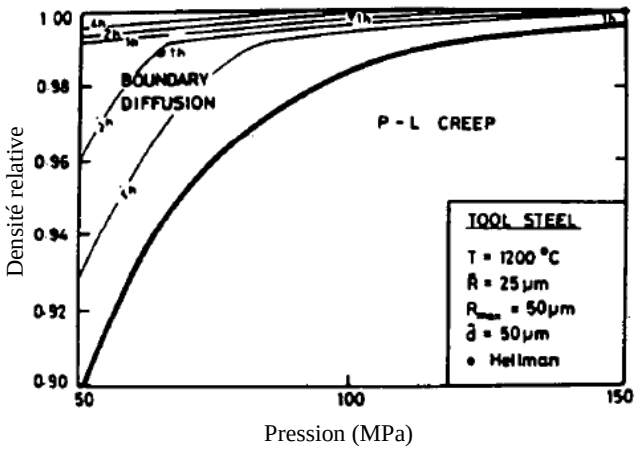


Figure 1 - 12. courbe de densification pour une poudre en acier exprimant la densité relative en fonction de la pression avec une température constante égale à 1473 K et pour des rayons de particules constants égaux à 25 µm [Helle et al., 85].

6. Modélisation numérique du procédé CIC

Au niveau des études analytiques décrites précédemment, plusieurs hypothèses et simplifications ont été prises en compte. Li [Li et al., 87] a mis en évidence le caractère très restrictif de l'une de ses hypothèses qui consiste à supposer uniforme la densification d'une pièce. En effet, comme illustré par le résultat (obtenu analytiquement) de la figure 1-13, la cinétique de densification au sein d'un lopin cylindrique en acier, de hauteur 60 mm et avec une taille de particule homogène fixée à 2 µm, peut être extrêmement hétérogène spatialement. Nous remarquons qu'après 23 minutes, la densité relative est de 0,8 au niveau de la surface du compact mais seulement de 0,69 au centre du compact. Ainsi, pour réduire le nombre des hypothèses et mieux prendre en compte les évolutions métallurgiques et les couplages associés, les modèles numériques demeurent nécessaires.

Les outils numériques sont potentiellement capables de réduire le volume des études expérimentales très coûteuses sur les lignes de production. Pour un procédé complexe tel que la CIC, la modélisation peut améliorer largement les performances du procédé en terme de caractéristiques microstructurales et mécaniques. Ainsi, depuis plusieurs décennies, plusieurs approches numériques ont été développées. Dans cette section, nous nous intéressons à la présentation des méthodes numériques existantes pour simuler principalement le mécanisme de déformation viscoplastique des particules mais aussi d'une manière succincte le mécanisme de transport par diffusion.

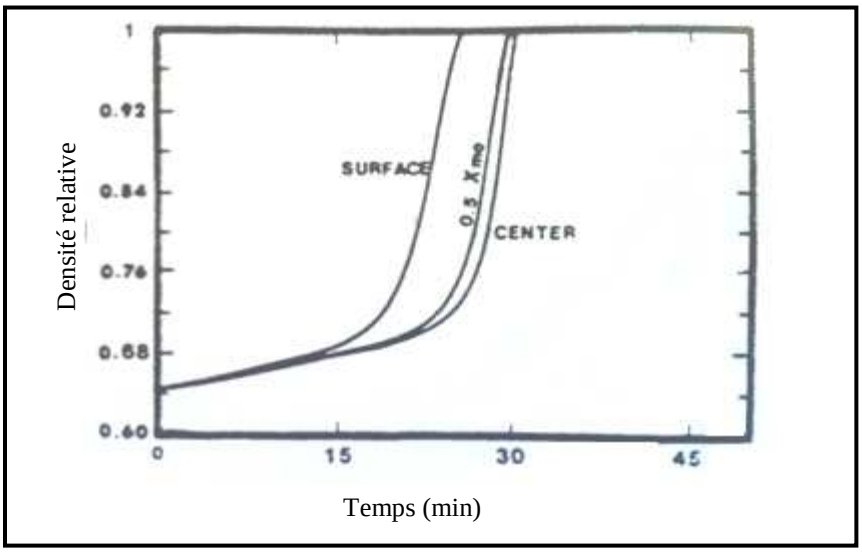


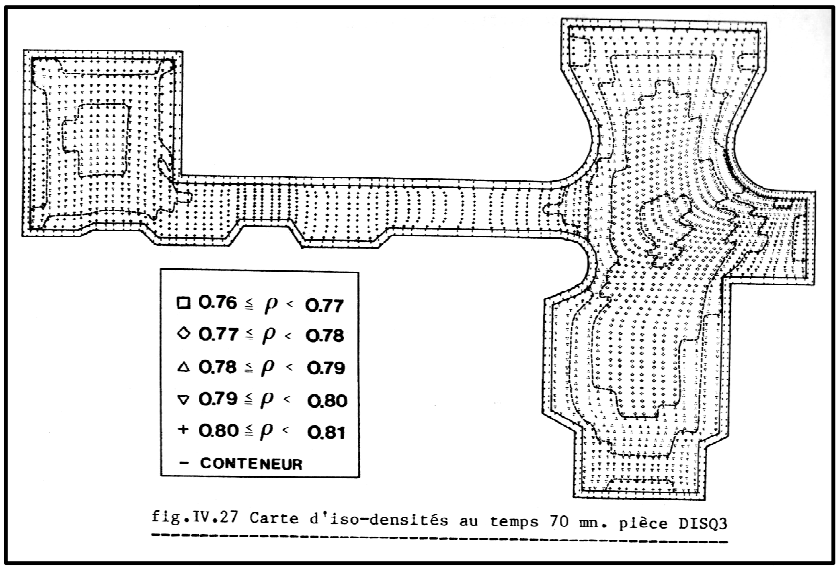
Figure 1 - 13. Evolution de la densification pour différentes positions à l'intérieur d'un compact (résultat issu de calcul analytique) pour un cylindre en acier de hauteur égal à 60 mm et pour un rayon de particule homogène égal à 2 µm [Li et al., 87].

6.1. Modélisation à l'échelle macro de la déformation viscoplastique des particules

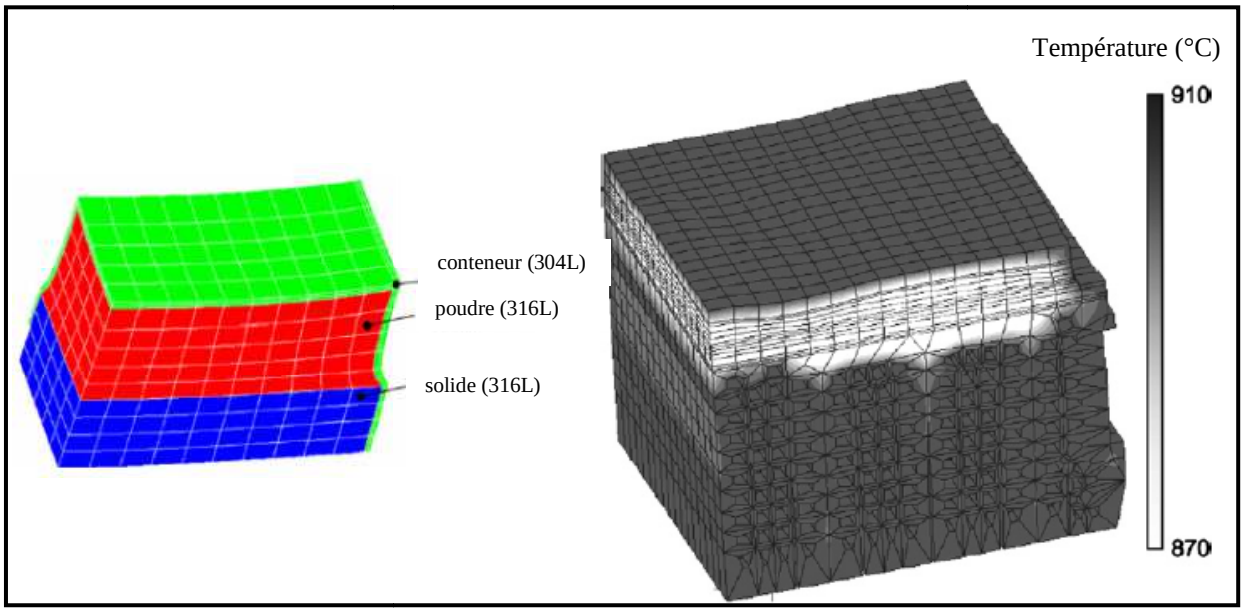
La déformation viscoplastique irréversible de l'alliage métallique constitutif des particules (acier inoxydable pour notre application) apparaît généralement lorsque la température appliquée atteint le tiers ou la moitié de la température de fusion du matériau (Source : Association britannique de l'acier inoxydable, http://www.bssa.org.uk).

Pour l'application du procédé CIC, ce mécanisme a été principalement modélisé à l'échelle macroscopique par des approches de type éléments finis [Besson, 90 ; Jinka et Lewis, 93 ; Bouaziz, 97 ; Gillia et al., 07 ; Ransing et al., 00]. Cette méthode consiste à modéliser un milieu généralement biphasé (particules et porosité) comme un milieu continu homogène équivalent caractérisé par une densité relative. Le cadre général de cette méthode a été introduit dans les travaux d'Abouaf [Abouaf, 85 ; Abouaf et Chenot, 86 ; Abouaf et al., 88]. Le formalisme utilisé par Abouaf, valable en grandes déformations pour les poudres déformées est un formalisme purement viscoplastique. Il lui a permis de définir un potentiel de vitesse de déformation viscoplastique qu'il suppose dépendant uniquement de la contrainte équivalente et de la température. La résolution des équations macroscopiques permet de déterminer la distribution de la densité relative en tout point du maillage éléments finis utilisé ainsi que la forme finale du compact (en tenant compte ou non de la modélisation du conteneur). Elle permet aussi d'identifier la cartographie des contraintes et déformations de toute la pièce modélisée. De plus, ces modèles permettent d'étudier l'influence de divers paramètres sur la compaction tels que le matériau utilisé, le cycle CIC appliqué et le conteneur. Ce dernier peut impliquer, par exemple, un ralentissement de la densification au niveau des arêtes et ses caractéristiques rhéologiques peuvent jouer un rôle très important sur la cinétique de densification. Aujourd'hui, plusieurs codes de calcul par éléments finis, tels qu'Abaqus par exemple, peuvent être utilisés pour modéliser le procédé à l'échelle macroscopique (Fig. 1-14).

Un des inconvénients de cette méthode est qu'elle ne prend pas en compte les phénomènes morphologiques locaux. De plus, un nombre restreint d'essais expérimentaux restera toujours requis pour caractériser précisément les matériaux puis calibrer les paramètres des modèles de comportements macroscopiques utilisés dans les modèles éléments finis. Par exemple, dans la modélisation des cycles du procédé CIC, la variation de plusieurs propriétés du matériau (module d'Young, coefficient de Poisson, coefficient de dilatation thermique, chaleur massique et conductivité thermique) en fonction de la densité relative est essentielle pour la modélisation correcte du comportement réel du matériau. Finalement, les modèles purement viscoplastiques (modèle d'Abouaf par exemple) sont incapables de décrire une densification s'effectuant pour des températures inférieures à 600°C puisque le modèle ne prédit aucune densification.



(a)



(b)

Figure 1 - 14. Modélisation d'une pièce avec la méthode des éléments finis (a) en 2D [Abouaf, 85] (b) en 3D [Gillia et al., 07].

6.2. Modélisation à l'échelle méso du procédé CIC

Les modèles macroscopiques présentés ne prennent pas en compte les spécificités morphologiques de la poudre. De plus, il n'est pas facile de définir un modèle macro qui soit parfaitement représentatif du modèle réel en terme de comportement. Ainsi, pour améliorer ce constat, plusieurs travaux ont été réalisés sur la modélisation de la CIC à l'échelle microscopique. Dans cette approche, les problèmes locaux de contact entre particules sont considérés. Ces travaux, contrairement aux modèles macroscopiques, abordent une description à l'échelle des particules et une modélisation des actions de compression inter-particules. Ils consistent à chercher à simuler la densification des particules à l'échelle mésoscopique afin de prendre en compte les caractéristiques microstructurales de la poudre ainsi que les phénomènes physiques intervenant à l'échelle des particules.

6.2.1. Déformation viscoplastique des particules

La méthode des éléments discrets (DEM) permet aujourd'hui de simuler de nombreux phénomènes physiques liés à la modélisation mécanique des poudres industrielles [Chen, 08] tels que la déformation viscoplastique des particules durant la CIC. Cette méthode considère que les particules sont rigides. De plus, elle est basée sur une force d'interaction introduite entre les particules. Cette méthode permet de modéliser le comportement d'un amas de particule de poudre soumis à des chemins de chargement complexes. Une telle étude se révélant difficilement réalisable d'un point de vue expérimental.

La loi de contact entre particules représente un des paramètres les plus importants dans ce modèle. Elle est présentée par des relations entre la force et le rapprochement des centres des particules suivant la direction normale qui relie les centres [Chen, 08 ; Choi et Gethin, 09]. En effet, une multitude de modèles de contact inter-particulaire ont vu le jour avec comme objectif principal de reproduire les comportements macroscopiques complexes observés réellement. Ainsi, la DEM nécessite une calibration poussée du coefficient de contact entre particules. L'effet de ce paramètre sur les résultats est du premier ordre (Fig. 1-15) [Procopio et Zavaliangos, 05 ; Choi et Gethin, 09]. Sur un autre plan, en se basant sur la méthode DEM, W. Tanwongwan [Tanwongwan et al., 05] a étudié l'influence de l'arrangement initial (Fig. 1-16) et de la taille des particules en conservant une distribution monodisperse sur la densification. Il a signalé que l'influence du premier paramètre est très importante par rapport au deuxième.

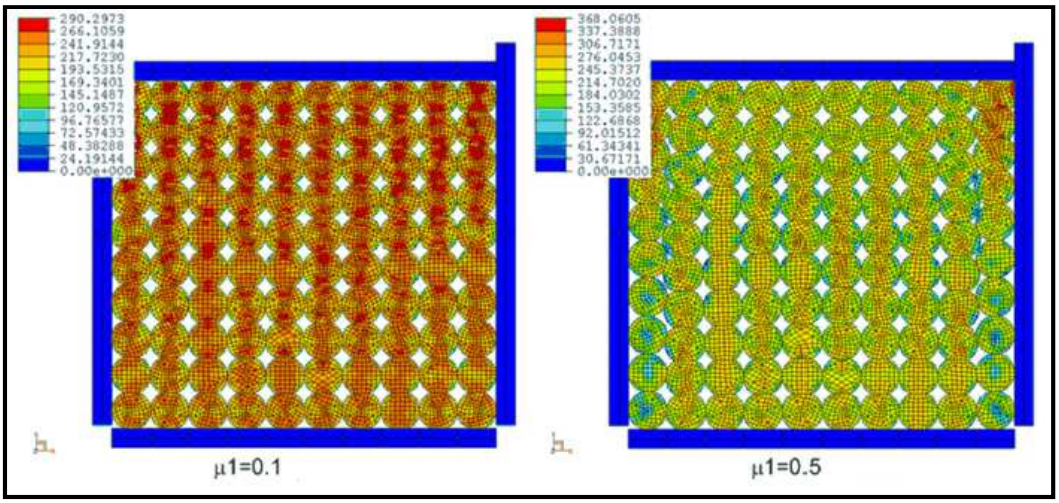


Figure 1 - 15. Effet du coefficient de frottement (μ1) sur la contrainte efficace (*effective stress*) pour le cas de 100 particules de poudre en acier 316 L (la densité relative varie entre 80% et 86%) [Choi et Gethin, 09].

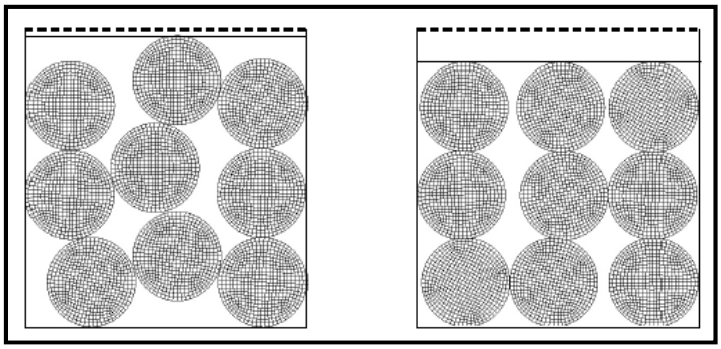


Figure 1 - 16. Deux types d'arrangement modélisés et comparés par W. Tanwongwan [Tanwongwan et al., 05].

Par ailleurs, de récents développements ont portés sur la combinaison de la méthode des éléments finis avec la méthode DEM afin de tenir compte de la déformation des particules, du mouvement propre de chaque particule et aussi de leurs interactions [Haggblad et Li, 95 ; Li et Haggblad, 97 ; Ransing et al., 00 ; Gethin et al., 06 ; Choi et Gethin, 09]. Les pionniers du développement de cette méthode sont Ransing, Gethin, Lewis et Chen [Ransing et al., 00 ; Gethin et al., 06 ; Chen, 08]. Dans ces méthodes, le comportement cinématique des particules est modélisé par un schéma discret tandis que la déformation interne est modélisée par un schéma continu. Ainsi, chaque particule est maillée et modélisée, selon un formalisme EF, comme déformable en tenant compte du comportement adopté. De plus, cette approche, comme pour la méthode DEM, permet de s'affranchir de l'hypothèse de particules sphériques monodisperses. Par exemple dans la figure 1-17, nous présentons quelques formes et géométries de particules modélisées avec cette méthode combinée [Choi et Gethin, 09]. Cette méthode donne de bons résultats en 2D mais reste jusqu'à l'heure actuelle inappropriée en 3D à cause d'un coût numérique important.

Malgré toutes ces limitations, de telles simulations peuvent aider à comprendre l'influence des paramètres caractéristiques du matériau et du procédé et facilitent la recherche des

conditions expérimentales adéquates pour atteindre les objectifs de la compaction avec un nombre minimum d'essais expérimentaux.

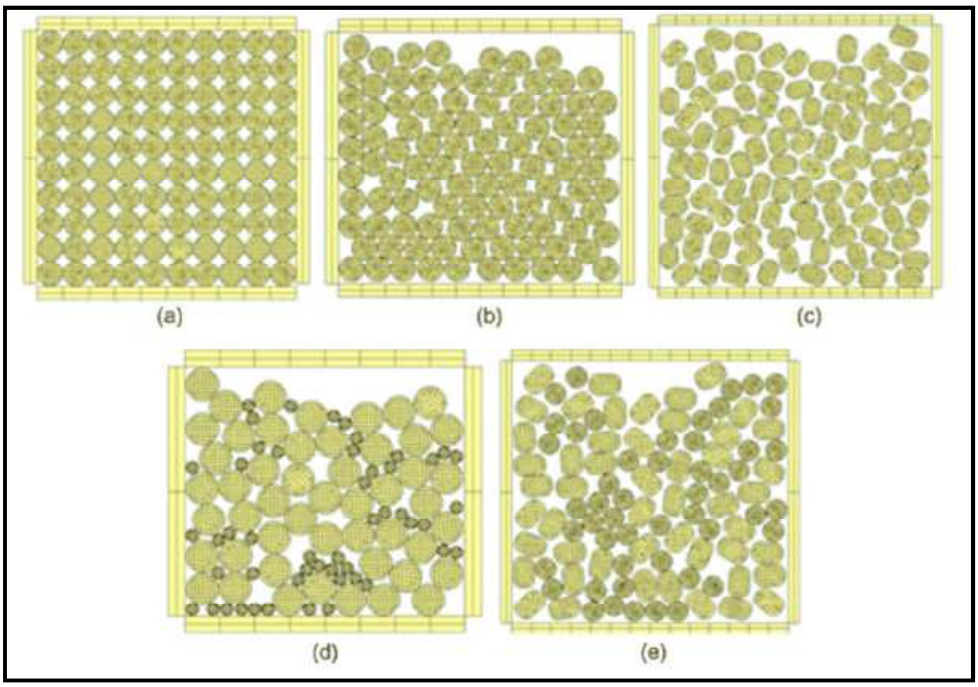


Figure 1 - 17. Exemples de formes et de géométries de particules modélisées numériquement : (a) particules circulaires monodisperses, (b) réarrangement non uniforme des particules (c) particules de forme semi rectangulaire (d) particules de tailles différentes (e) particules de formes différentes [Choi et Gethin, 09].

6.2.2. Transport par diffusion

Comme illustré dans la section 4.2, contrairement au mécanisme de déformation viscoplastique des particules, le transport par diffusion est composé de plusieurs phénomènes ce qui rend sa modélisation plus complexe. Au cours de la densification, la minimisation de l'énergie de surface du système dépend principalement du bilan entre l'augmentation des énergies d'interfaces particule/particule et la diminution des énergies d'interfaces particule/vide. Les contraintes locales à l'intérieur des particules (exprimées par la loi de Laplace) sont typiquement de l'ordre du MPa (donc faibles par rapport à la contrainte moyenne appliquée). Comme ces contraintes varient sur quelques µm, les gradients de potentiels chimiques deviennent suffisants pour activer des flux de diffusion.

Le domaine de la modélisation de la simulation numérique du transport par diffusion réunit à ce jour de nombreux travaux de recherche. Les études concernant ce mécanisme se classent en trois familles : les approches de type dynamique moléculaire, les méthodes stochastiques de type Monte-Carlo et les méthodes déterministes. Pour la première approche, la modélisation est effectuée en 2D et 3D sur des particules de taille nanométrique [Gendron, 01] (Fig. 1-18). Ainsi, chaque particule est composée d'un nombre important d'atomes. Bien que cette approche permette d'obtenir des résultats intéressants à l'échelle nanométrique, le coût numérique pour son utilisation à l'échelle millimétrique d'un ensemble de particule reste

rédhibitoire. En outre, le transport par diffusion a aussi été modélisé par des méthodes stochastiques (Fig. 1-19 et 1-20). Ces méthodes sont à l'heure actuelle les seules méthodes permettant de modéliser ce mécanisme pour un grand nombre de particules à l'échelle micro et en 3D. Les deux inconvénients majeurs de ces approches résident dans le fait qu'elles ne prennent pas en compte la signification physique de la température et que le transport de masse est décorrélé des gradients de courbure des particules.

A un autre niveau, les méthodes déterministes telles que les éléments finis et les différences finies ont été utilisées pour modéliser le mécanisme de transport par diffusion. A ce jour, ces méthodes ne permettent de modéliser que quelques particules en 2D ou 3D en prenant en compte les phénomènes microstructuraux (Fig. 1-21) [Djohari and Derby, 09; Bruchon et al., 09 ; Djohari et al., 09]. Un des inconvénients de ces méthodes est la difficulté de traiter correctement l'interface solide/solide. En effet, elles doivent bien décrire l'évolution de la surface libre des particules et la courbure et la vitesse surfacique doivent être calculées rigoureusement et avec précision.

Une méthode innovante, basée sur la méthode level-set (décrite dans le chapitre 3), pour modéliser le mécanisme de transport par diffusion est en cours de développement au sein de la librairie CimLib du CEMEF [Bruchon et al., 09 ; Bruchon et al., 11 ; Bruchon et al., 12] (cette librairie sera présentée dans la section 3 du chapitre 3). Cette méthode est intéressante vu qu'elle permet de simuler le transport de matière en combinant adaptation de maillage, laplacien de la courbure et vitesse de diffusion. Elle permet de simuler en 2D et 3D des particules (Fig. 1-22 et 1-23) en prenant en compte de manière naturelle les changements topologiques qui interviennent à la surface des particules. Les premières simulations, effectuées en 2 et 3 dimensions, sont encourageantes et montrent un comportement cohérent de l'interface.

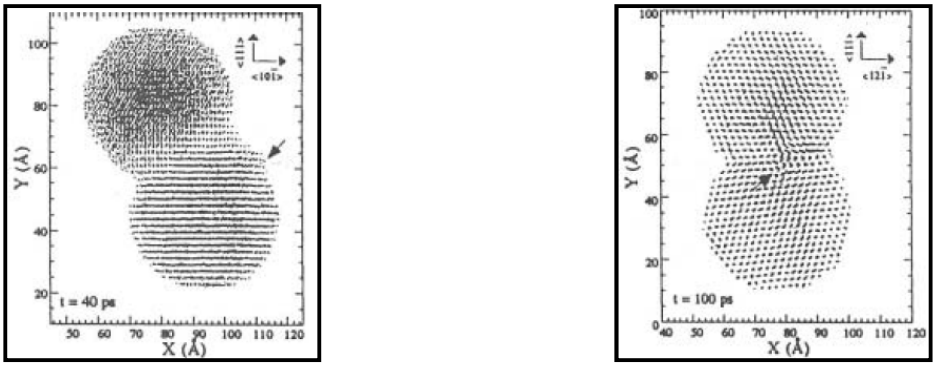


Figure 1 - 18. Interaction de deux sphères obtenue par l'approche dynamique moléculaire à l'échelle nanométrique [Gendron, 01].

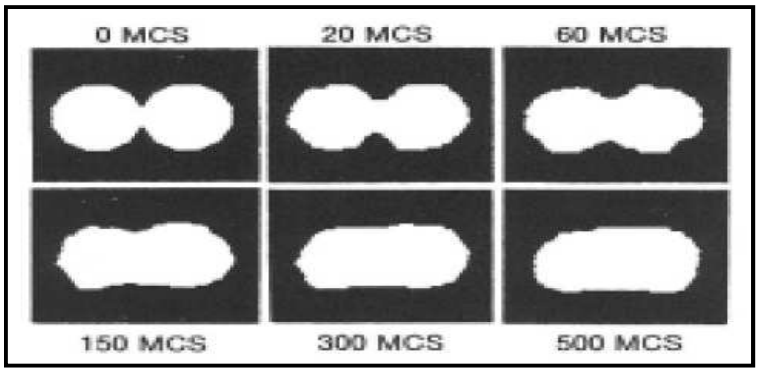


Figure 1 - 19. Evolution du frittage par l'approche Monte Carlo en fonction du nombre d'incréments de Monte Carlo (MCS) [Gendron, 01].

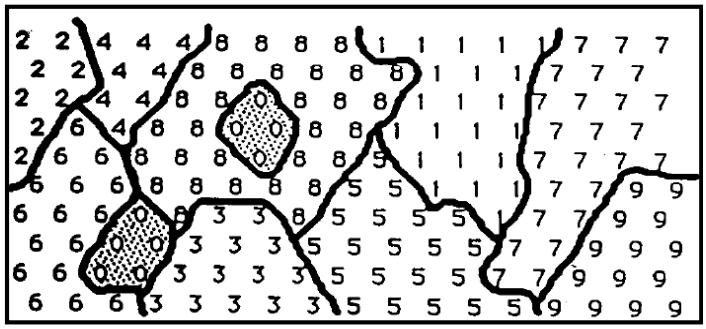


Figure 1 - 20. Modélisation de la croissance granulaire obtenue sur des sites d'indice allant de 0 à 9 selon leur nature chimique ou orientation cristalline (cas de modélisation du procédé de frittage) [Gendron, 01].

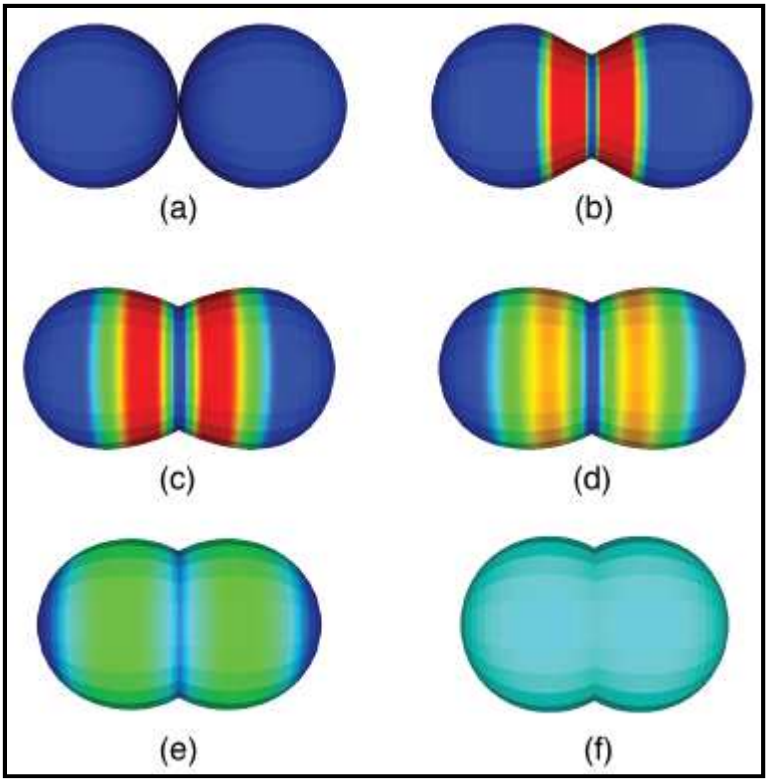


Figure 1 - 21. Evolution d'un couple de particules soumis uniquement à un transport par diffusion (diffusion aux joints de particules) [Djohari and Derby, 09].

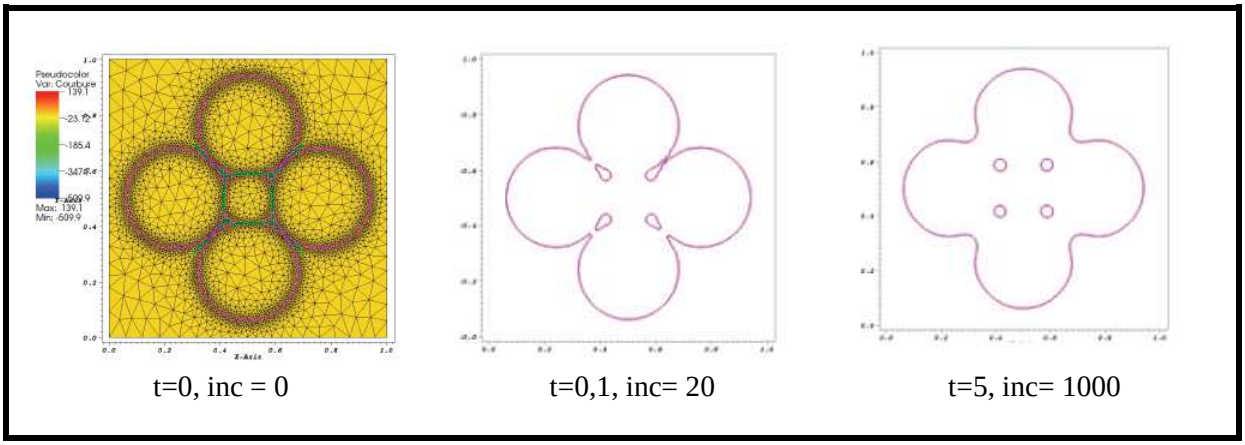


Figure 1 - 22. Diffusion surfacique de 5 particules à l'aide du formalisme level-set [Bruchon et al., 09].

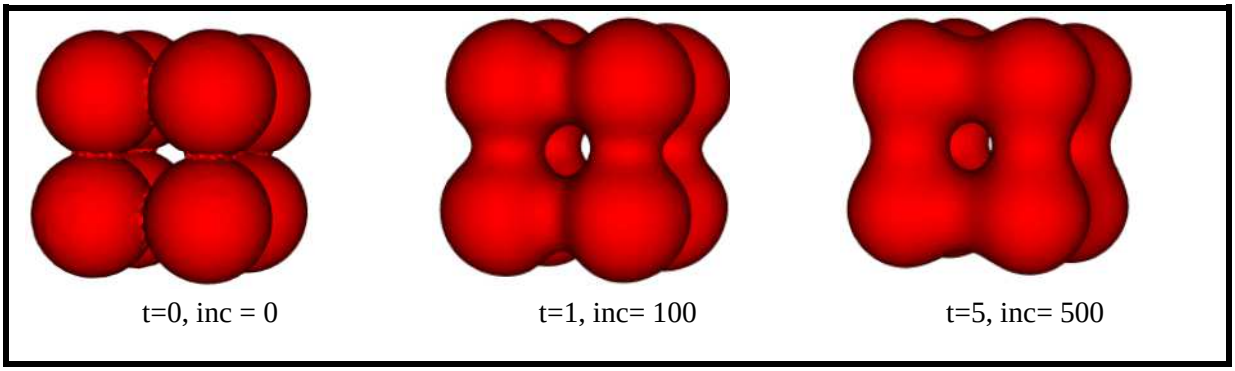


Figure 1 - 23. Diffusion surfacique de 8 particules en 3D à l'aide du formalisme level-set [Bruchon et al., 12].

7. Synthèse

L'intérêt principal de ce chapitre fut d'introduire la MdP, en particulier le procédé CIC appliqué à des poudres préalliées, mais surtout de faire un état de l'art des méthodes analytiques et numériques qui modélisent le procédé CIC ou les mécanismes physiques entrant en jeu. Concernant les méthodes analytiques, des modèles prenant en compte des caractéristiques microscopiques ont été construits. Ces modèles permettent de construire des courbes de densification exprimant l'évolution de la densification en fonction des paramètres du procédé et des caractéristiques initiales de la poudre. L'inconvénient de ces méthodes est qu'elles sont basées sur des hypothèses simplificatrices fortes difficilement justifiables.

D'un point de vue modélisation numérique, les méthodes utilisées telles que les méthodes de Monte Carlo, les méthodes de type dynamique moléculaire et les méthodes déterministes apportent une méthodologie améliorée par rapport à la solution analytique. Cependant, bien que des résultats intéressants aient déjà été obtenus, surtout en 2D, il est évident que le coût numérique de ces approches reste encore un inconvénient notamment en 3D. Sur un autre plan, il apparaît au travers des dernières études que la méthode level-set, introduite dans la bibliothèque CimLib au sein du laboratoire CEMEF, apporte une solution robuste au problème de modélisation réel d'un des phénomènes du procédé CIC en 2D mais aussi en 3D [Bruchon et al., 09].

La prévision des caractéristiques des composants compactés nécessite un accès à des informations concernant la microstructure. Ceci ne peut être réalisé qu'à travers une modélisation à l'échelle d'un ensemble de particules. Ainsi, une nouvelle approche s'avère nécessaire pour modéliser la compaction des poudres durant le procédé CIC à l'échelle mésoscopique. Une modélisation 3D devient incontournable pour apporter des éléments de compréhension concernant ce sujet. Dans cette thèse, nous avons centré notre travail sur l'analyse de la déformation viscoplastique des particules, mécanisme quasi prépondérant tout au long du procédé (Fig. 1-12). Cependant, nous souhaitions également travailler avec une méthode capable de traiter à terme les phénomènes de diffusion.

Les récents résultats, très encourageants, concernant l'application du formalisme level-set aux problèmes de diffusion nous ont ainsi conduit à considérer que cette approche pouvait être une candidate très intéressante pour la modélisation de l'ensemble des mécanismes d'évolution des particules durant une CIC. C'est ainsi que dans ce travail nous avons cherché à introduire une approche level-set pour la modélisation de la phase de déformation viscoplastique opérant lors du procédé CIC à l'échelle d'un VER contant plusieurs centaines voir milliers de particules.

La validation du travail numérique, que nous présenterons dans les chapitres 3 et 4, nous a conduits à mener également différents travaux à caractère expérimental. Ces travaux expérimentaux nous ont également permis d'étudier les propriétés des pièces compactées. La présentation des travaux et résultats expérimentaux est l'objectif du chapitre suivant.

Chapitre II

Etude expérimentale de la densification et calibration des essais

Table des matières

1. Introduction 45
2. Etude de la poudre 316L atomisée 45
2.1. Observations générales 49
2.2. Faciès particuliers 50
3. Calcul des temps d'interruption des cycles CIC 53
3.1. Lois de comportement macroscopique de la poudre d'acier 316L 53
3.2. Modèle macroscopique 55
3.2.1. Présentation de l'outil numérique R2sol 56
3.2.2. Validation du modèle 56
3.2.2.1. Estimation de l'effet thermique du conteneur 57
3.2.2.1. Modélisation numérique sur R2Sol 60
3.3. Calcul des temps d'interruption 62
3.4. Synthèse 68
4. Evolution des propriétés macroscopiques de la pièce 69
4.1. Evolution de la géométrie (V=f(t)) 70
4.2. Méthode d'usinage (EDM) 71
4.3. Méthodologie, prélèvement et préparations des échantillons 72
4.4. Méthode utilisée pour la mesure de densité 74
4.5. Discussion des résultats de la densité relative obtenus 76
5. Evolution de la microstructure de l'acier inoxydable 316L en cours de densification 78
5.1. Observations en M.O 78
5.2. Observation et microanalyse avec le M.E.B 83
5.3. Observation métallurgique des particules 90
5.4. Etude à la microsonde (Homogénéisation des particules au cours du cycle) 92
5.5. Analyse EBSD, grains et particules 93
6. Propriétés mécaniques 98
6.1. Essai de micro-dureté 98
6.2. Essai de traction 100
7. Synthèse 102

1. Introduction

Le travail expérimental réalisé avait deux objectifs principaux. Tout d'abord, il s'agissait d'étudier expérimentalement la densification d'une poudre 316L (propriétés microscopiques, macroscopiques et mécaniques) pendant le procédé CIC. L'idée globale étant d'observer l'évolution de la matière grâce à des essais interrompus. De plus, il s'agissait également de comparer nos prédictions numériques (microscopiques ou macroscopiques) aux données expérimentales obtenues.

Dans ce chapitre, l'accent est porté sur la méthodologie suivie pour réaliser l'étude expérimentale et sur les résultats obtenus. Dans un premier temps, nous commencerons par présenter les caractéristiques de la poudre utilisée. Dans un second temps, nous présenterons les essais interrompus ainsi qu'un calcul macroscopique effectué afin de justifier le choix des instants d'interruption. Ensuite, l'évolution des propriétés macroscopiques et microscopiques sera analysée. Enfin, nous présenterons les propriétés mécaniques des pièces soumises à un cycle CIC et nous les comparerons avec les spécifications nucléaires.

2. Etude de la poudre 316L atomisée

L'étude de la poudre 316L atomisée représente une étape importante pour la calibration du travail numérique principalement vis-à-vis de la détermination de la granulométrie nécessaire aux calculs micros sur VER.

La poudre d'acier étudiée dans le cadre de ce travail est une poudre d'acier inoxydable 316L (L signifie bas carbone). Elle a été produite par Erasteel par atomisation du liquide sous gaz neutre (section 2.2 du chapitre 1). L'acier 316L appartient à la famille des aciers inoxydables austénitiques (aciers contenant 18% de chrome et 8% de nickel et identifiés dans la norme ASTM par le code 3XX). Il se caractérise par des propriétés intéressantes, une résistance mécanique « moyenne » mais un allongement à la rupture et une ténacité élevée, une grande facilité de mise en forme et surtout une excellente résistance à la corrosion et à l'oxydation jusqu'à des températures de l'ordre de 500°C. De plus, grâce au molybdène (teneur plus élevée que le 304L), cet acier est particulièrement résistant aux attaques des solutions contenant des ions chlorure. Ceci explique évidemment son usage intensif dans l'ingénierie nucléaire, le génie civil, l'industrie agroalimentaire et les matériaux de prothèse etc.

La composition chimique de l'acier 316L, constitutif de la poudre étudiée, figure dans le tableau suivant :

élément	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Co	Ti	Cu	Al	N
316L (%masse)	0.022	0.97	1.88	0.016	0.002	18.9	11.8	2.72	0.114	0.001	0.18	0.009	0.1

Tableau 2 - 1. Composition chimique de l'acier 316L produit par Erasteel.

Pour le cas de compaction de particules d'acier inoxydable, l'échelle expérimentale d'observation des inclusions (inter-particulaires), porosités, grains métallurgique et particules est tel que présenté dans la figure 2-1. La distribution granulométrique de la poudre est assez large. Le rayon des particules s'étale de 4 à 350 microns suivant la répartition indiquée dans le tableau 2-2 (obtenu par tamisage) et réalisé par Erasteel. Cette première distribution restant très grossière. Afin de générer des VERs représentants précisément la granulométrie de la poudre considéré, une granulométrie laser a été effectuée (Fig. 2-2). Elle a été mesurée par une granulométrie laser en voie liquide avec comme appareil de mesure un granulomètre laser Malvern – Mastersizer 2000 équipé d'une grande cellule (800 ml). La configuration de l'appareillage permet d'avoir une circulation continue devant les détecteurs. Le dispersant utilisé est de l'eau distillé et la vitesse de circulation est de l'ordre de 2500 tours par minute. Cette analyse a révélé une hétérogénéité dans l'échantillonnage dû à la présence d'une petite population de particules plus grosses.

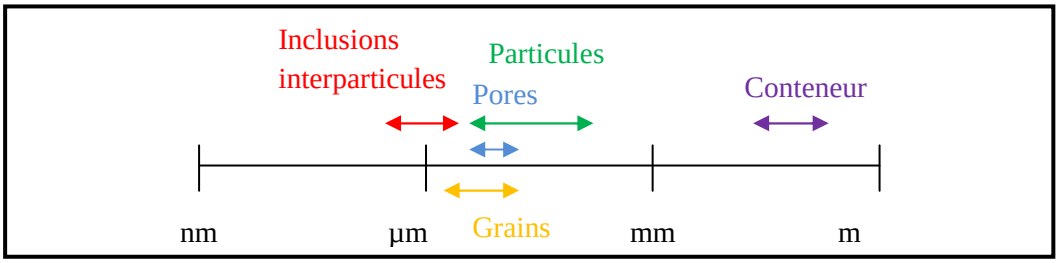
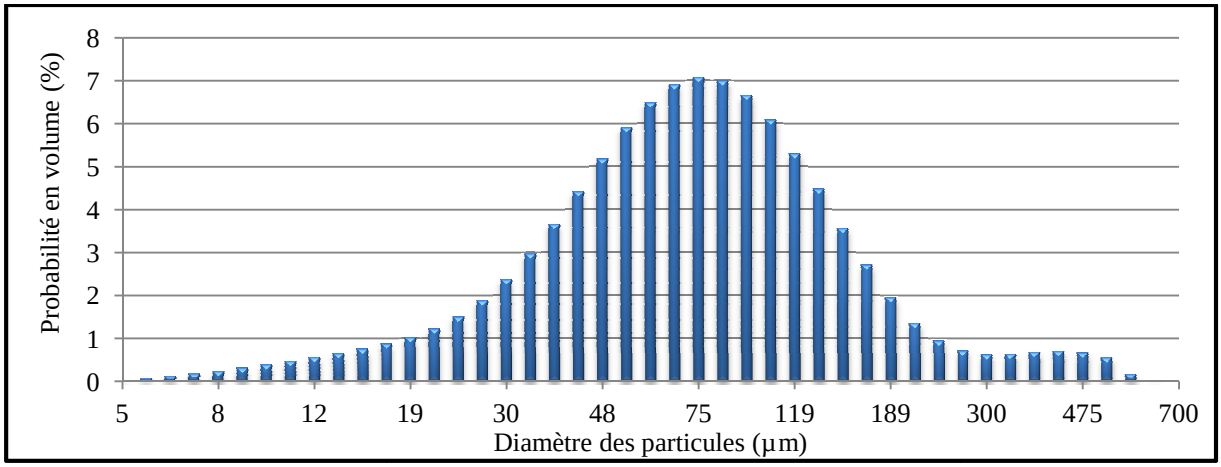


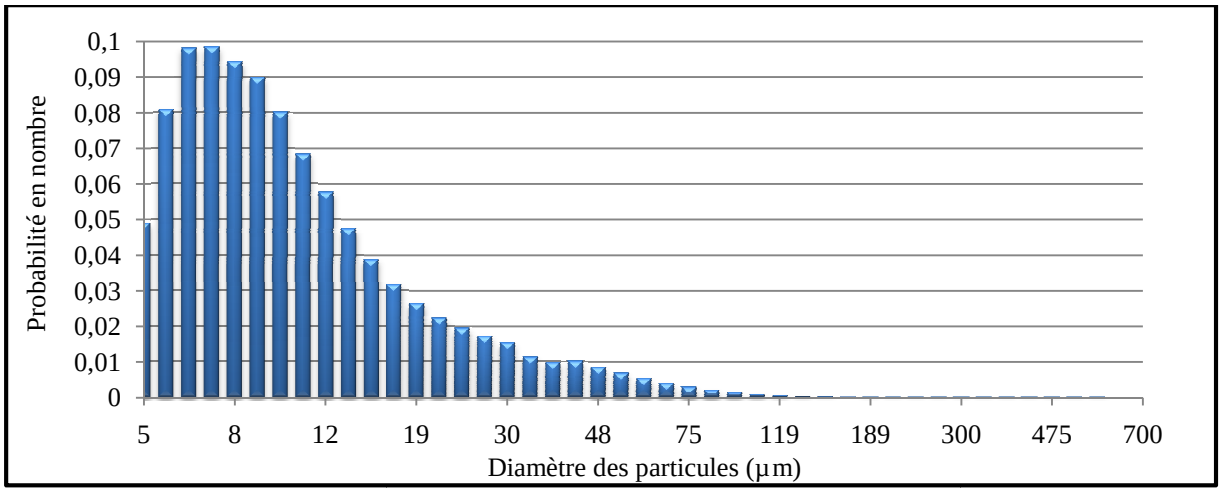
Figure 2 - 1. Echelles expérimentales des observations.

Rayon (µm)	Masse (g)	Pourcentage (%)
355	0	0
250	3	2.2
180	7	4.9
125	16	10.7
63	48	32.2
45	24	16.2
Inférieure à 45	51	33.8
Quantité testée	150	100

Tableau 2 - 2. Distribution granulométrique de la poudre 316L (cumuls en masse : données Erasteel).



(a)



(b)

Figure 2 - 2. Distribution granulométrique de la poudre 316L (a) probabilité en volume [Caractérisation laser de la poudre 316L fournie par AREVA, décembre 2010] (b) probabilité en nombre.

Afin d'étudier les caractéristiques de la poudre, des observations ont été effectuées sur deux prélèvements :

- un enrobage métallographique de poudre prélevé avec une spatule sur une hauteur du lit de poudre, mélangé avec une résine et durci en étuve à 50°C, pour des observations en section polie au Microscope optique (M.O) et au Microscope Electronique à Balayage (M.E.B);
- de la poudre libre collée sur un ruban adhésif double face conduisant l'électricité pour des observations au M.E.B.

Des observations ont été effectuées sans attaque pour révéler la morphologie générale et d'autres avec une attaque pour révéler la microstructure interne des particules. Les observations en microscopie optique (M.O) ont été effectuées sur un appareil Zeiss Axiovert 405 M et les observations en microscopie électronique à balayage (M.E.B) l'ont été sur un

microscope à filament de tungstène (Zeiss LEO 1450 VP) avec une tension d'accélération de 15 kV et en mode électrons secondaires. Pour rendre les échantillons conducteurs, ils ont été métallisés par dépôt PVD (pulvérisation cathodique) d'or-palladium (dépôt nanométrique) et leur surface latérale a été revêtue de laque d'argent.

Après une description générale de la morphologie de la poudre, nous passerons en revue des faciès particuliers en commençant par le plus rare. Nous essaierons de proposer un mécanisme physique probable de formation de chaque faciès, puis nous risquerons chaque fois que possible une prédiction sur la déformation de ces types de particule. Les illustrations qui suivent sont une sélection parmi de nombreuses observations M.E.B et M.O. Par la suite, nous étudierons l'évolution du matériau, de la poudre au massif, en cherchant à distinguer la répercussion des caractères particuliers de la poudre sur la densification et au final sur quelques propriétés d'emploi.

2.1. Observations générales

La poudre est en très grande majorité constituée de particules à peu près sphériques dont le diamètre est généralement inférieur à 300 µm et supérieure à 2 µm (Fig. 2-3) (bon accord avec la distribution granulométrique du tableau 2-2 et de la figure 2-2). Le nombre de particules de taille inférieure à 40 µm observé est bien supérieur à celui des autres particules. Cependant en distribution en volume ou masse, la contribution des petites particules est minoritaire (Fig. 2-2 et Tab. 2-2).

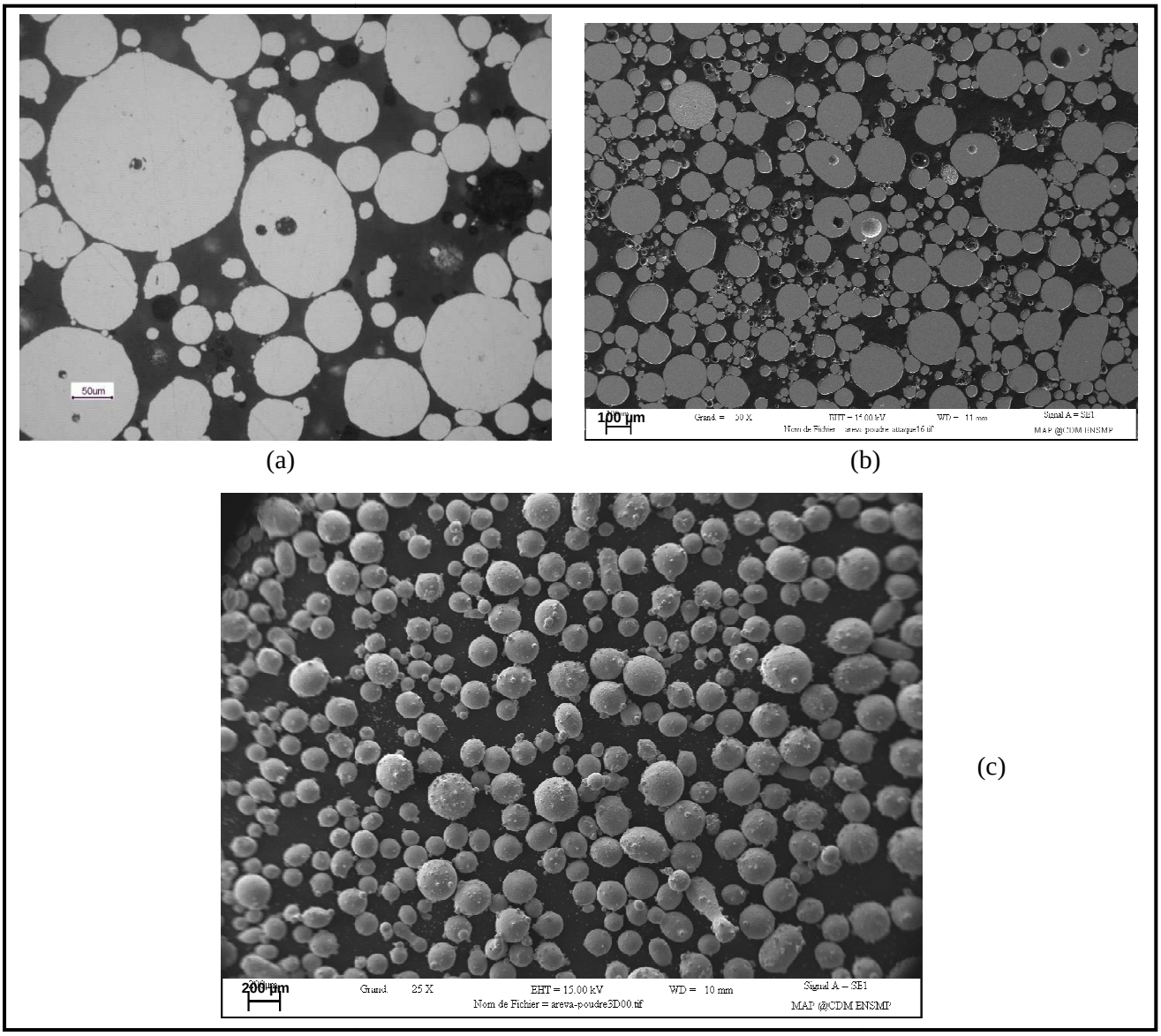


Figure 2 - 3. Morphologie générale des particules (faible grandissement) : (a) observation en M.O d'une section polie ; (b) observation au M.E.B (électrons secondaires) d'une section polie ; (c) vue « de dessus » des particules collées sur un ruban adhésif (M.E.B).

2.2. Faciès particuliers

Certaines particularités morphologiques ont été observées. Nous présentons dans ce paragraphe quelques exemples:

- Un **« copeau »** observé et présenté en « vue de dessus » sur la figure 2-4.a: C'est une particule aplatie, résultant probablement d'un choc avec une paroi de la tour d'atomisation. La plus grande de ses dimensions est d'environ 300 µm.

- **Des particules bipolaires** (Fig. 2-4.b): l'origine peut être liée à l'effet de rotation d'une masse de métal liquide atomisée tournant sur elle-même. Les forces centrifuges rentrent alors en compétition avec la tension superficielle et elles n'arrivent pas à entraîner la séparation en deux particules indépendantes. La fréquence de cette observation est faible (de l'ordre de 0,1%). La différence attendue du comportement lors de la densification de ces particules par rapport aux particules séparées est faible.

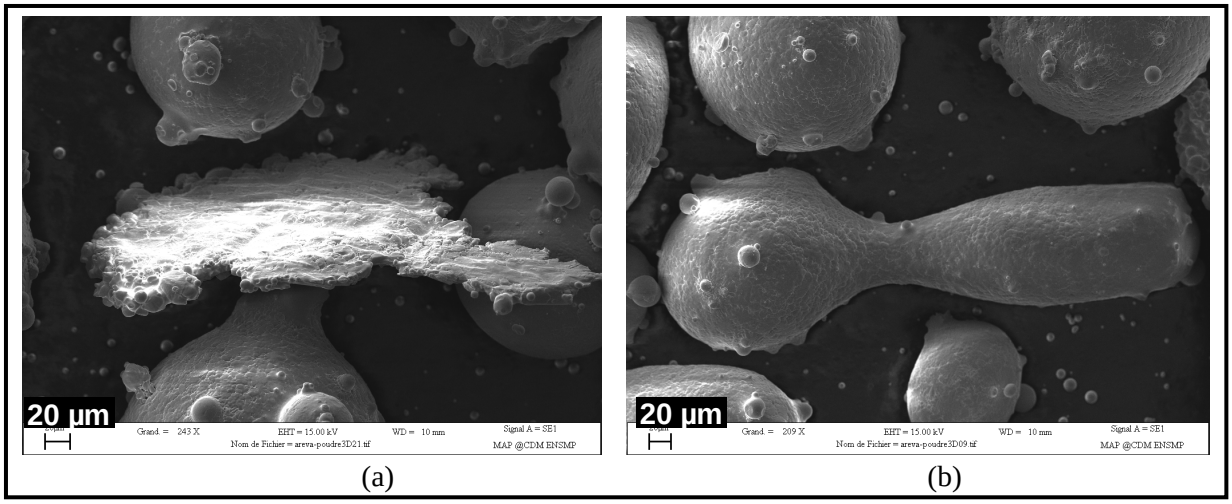


Figure 2 - 4. (a) Un « copeau » parmi les particules « sphériques » ; (b) une particule bipolaire parmi des particules « sphériques ».

- **Effets de collisions entre particules** : C'est un phénomène courant dans l'atomisation au gaz où les trajectoires des particules sont loin d'être rectilignes. Les effets varient suivant les tailles respectives et l'état d'avancement de la solidification des protagonistes de la collision (Fig. 2-5). La solidification des particules dans la tour d'atomisation est le résultat de l'extraction de chaleur par radiation et convection dans le gaz inerte et par conduction uniquement dans le cas d'une collision (paroi de la tour ou autre particule). La solidification progresse de l'extérieur à l'intérieur de la particule et la vitesse de refroidissement est estimée à 10^4 °C/s. Pour deux particules solides, seule la déformation plastique est observée au niveau de la trace d'une collision. Pour une particule solide et l'autre en cours de solidification, la particule à l'état pâteux est plus violemment déformée et le liquide résiduel refroidit rapidement par conduction sur la surface froide de la particule solide. La collision entre une particule liquide et une solide donne lieu à un recouvrement total ou partiel de la particule solide. Celle-ci présente alors une calotte hyper-trempée ou « splat » (Fig. 2-6). Un splat représente moins de 20% du volume d'une

particule en général mais sa position en périphérie et son aptitude à la déformation à chaud fait des particules « splattées » une précieuse aide à la densification.

- **Cavités internes des particules :** Cet événement est observé surtout pour les sections d'une fraction d'environ 10% des plus grosses particules. La plupart du temps, une seule cavité est observée par particule « creuse » et sa position est plus ou moins centrale (Fig. 2-7.a). Cependant, il existe également des cas extrêmes pour lesquels jusqu'à quatre cavités peuvent être observées (Fig. 2-7.b). La paroi des cavités présente des dendrites ou des cellules (avec une échelle de 2 à 3 µm) sensiblement plus grossières que sur la surface externe des particules. La formation des cavités est due principalement à la retassure centrale d'un mini lingot sphérique se refroidissant de l'extérieur.

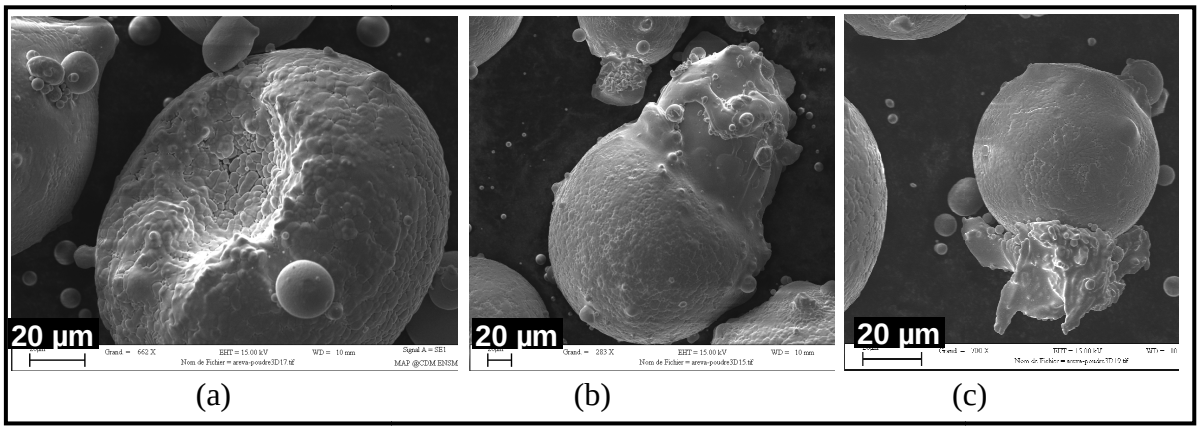


Figure 2 - 5 : (a) Résultat d'une collision inélastique entre deux particules solides, déformation plastique ; (b) montre l'effet de la collision entre une grosse particule partiellement solidifiée et une particule solide: jaillissement du liquide qui recouvre la plus petite et se solidifie très rapidement sans aucun motif de solidification alors que la particule heurtée présente une morphologie de solidification cellulaire, de taille caractéristique 2 µm environ ; (c) illustre le cas d'une collision d'une particule en cours de solidification: réseau dendritique disloqué et phase liquide solidifiée rapidement.

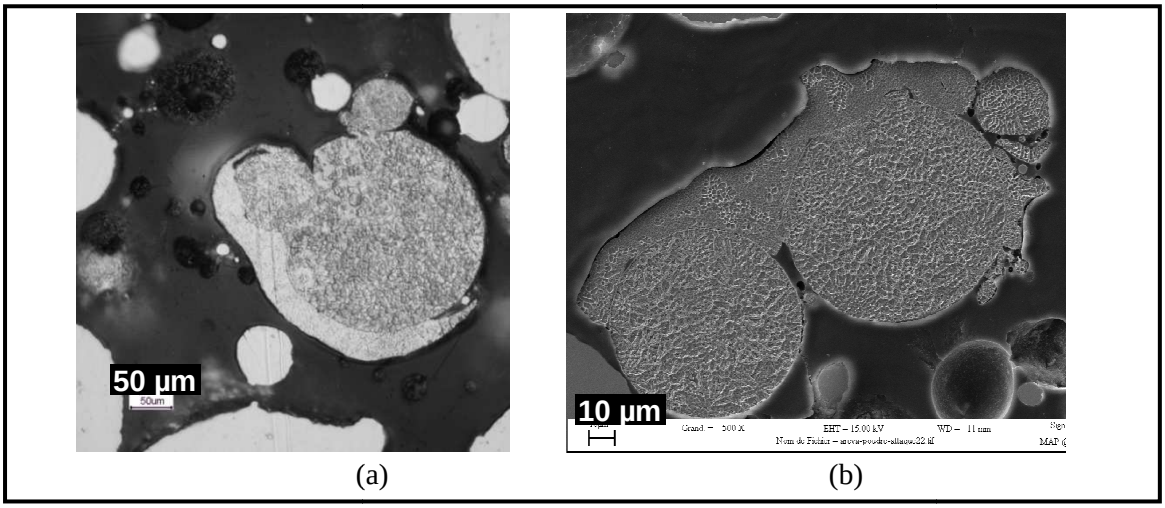


Figure 2 - 6 : (a) Observations de « splat » sur sections polies après une attaque au réactif de Marble (M.O) ; (b) détail d'un splat recouvrant deux particules à la fois. La microstructure du splat est bimodale : une structure de solidification avant la collision (plus ou moins dendritique) et une structure de solidification cellulaire deux fois plus fine que la précédente sont identifiables.

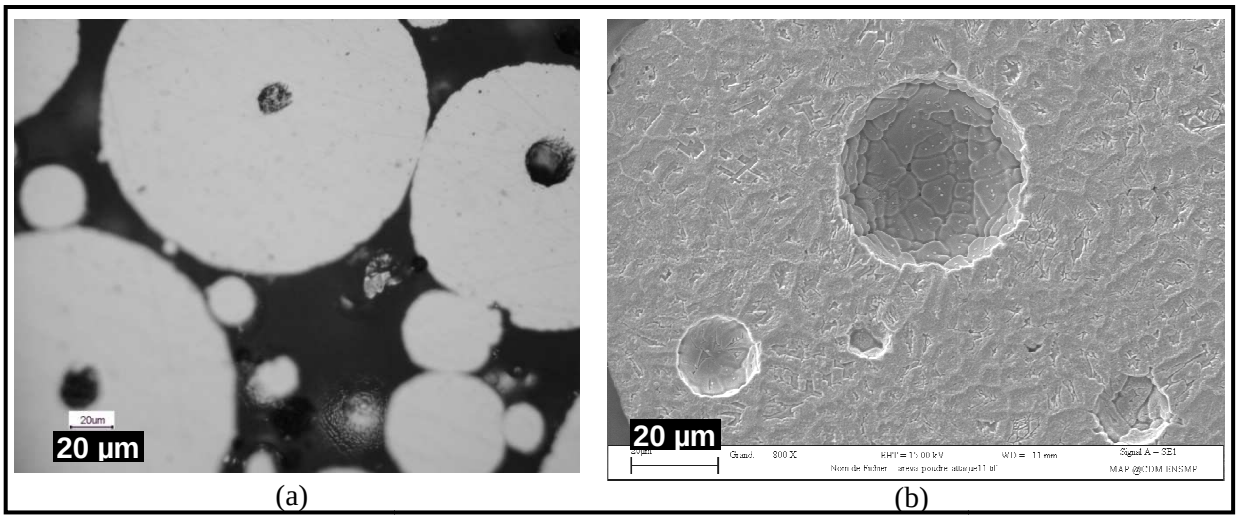


Figure 2 - 7. Observation de cavités internes sur des sections de grosses particules (a) en M.O (b) au M.E.B avec électrons secondaires.

- **Particules satellites** (Fig. 2-8) : Toutes les particules présentent des protubérances également appelées satellites. En section polie (Fig. 2-6 et Fig. 2-7), l'événement est visuellement rare du fait de la faible taille relative des satellites. La figure 2-8 montre un de ces satellites en section polie. Leur microstructure est plus fine que celle de la particule porteuse. La différence entre satellite et splat est que la liaison entre satellite et porteuse est plus forte qu'entre porteuse et splat mais la microstructure est assez semblable (refroidissement accéléré par rapport au reste de la particule). L'origine pourrait être de nature « volcanique » : sous l'effet d'ondes de vibrations ou d'un choc léger, le liquide de la particule en cours de solidification percerait la croûte et se refroidirait rapidement et d'autant plus rapidement que l'épanchement de liquide est de faible volume, ce mécanisme expliquerait que les petits satellites ne montrent pas de structure de solidification sur leur surface externe, à l'inverse des plus gros.

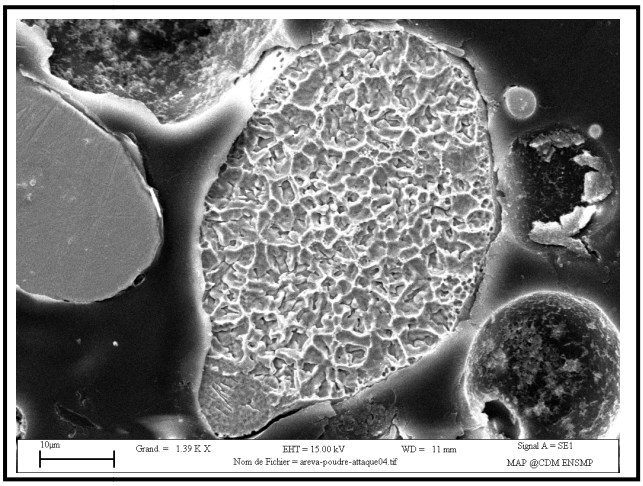


Figure 2 - 8. Observation en section polie et attaquée d'une particule porteuse d'un satellite (image M.E.B en électrons secondaires, section polie attaquée).

3. Calcul des temps d'interruption des cycles CIC

Afin de suivre l'évolution des pièces compactées le long du cycle CIC et afin de comparer les résultats du travail numérique à l'échelle mésoscopique avec ceux du travail expérimental à différentes étapes de la densification ; nous avons étudié, dans le cadre de ce projet, une pièce soumise à un cycle CIC complet et quatre pièces soumises à des essais interrompus. Les instants d'interruption de ces derniers représentent un paramètre très important vu que la densité relative doit être bien connue à l'avance. L'objectif est d'obtenir des échantillons avec des densités suffisantes pour assurer l'intégrité du compact tout en pilotant les intervalles de densification entre les différents essais. Ainsi afin de répondre à cette problématique, ces instants d'interruption ont été calibrés grâce à des simulations réalisées à l'échelle macroscopique.

R2sol, le logiciel retenu pour cette étude à l'échelle macro, est un logiciel développé au Centre de Mise en Forme des Matériaux (CEMEF) et basé sur le modèle d'Abouaf [Liu, 05]. La section 3.2.1 de ce chapitre est dédiée à une présentation de cet outil. Plusieurs cas tests ont été réalisés pour prédire l'effet de la température et de la pression ainsi que celui des différents paramètres rhéologiques sur la vitesse de densification. Cette partie du manuscrit est composée de deux sous-parties: la première est consacrée à la discussion de la loi de comportement macroscopique retenue pour la poudre 316L et la deuxième aux cas numériques simulés et aux résultats obtenus concernant les temps d'interruption à calibrer.

3.1. Lois de comportement macroscopique de la poudre d'acier 316L

Dans cette approche, la poudre est considérée comme un milieu continu compressible dont il nous faut définir la loi de comportement. Le matériau objet de cette étude est un acier inox 316L (voir section 2 de ce chapitre). Pour une modélisation prédictive du procédé CIC, il est important de connaître le comportement des particules de poudre sur le plus grand intervalle de température possible.

Afin de modéliser le comportement des particules de poudre pendant un procédé CIC, il est très souvent légitime de considérer un modèle de comportement viscoplastique [Wilkinson et Ashby, 75 ; Arzt, 83 ; Helle et al., 85]. La modélisation du mécanisme de déformation viscoplastique des particules à haute température est basée souvent sur une loi de type puissance exprimée par l'équation suivante :

$$\dot{\varepsilon} = A(T)\sigma^{n(T)} \quad , \qquad (2\text{-}1)$$

où A et n sont des paramètres du matériau dépendants de la température et $\dot{\varepsilon}$ et σ représentent respectivement le tenseur des vitesses de déformation et le tenseur des contraintes.

Les lois constitutives des poudres métalliques doivent permettre la description du comportement thermomécanique du matériau de l'état pulvérulent jusqu'au matériau dense en passant, pour une large gamme de température, par un état poreux. Comme nous l'avons vu

dans le chapitre 1, le mécanisme de déformation viscoplastique à chaud représente le mécanisme prépondérant pendant la majorité du temps d'un cycle CIC. Ainsi, afin de caractériser le comportement des poudres métalliques, nous avons considéré qu'elles respectent un formalisme viscoplastique compressible et plus particulièrement le modèle d'Abouaf [Abouaf, 85 ; Abouaf et Chenot, 86] dont l'équation de la contrainte équivalente est la suivante :

$$\sigma_{eq}^2 = f(D)S_1^2 + \frac{3}{2}c(D)S_2^2 , \qquad (2\text{-}2)$$

où $S_1=trace(\sigma)$ et $S_2^2= S:S$ représentent, respectivement, le premier et le second invariant du tenseur des contraintes de Cauchy. Les fonctions *f(D)* et *c(D)* sont des fonctions rhéologiques dépendantes du matériau, décroissantes en fonction de la densité relative D et devant être déterminées expérimentalement. Ainsi, l'identification de la loi de comportement à haute température d'une poudre donnée, nécessite la connaissance des coefficients A et n de la loi de fluage de Norton et des fonctions rhéologiques de la densité relative *f(D)* et *c(D)*.

La bibliographie relative aux propriétés mécaniques, sur une large gamme de température, des aciers inoxydables 316L est finalement assez restreinte. Les données existantes pour cet acier concernant les fonctions *f*, *c*, *A* et *n* dont nous disposons sont présentées ci-dessous (Eq. 2-3, Tab. 2-3 et Fig. 2-9) [Bouaziz, 97]:

$$f(D) = 0.16\left(\frac{1-D}{D-D_0}\right)^{1.1} , \; c(D) = 1 + 5.23\left(\frac{1-D}{D-D_0}\right)^{0.914} , \qquad (2\text{-}3)$$

où D_0 la densité initiale de remplissage du conteneur.

T [°C]	***n***	***A***
800	5.05	3.7810^{-15}
900	3.38	2.6910^{-10}
980	2.84	1.2810^{-8}
1050	2.41	1.0510^{-7}
1125	2.02	4.9810^{-7}

Tableau 2 - 3. Valeur des paramètres de la loi de Norton de l'acier 316L [Bouaziz, 97].

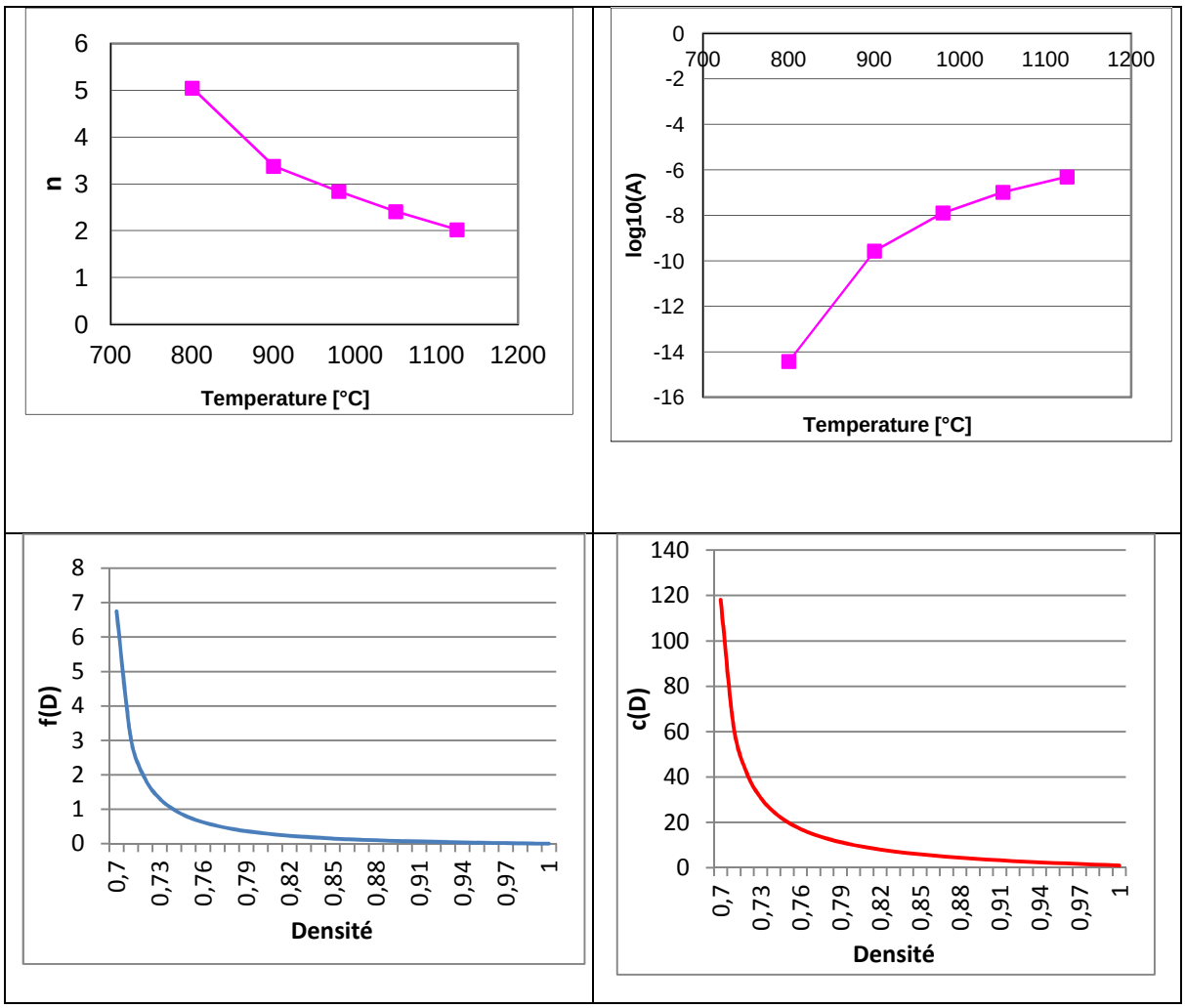


Figure 2 - 9. Présentation des paramètres de la loi de Norton et des fonctions rhéologiques f et c pour un acier inoxydable 316L et pour D_0=0,69 [Bouaziz, 97].

A noter qu'afin de décrire le comportement de cet acier dans l'intervalle de température inférieur à 800°C, l'hypothèse adoptée a été d'effectuer une extrapolation linéaire à 20°C des paramètres *n* et $log_{10}(A)$ des données de 800°C et 900°C uniquement (Fig. 2-10). Nous discuterons de l'effet de cette extrapolation sur les résultats dans la prochaine sous-section de ce chapitre.

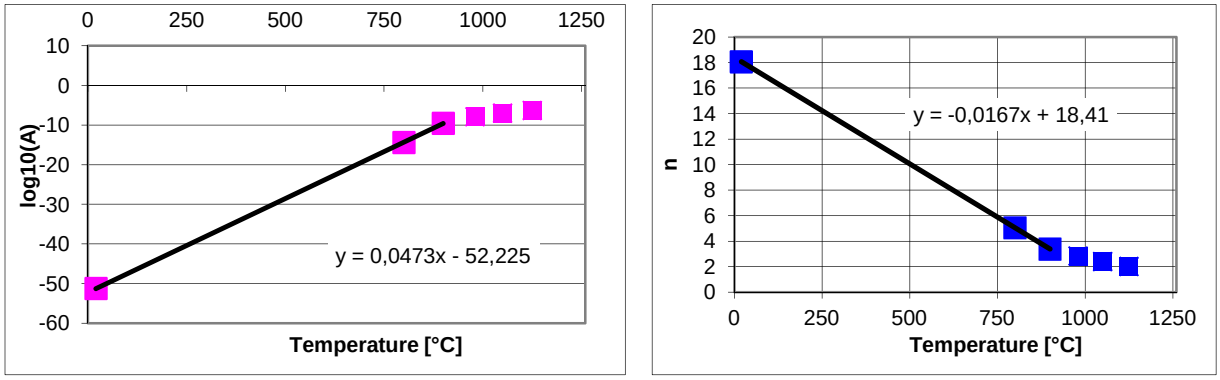


Figure 2 - 10. Extrapolation des paramètres de la loi de comportement à basse température.

3.2. Modèle macroscopique

3.2.1. Présentation de l'outil numérique R2sol

R2Sol est un logiciel d'éléments finis bidimensionnels, permettant d'effectuer des simulations de solidification et de refroidissement d'alliage métallique durant un procédé industriel [Liu, 05]. Les modèles à disposition sont des modèles thermiques, thermomécaniques (mécanique des fluides et des solides), de solidifications et métallurgiques. Les simulations peuvent être mono-domaine (pièce seule) ou multi-domaine (pièce + éléments moulants). Les géométries traitées sont bidimensionnelles (planes ou axisymétriques). Le logiciel comprend un préprocesseur permettant la définition géométrique des éléments constituant la simulation, un solveur de calcul et un post-processeur de visualisation des résultats.

3.2.2. Validation du modèle

Une première validation de l'ensemble des hypothèses retenues (loi de comportement, extrapolation, densité relative initiale, cycle du procédé, etc.) ainsi que la performance de l'outil numérique consiste en la simulation d'un cycle CIC sur une pièce dont nous connaissons des points de la courbe de densification expérimentale grâce aux travaux d'O. Bouaziz sur des cycles interrompus [Bouaziz, 97].

Le cycle CIC utilisé pour la mise en forme d'une pièce cylindrique en acier 316L remplie de poudre de hauteur 90 mm et de diamètre 30 mm (Fig. 2-12) est un cycle de température maximale égale à 1125°C et de pression maximale égale à 120 MPa avec un temps de montée synchrone à 260 minutes (Fig. 2-11) .

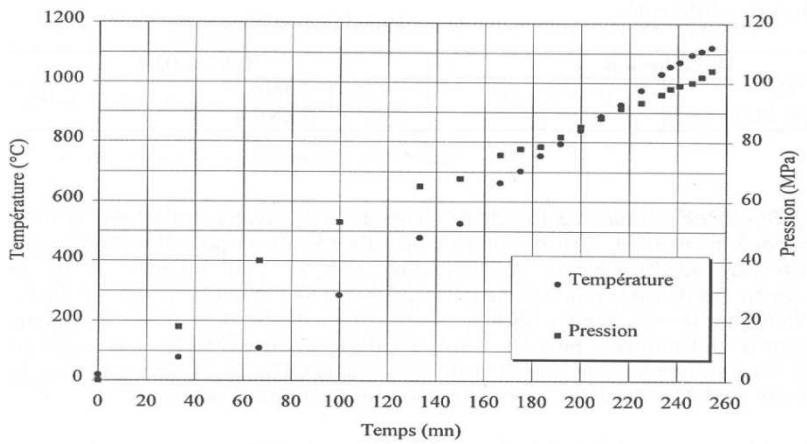


Figure 2 - 11. Evolution des paramètres de compaction [Bouaziz, 97].

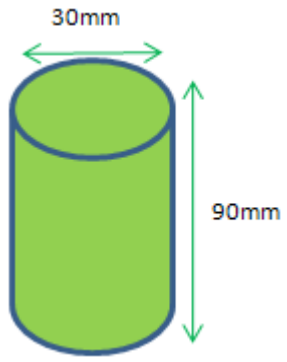


Figure 2 - 12. Géométrie initiale des échantillons traités par O.Bouaziz.

Les résultats expérimentaux ont été obtenus par interruption de quatre essais de compaction aux instants 160, 208, 215 et 230 minutes. Les densités relatives mesurées étant égales, respectivement, à 0.811, 0.901, 0.947, 0.975. Ces résultats ont été comparés avec des

travaux d'Ales Svoboda [Svoboda et al., 97] sur le même matériau mais avec un cylindre plus petit (hauteur et diamètre égaux à 20 mm). A. Svoboda a utilisé une unité de compaction équipée d'un dilatomètre permettant de suivre en continu la déformation axiale de l'échantillon lors d'un cycle CIC. Les résultats de ces deux travaux (travaux d'O.Bouaziz et A.Svoboda) sont présentés dans la figure 2-13 [Svoboda et al., 97] et se sont révélés concordants avec un léger décalage à partir de 180 minutes. A partir de ces résultats, nous avons tout d'abord cherché à valider l'approche utilisée dans R2Sol pour ensuite utiliser la même démarche pour calculer les instants d'interruption de nos essais.

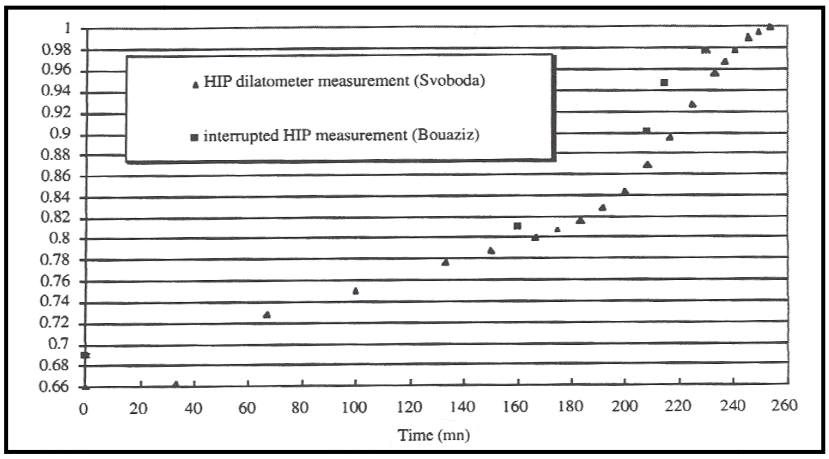


Figure 2 - 13. Courbe de densification expérimentale de l'essai de compaction avec dilatomètre de Svoboda [Svoboda et al., 97], essais interrompus effectués par O.Bouaziz [Bouaziz, 97].

3.2.2.1. Estimation de l'effet thermique du conteneur

Sur le logiciel R2sol, nous pouvons modéliser le conteneur mais pas sa déformation. Par conséquent dans ce paragraphe et afin de cerner un éventuel effet de cette limitation sur les résultats macros, nous avons évalué l'effet thermique du conteneur sur l'évolution de la poudre. Nous avons alors imaginé un four contenant une pièce à compacter (Fig. 2-14). A l'extrémité du four, la température et la pression du cycle CIC, fonction du temps, sont appliquées (domaine 1). Le domaine bleu de la figure 2-14 (domaine 2) représente l'intérieur de l'enceinte remplie par le fluide (gaz argon) transmettant la pression. Afin de tenir compte de la facilité avec laquelle l'énergie thermique passe au travers ce fluide, nous l'avons supposé caractérisé par un très grand coefficient de transfert thermique. Le milieu rouge (domaine 3) représente implicitement le conteneur d'épaisseur 2 mm en introduisant un coefficient de transfert thermique total calculé (Eq. 2-4). Le domaine 4 représente les particules de poudres à compacter (milieu continu caractérisé par une densité relative).

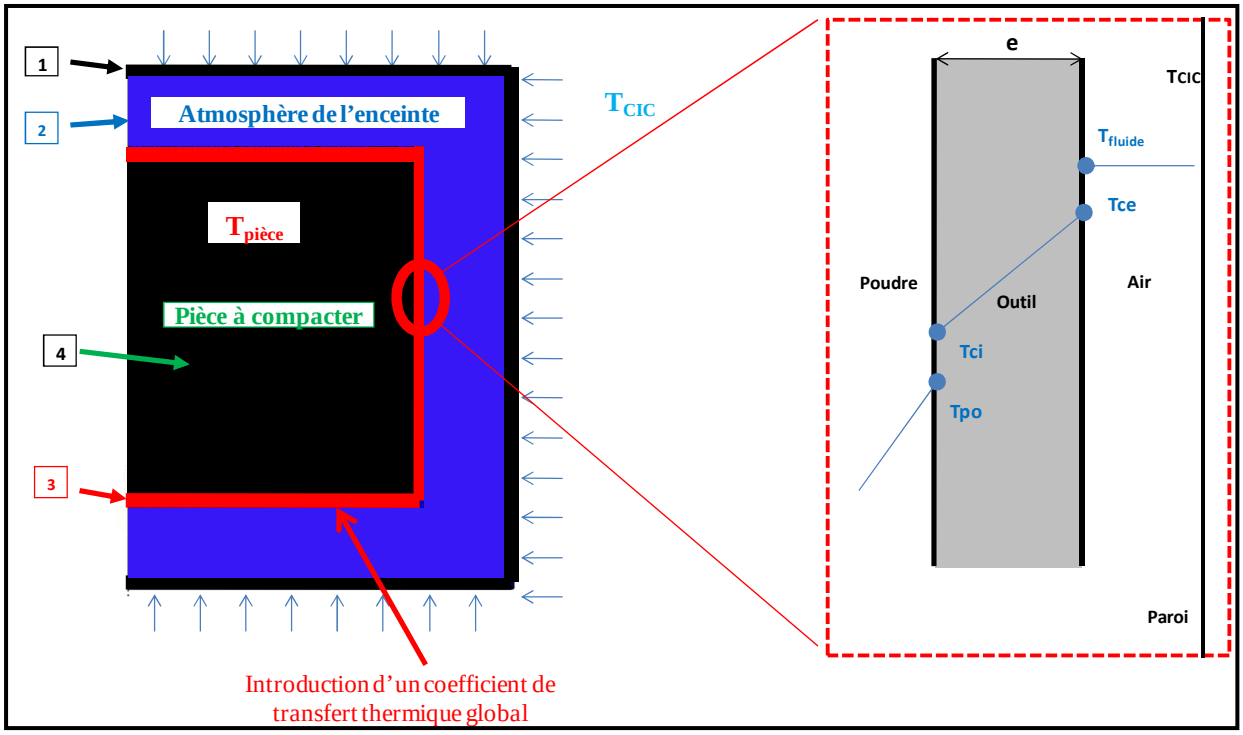


Figure 2 - 14. Etude de l'effet du conteneur sur les résultats.

Nous rappelons que l'objectif de ce paragraphe n'est pas la modélisation du procédé CIC à l'échelle macroscopique mais d'évaluer l'effet du conteneur sur la température et la densification de la pièce à compacter tout au long du procédé CIC.

Afin de calculer le coefficient de transfert thermique, à introduire dans le domaine 3, nous avons calculé le flux de chaleur en sommant toutes les résistances thermiques entre poudre et fluide, à savoir, en utilisant les notations de la figure 2-14 :

$$\phi = \frac{1}{\frac{1}{h_{p-c}} + \frac{e}{k_c} + \frac{1}{h_{c-f}}}(T_{po} - T_{fluide}) = h_{eq}(T_{po} - T_{fluide}), \qquad (2\text{-}4)$$

avec :

- h_{p-c} : coefficient de transfert thermique entre la poudre et le conteneur supposé égal à 1000 W/(m^{2}K),
- k_c : conductivité thermique du conteneur supposée égale à 16 W/(mK),
- h_{c-f} : coefficient de transfert thermique entre le conteneur et le fluide,
- e : épaisseur du conteneur, égale à 2 mm.

Pour le calcul du coefficient de transfert thermique $h_{c\text{-}f} = h_{conv} + h_{ray}$, nous avons utilisé les équations suivantes [Agassant et al., 96]:

Pour la convection :

$$h_{conv} = \frac{Nu \cdot k_a}{L} \text{ avec } Nu = C \cdot \mathrm{Re} \cdot \mathrm{Pr}^{\frac{1}{3}}, \ \mathrm{Re} = \frac{\rho \cdot v_f \cdot L}{\eta} \text{ et } \mathrm{Pr} = \frac{\eta \cdot c}{k_a} \cdot \qquad (2\text{-}5)$$

Pour le rayonnement, nous avons supposé que loin du conteneur T_{fluide}=T_{CIC} et ainsi:

$$h_{ray} = \sigma_b \varepsilon_e \frac{(T_{CIC}^4 - T_{cont}^4)}{(T_{CIC} - T_{cont})} . \qquad (2\text{-}6)$$

Les paramètres physiques utilisés dans le calcul sont :

- *Re* : nombre de Reynolds,
- *Pr* : nombre de Prandtl,
- *Nu* : nombre de Nusselt,
- σ_b : constante de Stefan Boltzmann,
- k_a : conductivité de l'argon = 7 10^{-2} W/(m.K),
- *L* : dimension caractéristique = 0.1 m,
- *C* : constante qui dépend du nombre de Reynolds = 0.1,
- ρ : masse volumique de l'argon = 0.5 kg/(m^3),
- η : viscosité de l'argon = 3.7 10^{-5} Pa.s,
- *c* : chaleur massique de l'argon = 1040 J/(kg.K),
- T_{fluide}= 293K et T_{CIC}= 1423K,
- ε_e : l'émissivité considérée est celle d'un acier inox et égale à 0.26,
- v_f : la vitesse du fluide est choisie élevée égale à 1 m/s.

Finalement, cette analyse nous permet d'obtenir que: $h_{conv} \approx$ 77 W/(m^2.K) et $h_{ray} \approx$ 53 W/(m^2.K) d'où $h_{c\text{-}f} \approx$ 130 W/(m^2.K). Le coefficient de transfert thermique total considéré alors après calcul est h_{eq}=114W/(m^2.K). Nous avons ainsi utilisé le logiciel R2Sol pour calculer la montée en température du domaine poudre sous l'effet de la seule condition aux limites équivalentes : $\phi = h_{eq}(T_{po} - T_{fluide})$ avec T_{CIC}=*f(t)* et h_{eq}=114W/(m^2.K). Le maximum de gradient thermique obtenu dans la pièce à compacter est égal à $\Delta T \approx 7°C$ (Fig. 2-15). Ces valeurs sont cohérentes avec les résultats de Bouaziz [Bouaziz, 97] où le gradient thermique maximal détecté est de l'ordre de 10°C. Ce résultat conforte l'idée initiale que l'effet thermique du conteneur sur la densification est négligeable.

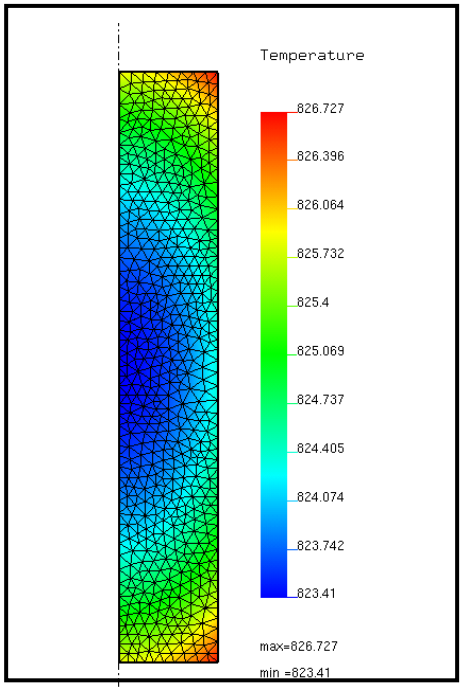


Figure 2 - 15. Température (°C) dans l'échantillon au cours de la montée en température et en pression, à t = 3 heures (le cycle complet est de 4 heures et 20 minutes).

3.2.2.2. Modélisation numérique sur R2Sol

Suite aux résultats de la section précédente, nous estimons dans les calculs qui vont suivre que l'effet thermique du conteneur est négligeable et nous appliquerons le cycle directement sur la frontière de la pièce à compacter, cette configuration nous permettant d'utiliser le logiciel R2Sol. Dans un premier temps, pour valider les simulations réalisées avec R2Sol, nous modélisons la compaction isostatique d'un cylindre rempli de poudre pour des données identiques aux essais réalisés par O.Bouaziz (matériau et géométrie) [Bouaziz, 97].

Vu la symétrie axiale du problème, nous avons effectué le calcul 2D en axisymétrique sur un rectangle de dimension 15 * 90 mm dont le maillage éléments finis utilisé comporte 613 nœuds et 1098 éléments (Fig. 2-16).

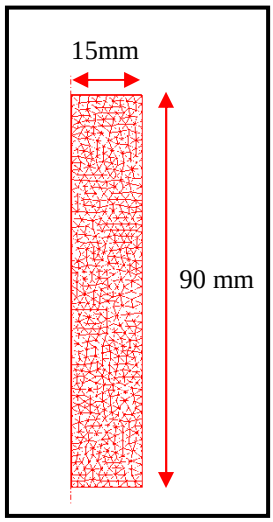


Figure 2 - 16. Maillage EF utilisé pour la mise en forme de la pièce en configuration 2D axisymétrique.

L'étape principale de la modélisation consiste à formuler la loi de comportement du matériau en l'adaptant à la formulation du logiciel utilisé. Dans R2sol, la loi de type puissance est donnée par l'équation tensorielle (2-7) :

$$S = 2K(\sqrt{3}\dot{\bar{\varepsilon}})^{m-1}\dot{\varepsilon} \ , \tag{2-7}$$

où *S*, *K* et *m* représentent, respectivement, le tenseur des contraintes déviatoriques, la consistance du matériau et la sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation. La relation que l'on peut en déduire entre les invariants scalaires de contrainte et de vitesse de déformation est la suivante :

$$\bar{\sigma} = K(\sqrt{3})^{m+1}\dot{\bar{\varepsilon}}^{m} \ . \tag{2-8}$$

Cette relation peut être écrite sous une forme semblable à l'équation (2.1) :

$$\dot{\bar{\varepsilon}} = K^{\frac{-1}{m}}(\sqrt{3})^{-\frac{m+1}{m}}\bar{\sigma}^{\frac{1}{m}} \ . \tag{2-9}$$

Ainsi, *K* et *m* peuvent s'exprimer à partir de *A* et *n* avec les relations suivantes :

$$\begin{cases} m = \dfrac{1}{n} \ , & (2\text{-}10) \\ K = A^{\frac{-1}{n}}\sqrt{3}^{-(1+\frac{1}{n})} \ . & (2\text{-}11) \end{cases}$$

Concernant les autres données de la loi de comportement macro, l'évolution des deux fonctions rhéologiques du modèle d'Abouaf *f(D)* et *c(D)*, utilisées pour ce calcul, a été déjà exposée dans ce chapitre (équation 2-3). De plus, nous avons introduit dans ce calcul une conductivité thermique k_{eff} dépendant de la densité relative *D* et une capacité calorifique C_p égale à celle du matériau dense [Argento et Bouvard, 95] :

$$k_{eff} = k_{Dense}\left(\frac{D-D_0}{1-D_0}\right)^{\frac{3}{2}(1-D_0)} \ , \ C_p = C_{p\,dense}. \tag{2-12}$$

Afin d'évaluer au mieux les résultats obtenus, nous les comparons avec les données expérimentales des essais interrompus d'O.Bouaziz [Bouaziz, 97] dans la figure 2-17. A noter que le cycle appliqué dans R2Sol est celui de la figure 2-17 qui correspond à une approximation linéaire du cycle décrit à la figure 2-11.

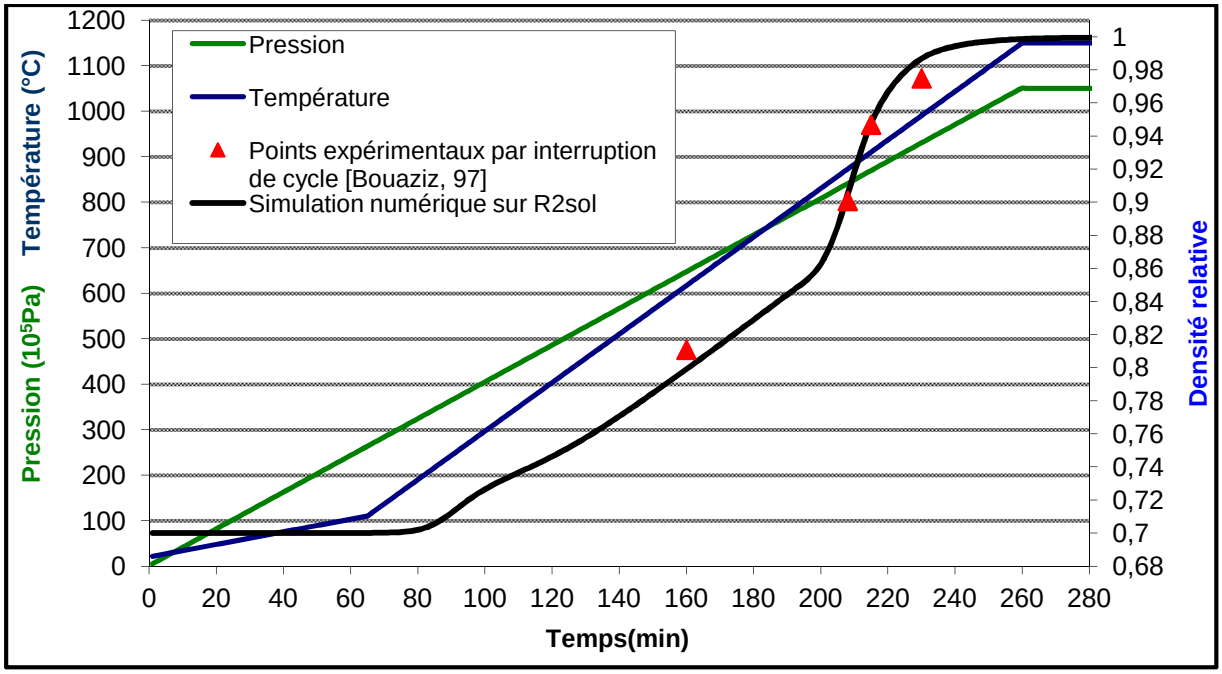


Figure 2 - 17. Evolution de la densité relative (au centre de la pièce) pour le travail effectué à l'échelle macro et pour les essais interrompus effectués par O.Bouaziz.

Dans l'intervalle de simulation où nous possédons des données expérimentales ($D \geq 0{,}8$), nous remarquons une très bonne corrélation avec les résultats numériques. Ainsi, ces simulations effectuées en 2D nous ont montré qu'il était possible d'obtenir des résultats représentatifs en réalisant des calculs à l'échelle macro sur R2Sol et que ce type de modélisation pouvait nous aider à fixer les instants d'interruption des essais interrompus. A noter que ceci n'est possible qu'avec une bonne définition de la loi de comportement du matériau utilisé.

3.3. Calcul des temps d'interruption

A travers les résultats obtenus précédemment en terme de validation de la méthodologie numérique appliquée, nous avons cherché à déterminer les temps d'interruption des essais interrompus. Ainsi, on se propose dans ce paragraphe de modéliser la compaction isostatique à chaud de la géométrie retenue pour ce travail : un cylindre de hauteur égale à 140 mm et de diamètre égal à 100 mm (Fig. 2-18).

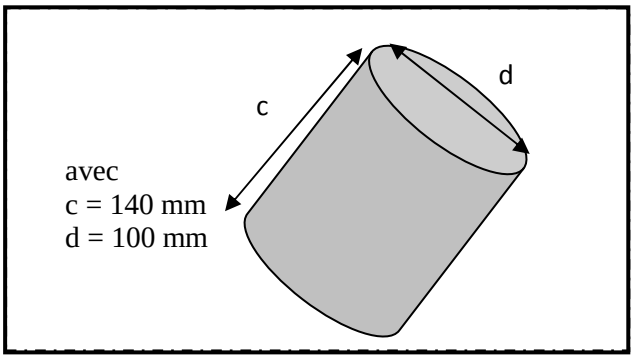


Figure 2 - 18. Géométrie de la pièce retenue (dimensions initiales).

Le comportement du matériau utilisé est celui de l'acier 316L présenté dans la section 3.1 de ce chapitre. Le cycle appliqué, à la frontière du cylindre, est celui de la figure 1-5. La densité relative initiale est égale à 0,7. Elle a été mesurée sur les lopins avant compaction. Le maillage utilisé comporte 1105 nœuds et 2068 éléments (Fig. 2-19).

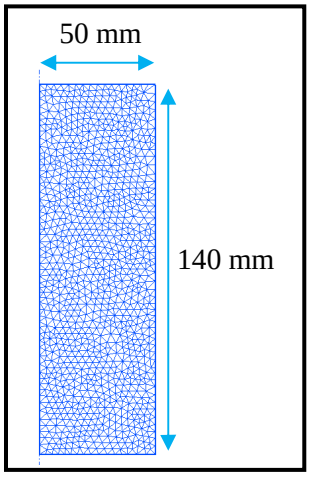


Figure 2 - 19. Maillage utilisé pour la mise en forme de la pièce en 2D axisymétrique.

La simulation a permis le suivi de l'évolution de la densification (Fig. 2-20) de l'état pulvérulent jusqu'à l'état dense. Comme dans le cas précédemment présenté dans la sous-partie 3.2.2, la modélisation montre que la densification de la pièce est quasiment achevée avant la fin de la montée en température et en pression du cycle. L'évolution de la densité décrite par la figure 2.20 est celle obtenue au centre du lopin.

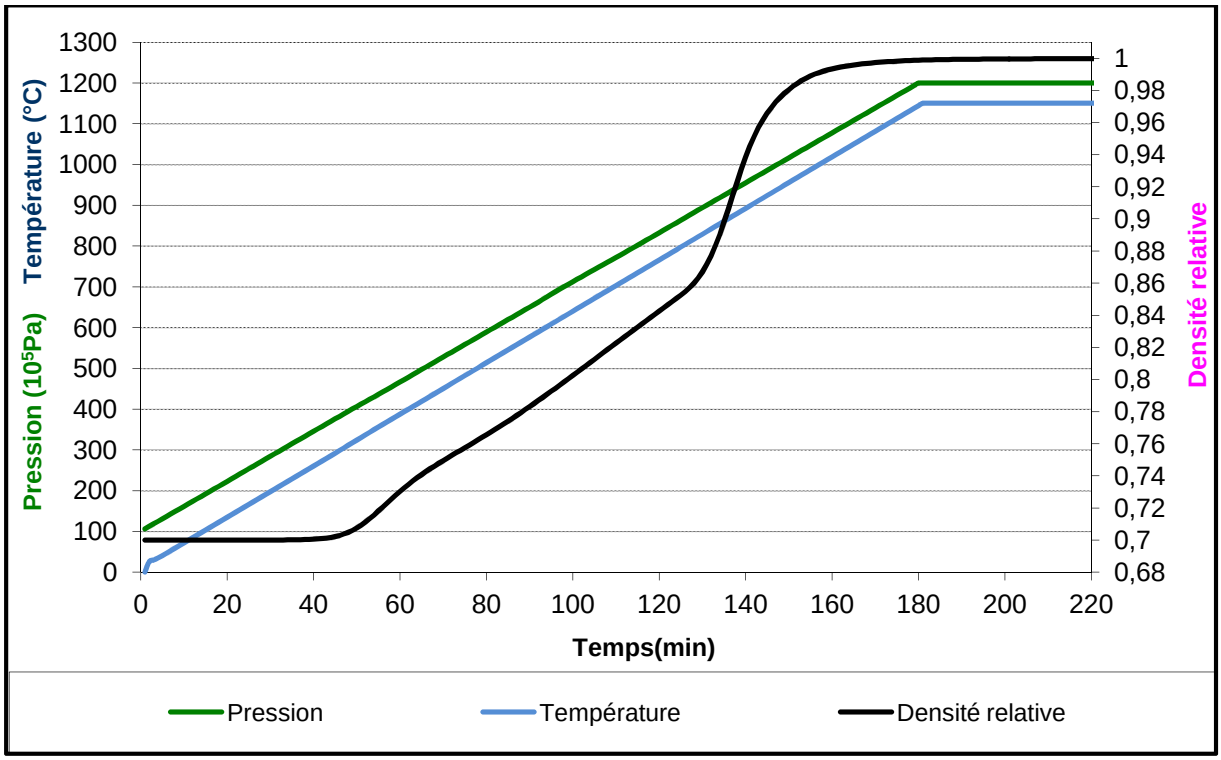


Figure 2 - 20. Courbe de densification numérique obtenue.

L'exploitation des résultats macros a permis de calculer le gradient thermique entre le cœur et l'extrémité de l'échantillon à différents instants du cycle (Fig. 2-21). Retenons que le gradient n'excède jamais huit degrés Celsius et que le gradient est nul au début du temps de maintien. En effet, les gradients thermiques restent faibles pendant tout le procédé et la zone la plus froide est localisée au centre de la pièce. Ce faible gradient a engendré une densification macroscopique quasi-uniforme sur tout le lopin. Dans la figure 2-22, nous présentons la porosité à deux instants différents du cycle CIC : *t*= 70 min et *t*= 140 min. Nous remarquons, qu'aux deux instants, la différence entre la valeur minimale et la valeur maximale de densité est très faible.

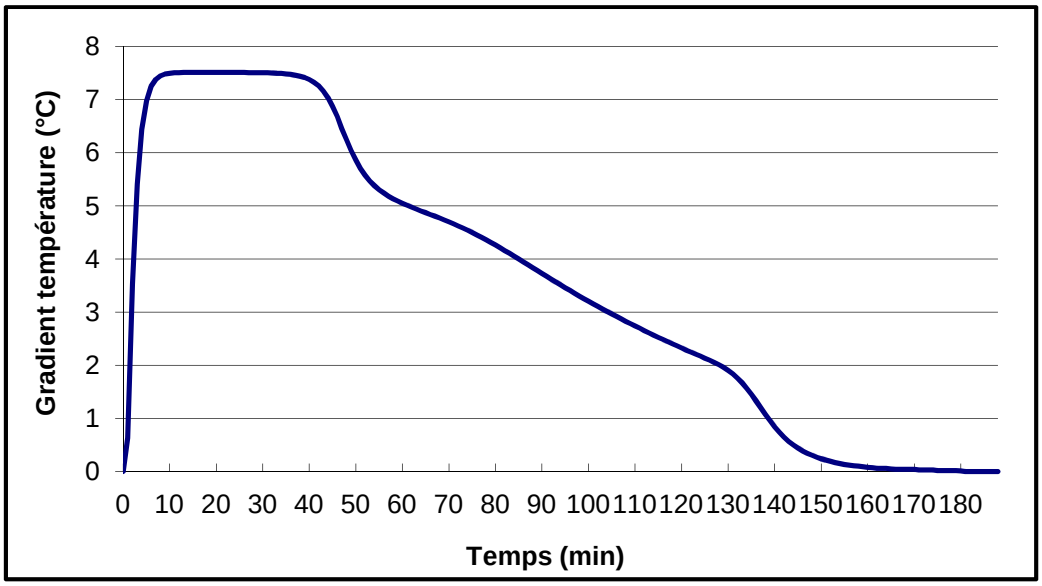


Figure 2 - 21. Evolution du gradient thermique dans l'échantillon au cours de la montée en température et pression.

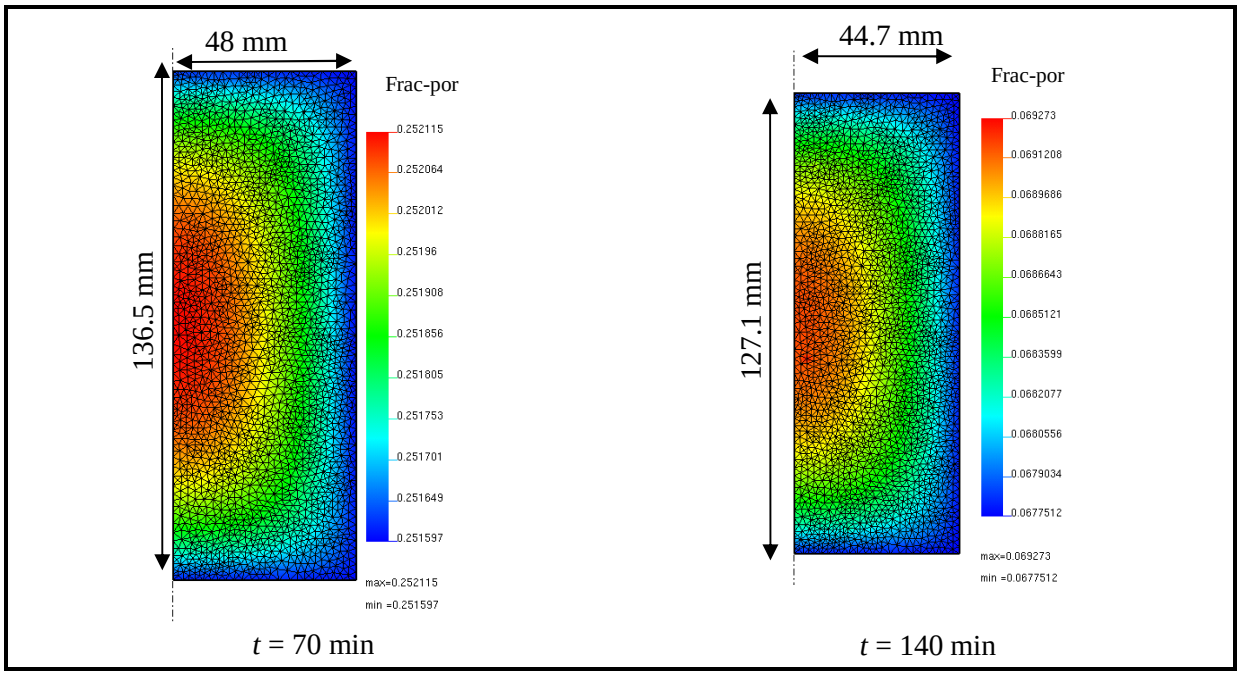


Figure 2 - 22. Porosité calculée à l'instant *t* = 70min et *t* = 140 min.

Dans le cadre d'un partenariat avec le CEA Grenoble, nous avons pu comparer les résultats obtenus sur R2Sol avec ceux obtenus avec un calcul macroscopique similaire (même cycle, géométrie et matériau) avec le logiciel CASTEM du CEA (modélisation 2D). Les calculs ont été effectués au CEA par Guilhem Roux, en prenant en compte cette fois le rôle mécanique du conteneur. Deux calculs sur toute la géométrie (prise en compte du couvercle inférieur et du conteneur) ont été effectués : un premier calcul a été fait avec la base de données matériaux du CEA [Gillia et al., 07]. Dans un second calcul, les paramètres de la simulation réalisée précédemment sur R2Sol ont été utilisés. Nous avons ainsi regroupé trois résultats de trois calculs différents, à savoir :

- un calcul sur R2sol (courbe noire sur la figure 2-23) : ce modèle utilise un modèle viscoplastique pur, la base de données d'O. Bouaziz et ne tient pas compte du rôle mécanique macro du conteneur,
- un calcul sur CASTEM (courbe rose sur la figure 2-23) : ce modèle utilise un modèle viscoplastique pur, la base de données d'O. Bouaziz et tient compte du rôle mécanique macro du conteneur mais aussi de l'effet d'un fond épais ajouté au lopin (de hauteur 20 mm),
- un deuxième calcul sur CASTEM (courbe orange sur la figure 2-23) : ce modèle utilise un modèle élasto-viscoplastique, une base de données CEA plus récente que celle de O. Bouaziz et tient compte du rôle mécanique macro du conteneur mais aussi de l'effet d'un fond épais ajouté au lopin.

A noter que les courbes présentées sur la courbe 2-23 correspondent à la densité obtenue à cœur. Nous avons pu constater une bonne corrélation entre les résultats obtenus au CEMEF et au CEA avec la base de données de la thèse d'O. Bouaziz. Par ailleurs, nous remarquons une différence importante entre les résultats qui concernent les deux bases de données différentes (c'est-à-dire entre la courbe orangée et les deux autres). Pour les courbes utilisant une même loi de comportement, un retard de densification peut être remarqué au début. Ce retard peut être dû à la prise en compte du conteneur mais également à la différence de la méthode d'extrapolation de la base de données du matériau à basse température. En effet, sur le logiciel R2Sol, afin de décrire le comportement de l'acier dans l'intervalle de température inférieur à 800°C, nous avons effectué une extrapolation linéaire sur les deux premiers points expérimentaux à 20°C des paramètres *n* et *log10(A)* (Fig. 2-10). Cependant, les données à basse température utilisées par le CEA sur le logiciel sont des données expérimentales confidentielles. Nous n'avons pas eu accès à ces données. C'est pourquoi, afin de cerner l'effet de la méthode d'extrapolation choisie sur les résultats obtenus, nous les avons comparés avec les résultats d'une extrapolation linéaire sur toutes les données expérimentales (Fig. 2-24) et ensuite, avec une extrapolation polynomiale d'ordre 2 (Fig. 2-25). Nous présentons les résultats obtenus sur la figure 2-26. Nous constatons un effet très important de la méthode utilisée pour extrapoler les données à basse température. En effet, l'extrapolation linéaire (courbe verte : EL sur tous les points) est plus proche de la courbe macro du CEA avec loi de comportement purement viscoplastique. D'autre part, la courbe obtenue avec une extrapolation polynomiale (courbe rouge : EP) est plutôt proche de la courbe macro du CEA avec loi de comportement élasto-viscoplastique. Ceci met en valeur l'effet de l'extrapolation

des paramètres de la loi de comportement à basse température surtout pour une température inférieure à 600°C. Pour la modélisation macro, ceci représente un point très important et les résultats de densification sont très sensibles aux choix effectués. Cependant, pour le travail mésoscopique, nous ne modéliserons le procédé que pour une température supérieure à 600°C (chapitre 3). Ceci veut dire que l'effet du choix de la méthode d'extrapolation est négligeable pour le travail à l'échelle méso.

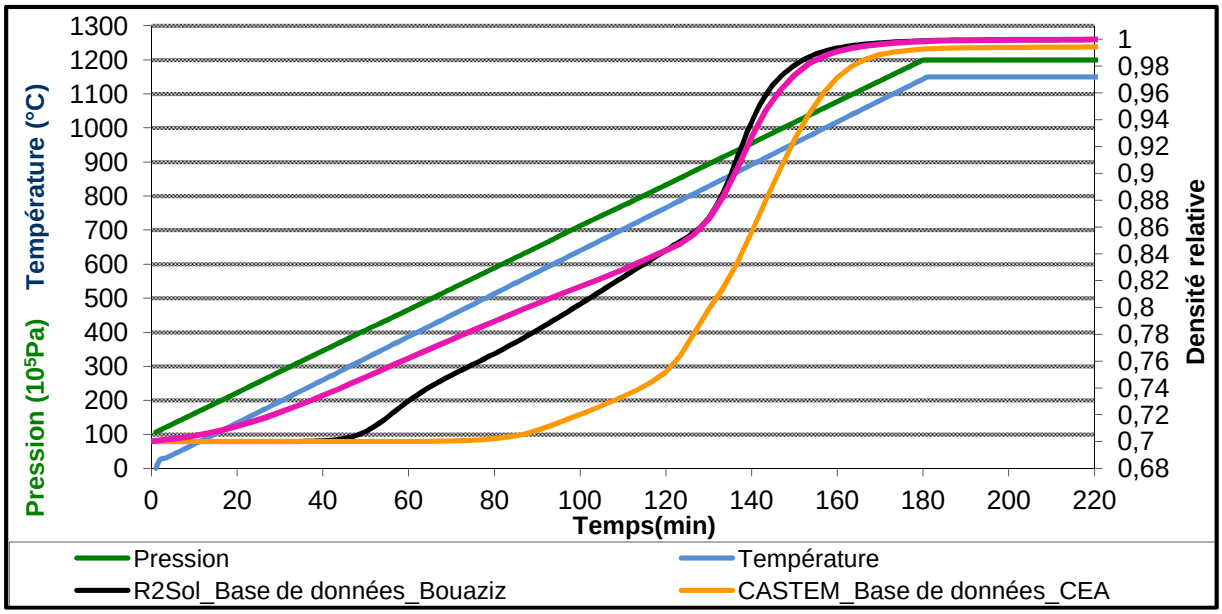


Figure 2 - 23. Comparaison entre résultats CEA et résultats CEMEF au cœur du lopin.

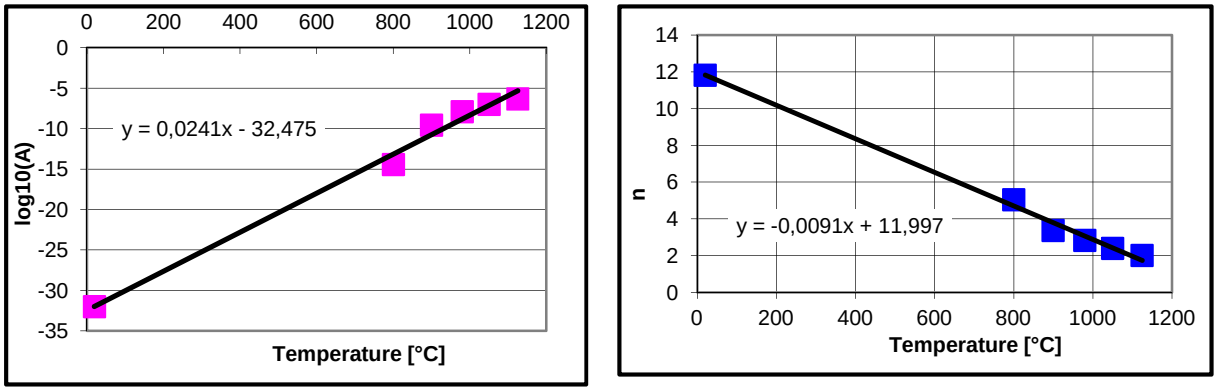


Figure 2 - 24. Extrapolation linéaire des paramètres de la loi de comportement à basse température.

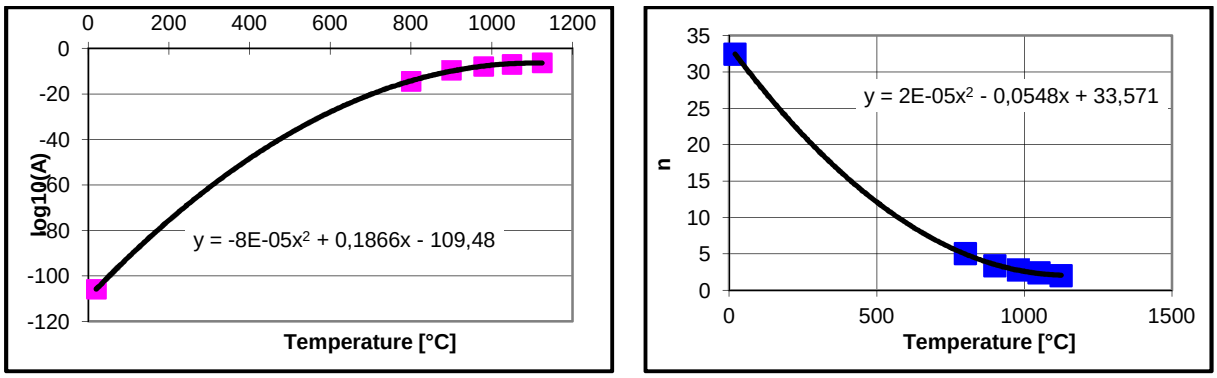


Figure 2 - 25. Extrapolation des paramètres de la loi de comportement à basse température.

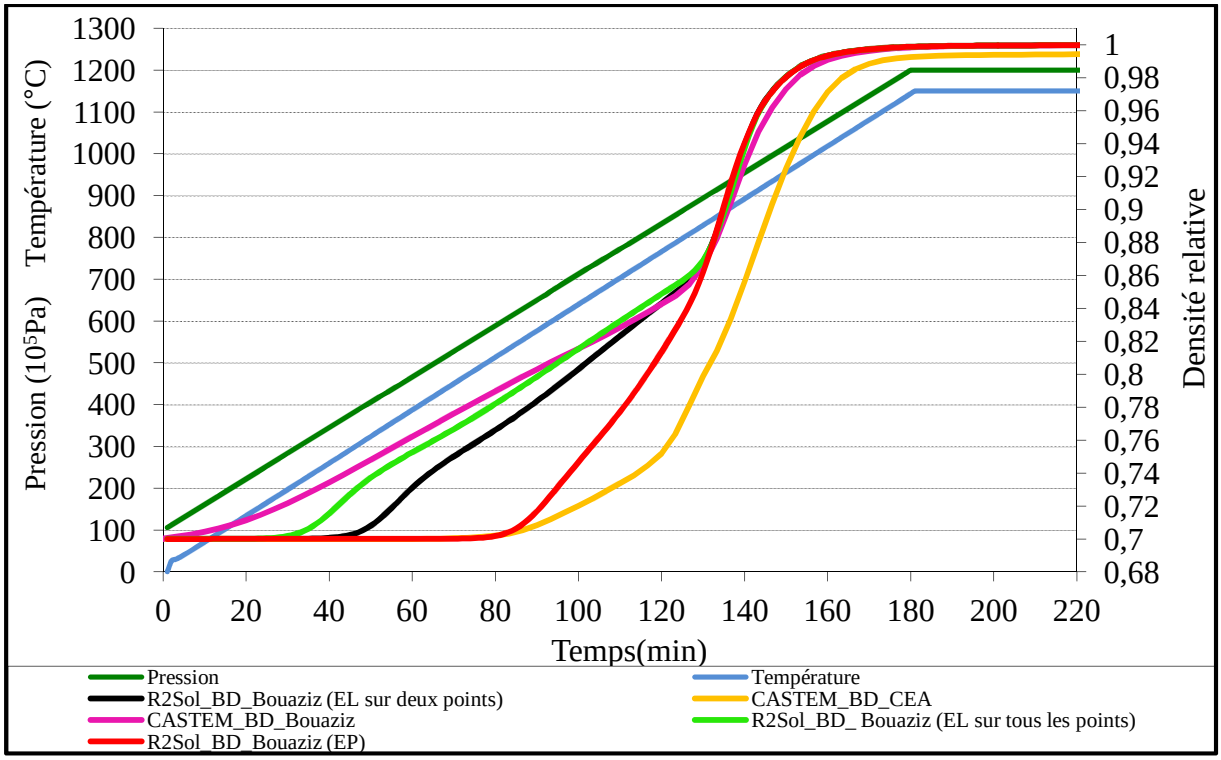


Figure 2 - 26. Comparaison entre résultats CEA et résultats CEMEF : modification de la méthode d'extrapolation des paramètres de la loi de Norton à basse température.

Le choix de la courbe à utiliser pour déterminer les temps d'interruption est très important mais donc difficile au vu des résultats que nous avons obtenus. De l'ensemble des résultats présentés, nous pouvons dresser le constat suivant :

- Les données matériaux obtenus par O. Bouaziz à haute température (≥700 °C) semblent efficaces comme illustré par la comparaison à des données expérimentales (Fig. 2-17) et à la pente de densification obtenue sur les calculs R2Sol de la figure 2-26 comparativement aux calculs CASTEM à partir de 700 °C. Cette première remarque nous confortant dans l'utilisation de ces données pour les simulations mésos réalisées à haute température.
- A basse température, les résultats obtenus avec la base de données CEA sont très différents de ceux obtenus avec les simulations "R2Sol \ base de données O.Bouaziz". Il est à noter que la base de données du CEA est beaucoup plus récente concernant le 316L et qu'elle a été validée par des comparaisons numérique/expérimentale sur des courbes de densification avec un plus grand nombre d'essais interrompus que dans les travaux de O.Bouaziz. Il nous a donc semblé préférable d'utiliser la courbe de densification obtenue avec CASTEM et la base de données du CEA pour fixer les temps d'interruption.
- Les deux précédentes remarques mettent également en lumière l'intérêt que nous aurions eu à caractériser notre matériau sur une large gamme de température vu le caractère confidentiel des données du CEA. Malheureusement, ce travail expérimental, non initialement prévu et heureusement non rédhibitoire pour les objectifs de ce travail,

n'a pu être réalisé. Il s'agit cependant d'un objectif à court terme pour la suite de ce travail de thèse.

Ainsi, comme expliqué, nos temps d'interruption ont été calibrés sur le calcul CASTEM-BD-CEA (Fig. 2-26) selon le choix suivant :

- t_1 : 8400 secondes (140 min) qui correspond à une densité relative prédire D_1=0.85,
- t_2 : 8800 secondes (147 min) qui correspond à une densité relative prédire D_2=0.9,
- t_3 : 9400 secondes (157 min) qui correspond à une densité relative prédire D_3=0.95,
- t_4 : 10800 secondes (180 min) qui correspond à une densité relative prédire D_4=1.

Le choix des densités relatives a été effectué afin de garantir à la fois une densification ni trop faible, ni trop élevée des pièces obtenues et une différence significative entre les différents lopins issus de ces essais (ΔD=0,05 entre deux essais consécutifs).

3.4. Synthèse

De nombreux points essentiels ressortent de l'ensemble de cette étude de la modélisation numérique à l'échelle macroscopique du procédé CIC. Une étape préliminaire a été consacrée à l'étude bibliographique de la loi de comportement de l'acier Inox 316L. Dans une seconde étape, nous avons validé les résultats des simulations de la compaction d'un cylindre effectué avec R2sol avec des résultats expérimentaux issus de la littérature. La dernière étape a été consacrée à la modélisation du procédé CIC d'une pièce cylindrique sujet de notre travail et à la discussion des résultats vis-à-vis des simulations réalisées au CEA. Ces modélisations nous ont permis d'étudier l'évolution de la densité relative en fonction du temps. Dans une dernière étape, l'analyse de ces résultats a permis de proposer des temps d'interruption des essais interrompus dont le but est d'accéder à l'évolution des particules, la densité et les hétérogénéités à différents instants de la densification pour pouvoir ensuite les comparer avec les simulations réalisées à l'échelle mésoscopique.

4. Evolution des propriétés macroscopiques de la pièce

Afin de déterminer les propriétés macroscopiques des pièces compactées (densité relative et évolution de la géométrie notamment), nous présenterons principalement dans cette partie la méthodologie suivie pour calculer la densité relative ainsi que les résultats obtenus. Ces derniers représentent une base de données pour une éventuelle comparaison avec les résultats des travaux numériques à l'échelle mésoscopique. Nous devons noter que la majorité du travail expérimental que nous avons effectué, dont les travaux objet de cette partie, ont été effectués au Centre des Matériaux d'Evry (CdM).

Dans le cadre d'une étude expérimentale de la densification lors du procédé CIC, cinq pièces cylindriques remplies de poudre compactées ont été considérées:

- Une première pièce (lopin 0, Fig. 2-27) a été soumise à un cycle complet (pièce complètement dense). Le plan de la pièce est présenté dans l'annexe 3 ; la compaction et la mise en conteneur a été assurée par Bodycote. Le matériau utilisé pour fabriquer le conteneur et le fond épais est un acier inoxydable 304L.

- Quatre autres pièces ont été soumises à des essais interrompus au bout de 140, 147, 157 et 180 minutes (identifiés dans la section précédente) respectivement pour les lopins numérotés 1, 2, 3, 4 (Fig. 2-28 et Fig. 2-29). Une cinquième pièce (numéro 5) a été aussi soumise à un essai interrompu au bout de 120 min. Dans cette étude, nous nous intéressons principalement aux quatre premiers lopins vu que le dernier (n°5) n'a pas été complètement étudié et il a été produit avec une géométrie différente du conteneur suite à des modifications de la presse du CEA. Le plan des pièces compactées avec des essais interrompus est présenté dans l'annexe 3. La compaction a été réalisée au CEA Grenoble avec une géométrie de conteneur légèrement différente et avec une chute brutale en température et en pression à l'interruption. Le matériau utilisé pour fabriquer le tube du conteneur est un acier inoxydable 304L. Cependant, le fond épais est en acier inoxydable 316L.

Figure 2 - 27. Lopin 0.

Figure 2 - 28. Lopin 1, 2, 3 et 4.

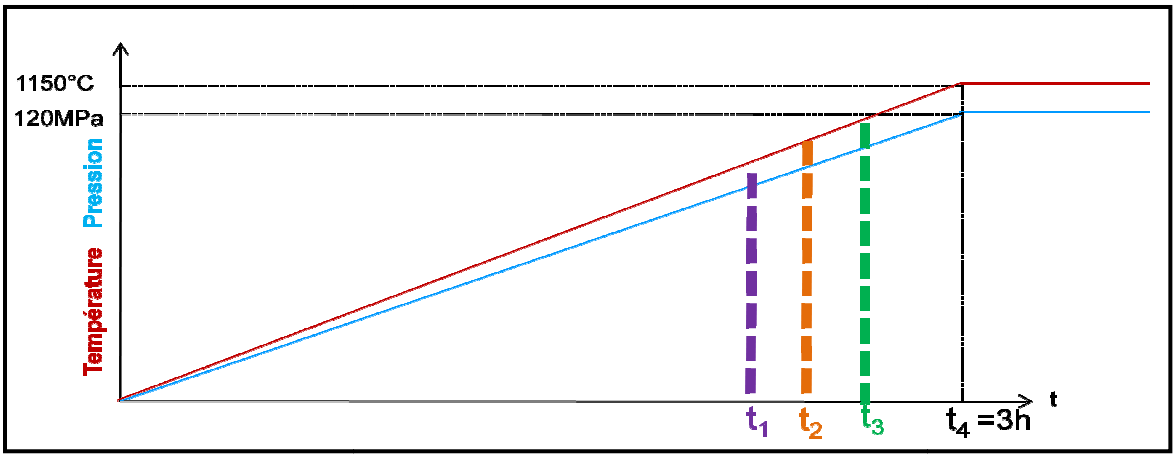


Figure 2 - 29. Temps d'interruption.

4.1. Evolution de la géométrie (V=f(t)) extérieure des lopins

Suite à l'application du cycle CIC sur les pièces, nous remarquons un retrait au niveau du volume de la pièce. Sur les 5 échantillons compactés, nous avons calculé la variation relative du volume ($\frac{V_{initial} - V_{final}}{V_{initial}}$). Vu que la forme extérieure de l'ensemble poudre et conteneur n'est plus un cylindre parfait, nous avons effectué alors sept mesures de la hauteur et du diamètre et le volume a été déterminé à partir d'une moyenne de ces données. Les variations de volume, ainsi évaluées, ont été regroupées dans le tableau 2-4. Ces derniers ont été présentés pour le cas de la poudre seule (sans tenir compte du volume du conteneur).

Nous remarquons que la déformation en volume du lopin 0 (complètement dense) est inférieure à celle des lopins 2, 3 et 4 interrompus avant ou à la fin de la montée de la température et de la pression (7% de différence pour le lopin 4).

Plusieurs facteurs peuvent être à l'origine de ces différences dont notamment:

- le remplissage initial du conteneur (vu qu'ils n'ont pas été compacté par les mêmes spécialistes : lopin 0 chez Bodycote et les quatre autres au CEA);
- la taille du fond inférieur ajouté au cylindre (hauteur de 10 mm pour le lopin 0 et 20 mm pour les lopins 1, 2, 3 et 4);
- la géométrie initiale du conteneur différente (annexe 3);
- la précision des mesures du volume final (les lopins après compaction n'ont pas un profil de cylindre parfait).

	Avant CIC			Après CIC				
	Diamètre initial extérieur (mm)	Hauteur initiale extérieur (mm)	Volume initial (dm^3)	Moyenne diamètre final extérieur (mm)	Moyenne hauteur finale extérieur (mm)	Moyenne volume final (dm^3)	Variation relative du volume	Densité prédite
Lopin0	110,3	171	1,63	104	153	1,3	20,5 %	100%
Lopin1	100	140	1,1	92,7	132	0,89	19 %	85%
Lopin2	100	140	1,1	91	129	0,84	23 %	90%
Lopin3	100	140	1,1	89,5	128	0,805	26,7 %	95%
Lopin4	100	140	1,1	89,3	127	0,795	27,3 %	100%

Tableau 2 - 4. Variations relatives de volume.

4.2. Méthode d'usinage (EDM)

Suite à leur compaction, les cinq lopins sujet de cette étude ont subi une étape d'usinage afin d'en extraire des échantillons qui seront observés et sur lesquels une mesure de densité relative sera réalisée. Une description de la procédure suivie sera détaillée dans cette partie.

L'extraction des échantillons des différents lopins a été effectuée par électro-érosion par fil appelée aussi EDM (Electrical Discharge Machining). Ce dernier est un procédé d'usinage qui consiste à enlever de la matière en utilisant des décharges électriques à l'aide d'un fil conducteur de 0,3 mm de diamètre environ déroulant à vitesse faible. Un mouvement du fil commandé permet de découper une pièce suivant une surface réglée. L'usinage se fait par étincelage sous une centaine de volts par claquage du diélectrique (eau déminéralisée) typiquement à une fréquence de 10^5 Hz. Il y a, lors du procédé, fusion, explosion, implosion, émission de débris remontés par l'eau et solidification rapide sous forme d'un cratère. Les cratères mesurent de l'ordre de 50 µm d'extension latérale et l'épaisseur de la couche refondue peut être estimée par l'observation de plusieurs pores non bouchés, comme celui de la figure 2-30. Une particule sphérique de 65 µm est visible à travers l'ouverture. Elle présente une particule satellite et sa morphologie est encore proche de celle de la poudre Erasteel observée dans la section 2 de ce chapitre. Cette particule a été en partie refondue et la matière se trouve sous forme d'une calotte de 50 µm environ de diamètre. En général, la face usinée présente une porosité estimée visuellement à 2% environ. Pour les mesures de la

densité et les observations, il convient donc de retirer cette couche affectée par l'usinage EDM sur plus de 20 µm par polissage.

Les avantages de cette méthode sont principalement la précision et la faible quantité de matière perdue (surtout en les comparants au sciage et au fraisage). Cependant, le principal inconvénient réside dans le fait que les surfaces affectées par la découpe peuvent perturber les observations et les mesures de la densité surtout pour les milieux poreux (Fig. 2-30), donc il convient de s'assurer que les surfaces affectées par la découpe ne perturbent pas les observations et mesures.

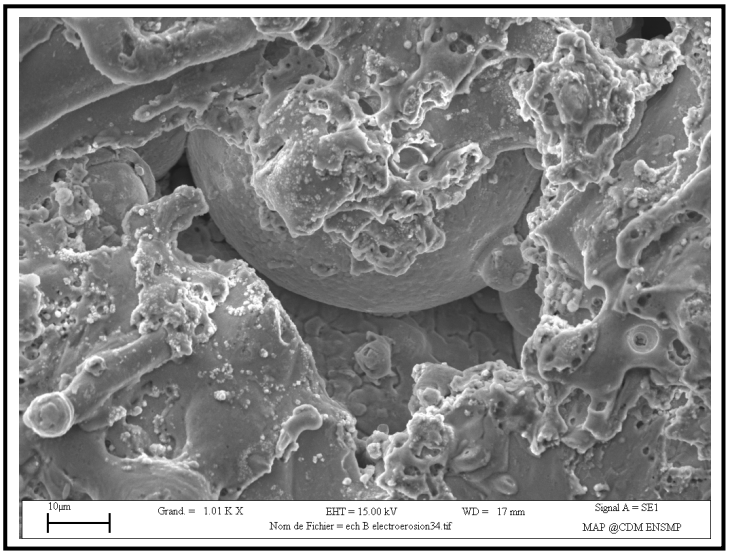


Figure 2 - 30. Surface de découpe EDM du lopin poreux.

4.3. Méthodologie, prélèvement et préparations des échantillons

Les échantillons étudiés ont été obtenus suite à une découpe d'une tranche centrale de 8 mm (Fig. 2-31) à l'aide d'un usinage par électro-érosion (EDM). Concernant la localisation des échantillons, nous avons choisi quatre positions caractéristiques (Fig. 2-32). Les échantillons 1, 2 et 3 sont de taille 10*10*8 mm^3. Cependant, l'échantillon 4 est de taille 76*49*8 mm^3. La position de l'échantillon 1 (position 1 sur la figure 2-32) permettra d'étudier une zone sensible qui est la corne du conteneur déformée. Les échantillons 2 et 3 permettront d'étudier une éventuelle hétérogénéité de densification entre le cœur et les frontières du cylindre. Quand au quatrième échantillon (un grand échantillon), il nous permettra d'observer le quart de la tranche usinée pour une éventuelle observation plus générale du lopin. Nous noterons dans la suite l'échantillon situé dans la position ''p'' issu du lopin numéro ''l'' par ''l-p''.

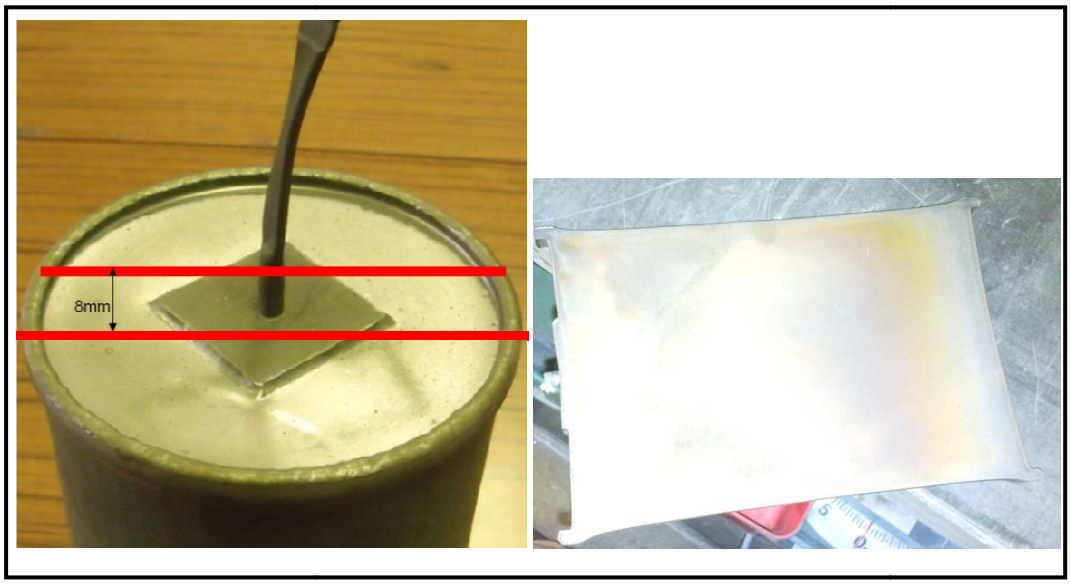


Figure 2 - 31. Tranche centrale de 8 mm extraite par usinage EDM.

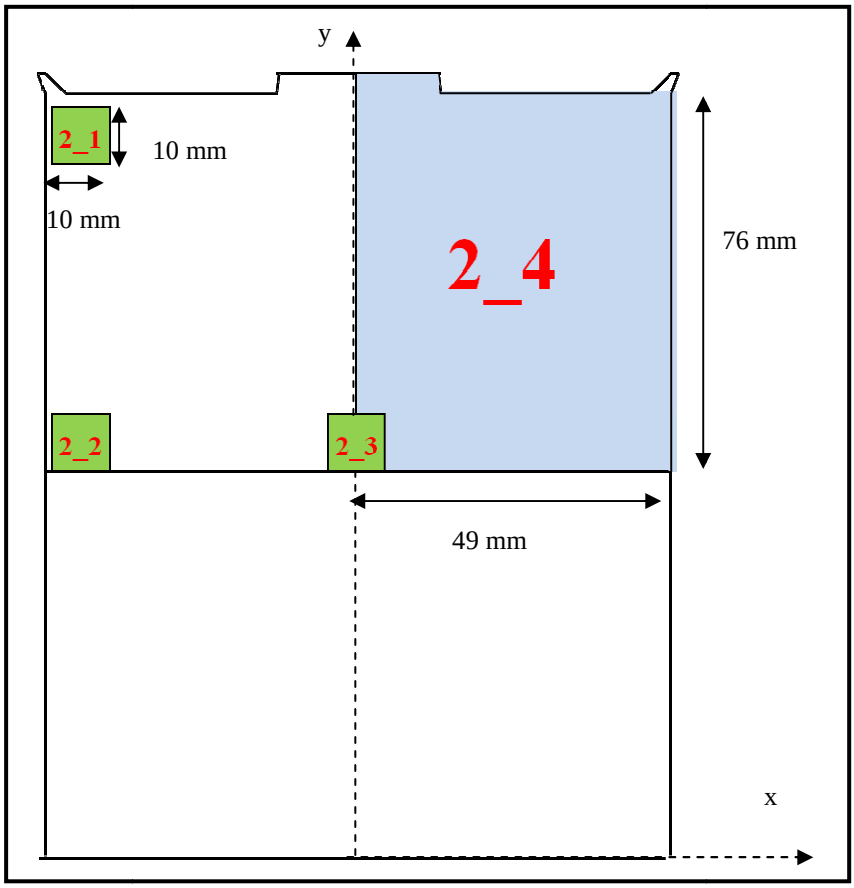


Figure 2 - 32. Plan des découpes des échantillons extraits du lopin pour le cas du lopin 2 (comme exemple).

Les méthodes de polissage et d'enrobage utilisées pour préparer les échantillons sont présentées dans la figure 2-33 :

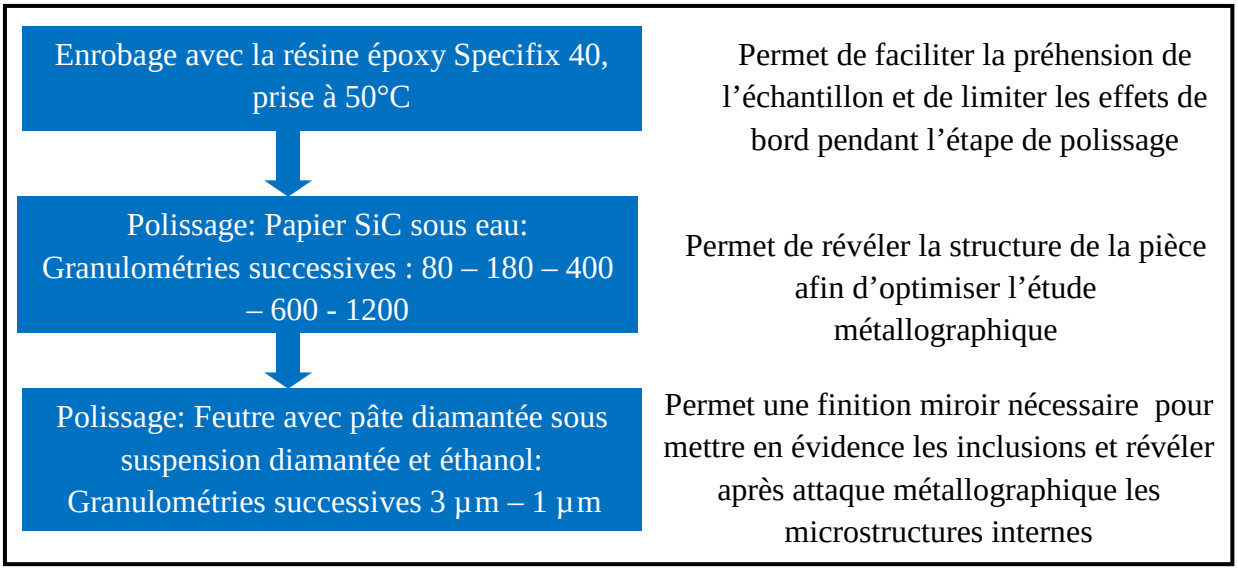


Figure 2 - 33. Méthodes de polissage et d'enrobage.

4.4. Méthode utilisée pour la mesure de densité

Concernant maintenant la méthode utilisée pour la mesure de la masse volumique et de la densité relative, nous avons utilisé la méthode des trois pesées pour les échantillons poreux (se réduisant à deux pesées pour les échantillons denses c'est-à-dire issus des lopins 0 et 4). Par soucis de précision vis-à-vis de ces mesures et vu le caractère très approximatif de supposer les échantillons parallélépipédiques, une méthode géométrique a en effet été évitée.

Comme son nom l'indique, la méthode des trois pesées concernant un échantillon poreux consiste à réaliser trois pesées distinctes :

a) une première pesée à sec de l'échantillon que nous noterons m_s.

b) une deuxième pesée de l'échantillon après humidification à l'alcool. Cette pesée à pour intérêt de quantifier les porosités ouvertes. Il est évidemment important de connaitre précisément la masse volumique de l'alcool utilisé (ρ_{alcool} = 0,81 g.cm^{-3} dans notre cas) et de réaliser rapidement cette mesure avant évaporation de l'alcool. Nous noterons m_h le résultat de la mesure effectuée. Comme précisé précédemment, cette mesure est inutile dans le cas d'un échantillon dense, m_h étant alors égal à m_s.

c) une troisième pesée de l'échantillon après immersion dans un liquide (même alcool que dans b) dans notre cas) permettant d'utiliser le principe d'Archimède : la masse alors relevée, que nous noterons m_i, est égal à la masse de l'échantillon à sec (m_s) diminuer de la masse du liquide déplacé par l'échantillon.

Mettons maintenant en équations les résultats de ces différentes pesées. En notant V_{sol} le volume de solide et V_{pf} le volume des porosités fermées, le principe d'Archimède de la troisième pesée nous permet d'écrire :

$$m_i = m_s - (V_{th} + V_{pf})\rho_{alcool} \,. \tag{2-13}$$

De plus, le résultat de la deuxième pesée, en notant V_{po} le volume des porosités ouvertes, permet d'écrire directement :

$$m_h = m_s + V_{pov}\rho_{alcool} \,. \tag{2-14}$$

En combinant ces deux équations nous obtenons :

$$m_h - m_i = (V_{pov} + V_{th} + V_{pf})\rho_{alcool} \,. \tag{2-15}$$

Le terme $V_{pov} + V_{th} + V_{pf}$ correspondant au volume apparent (noté V_{app}). La masse volumique apparente (notée ρ_{app}) peut facilement être obtenue grâce à Eq. (2-15) :

$$\rho_{app} = \frac{m_s}{V_{app}} = \frac{m_s}{V_{pov} + V_{th} + V_{pf}} = \frac{m_s \rho_{alcool}}{m_h - m_i} \,. \tag{2-16}$$

Enfin, la densité de l'échantillon est finalement obtenue comme le rapport de cette masse volumique apparente par la masse volumique connue du matériau dense (noté ρ_{dense} et égale à 7,985 g.cm^{-3} dans notre cas [Couturier, 99])

$$D = \frac{\rho_{app}}{\rho_{dense}} = \frac{m_s \rho_{alcool}}{\rho_{dense}(m_h - m_i)} \,. \tag{2-17}$$

La figure 2-34 regroupe différentes notations utilisées précédemment.

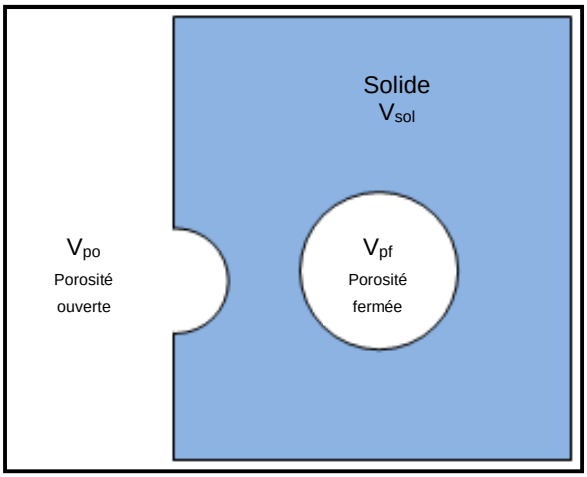


Figure 2 - 34. Exemple de porosité ouverte et fermée d'un échantillon.

L'équation (2-17) se simplifie dans le cas des échantillons issus des lopins 0 et 4 (échantillons denses) sous la forme :

$$D = \frac{m_s \rho_{alcool}}{\rho_{dense}(m_s - m_i)} \,. \tag{2-18}$$

Nous devons noter que pour déterminer la valeur de la masse volumique, nous avons répété les mesures cinq fois et nous pouvons estimer que la précision de la mesure de la masse volumique est inférieure à 0.01 en valeur relative. Nous présenterons une évaluation de l'erreur des mesures effectuées dans l'annexe 4.

4.5. Discussion des résultats de la densité relative obtenus

Les mesures des densités relatives effectuées intègrent l'évolution de la densité relative lors de la chute de pression et de température. Cette densification additionnelle, lors de l'interruption, est négligée en l'état actuel. La figure 2-35 présente les valeurs mesurées (en %) sur les échantillons des quatre lopins soumis à un cycle interrompu arrondies à l'entier le plus proche ainsi que leurs densités prédites. Nous remarquons que les écarts de densité entre les différentes positions dans le lopin sont plus marqués expérimentalement que dans la simulation numérique (pour la simulation numérique l'écart est toujours inférieur à 1%).

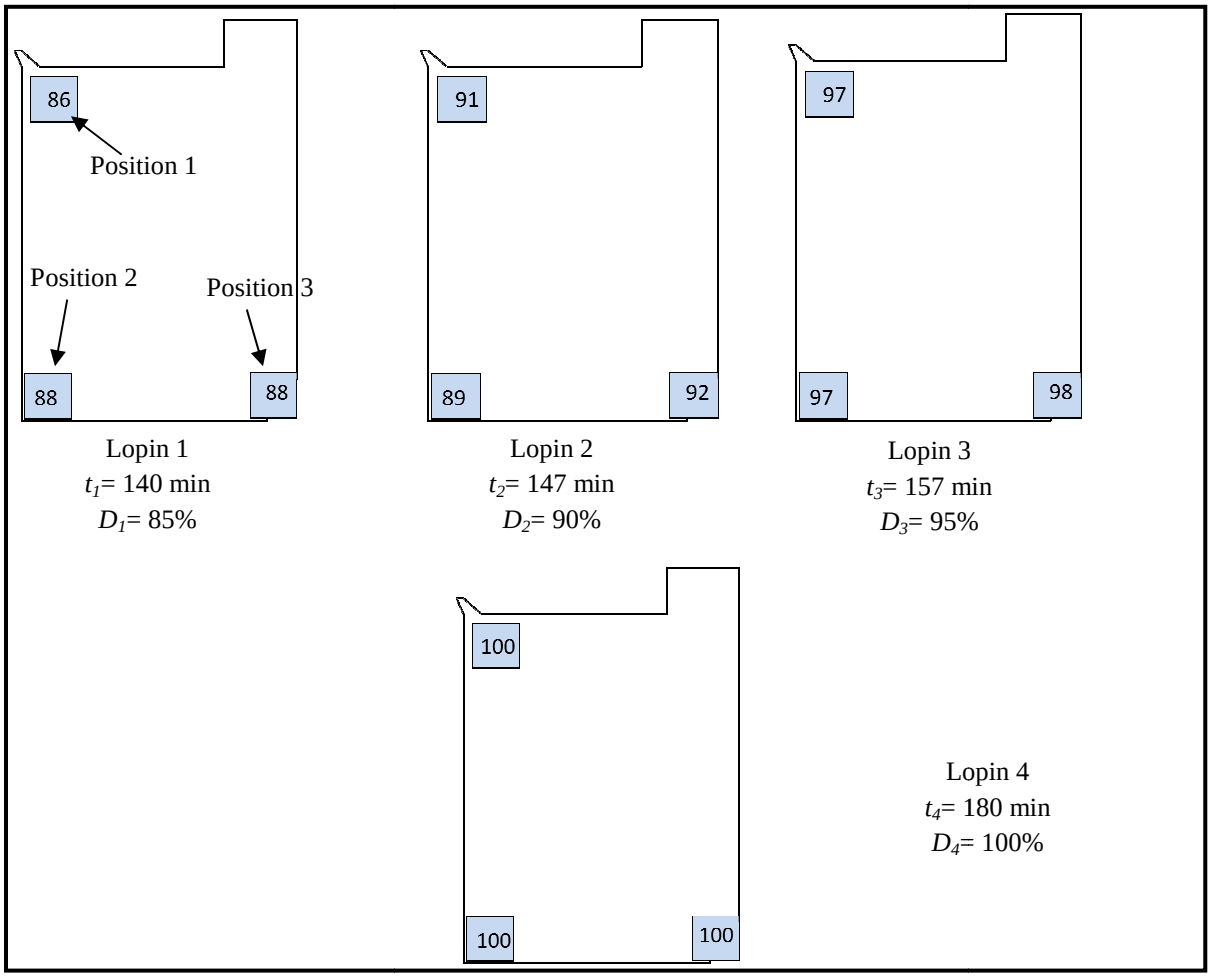


Figure 2 - 35. Densité relative mesurée par la méthode des trois pesées (en %) des échantillons issus des essais interrompus et rappel des densités prédites.

Sur un autre plan, nous remarquons que la cinétique de densification est assez différente selon la position de l'échantillon (Fig. 2-36). Par exemple, au niveau du lopin 2, l'échantillon du coin supérieur a rattrapé son retard de densification (la densité de l'échantillon 2-1 est supérieure à celle de 2-2) par rapport au lopin 1 (la densité de l'échantillon 1-1 est inférieure

de 2% par rapport à l'échantillon 1-2 et 1-3) (Fig. 2-35). Ces hétérogénéités de densité et de cinétique de densification peuvent être expliquées de différentes façons :

- un remplissage initial du lopin plus difficile dans les coins;
- l'arrangement initial des particules;
- une rigidité du coin soudé du conteneur (au début du cycle, il s'oppose à la compaction et à un certain moment il finit par suivre la déformation);
- la compaction peut être plus difficile à partir de 90% (lorsque les deux échantillons à mi-hauteur cherchent à gagner 1% de densification, l'échantillon du coin peut gagner 2 ou 3%).

A noter que la modélisation à l'échelle macroscopique ne peut pas rendre compte de ces différences de compaction à l'échelle de la microstructure.

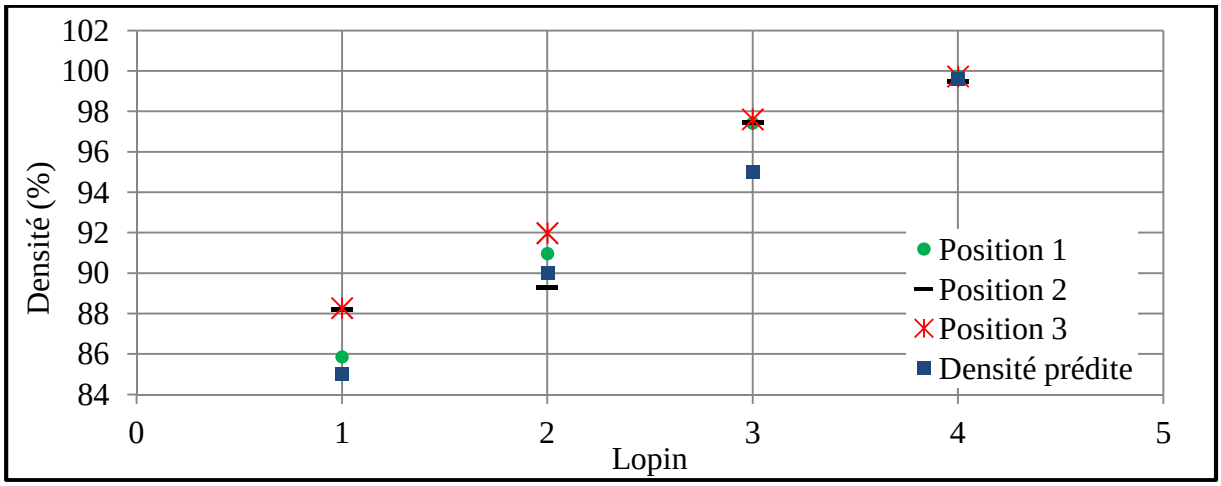


Figure 2 - 36. Présentation de l'évolution de la densité relative fonction de la position pour les 4 lopins soumis à des essais interrompus.

Nous représentons dans la figure 2-37, une comparaison entre les résultats du travail numérique à l'échelle macroscopique (obtenus au cœur du lopin, présentés dans la section 3-2 de ce chapitre) et les résultats des essais interrompus (au cœur du lopin). Nous remarquons un bon accord entre la courbe obtenue avec la nouvelle base de données du matériau 316L (base de données du CEA) et les résultats des essais interrompus de cette étude. Cependant, un essai interrompu avant 140 minutes serait clairement intéressant pour discuter de la corrélation entre résultats expérimentaux et numériques à basse densité. Cependant, un tel essai n'avait pas initialement été prévu dans le cadre de cette thèse mais a été envisagé vers la fin de la thèse avec une interruption à 120 minutes. Les densités mesurées de 5-1 à 5-3 sont les résultats de mesures de masse et de volume et égales respectivement à 80%, 80% et 79%. La géométrie du lopin diffère de celles de 1 à 4 à cause de modifications de l'équipement de l'enceinte de CIC.

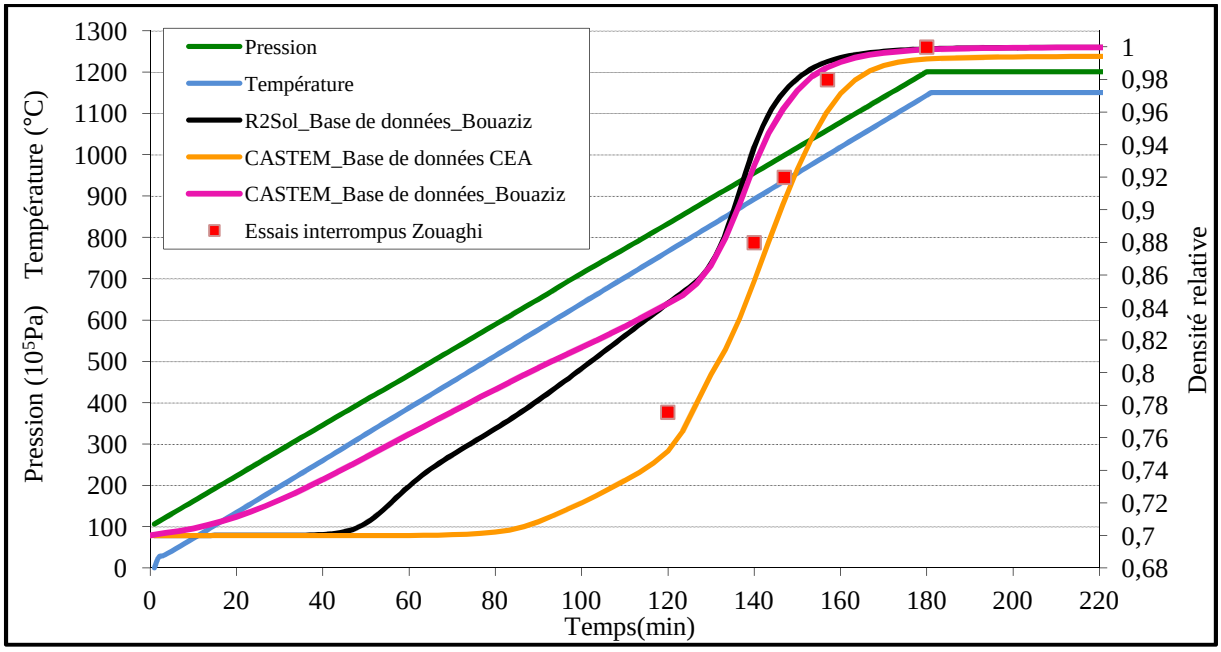


Figure 2 - 37. Comparaison entre la modélisation numérique à l'échelle macroscopique et les résultats des essais interrompus au cœur du lopin.

5. Evolution de la microstructure de l'acier inoxydable 316L en cours de densification

Une étude à l'échelle microscopique d'échantillons compactés avec un procédé CIC représente une étape indispensable afin de valider le travail de modélisation. Les analyses en M.O et avec le M.E.B ont pour objet l'étude de l'évolution de la microstructure interne de la poudre. Ceci fournira des informations complémentaires concernant la déformation des particules (au niveau contact inter-particulaire par exemple) en fonction de la densité et du cycle CIC pourrait permettre de confirmer ou d'infirmer certaines hypothèses du modèle numérique (modéliser les oxydes ou supposer que leur effet est négligeable, comportement des pores internes, etc.). De plus, l'étude à la microsonde et les analyses EBSD que nous présentons dans cette section peuvent aussi contribuer à une meilleure compréhension des mécanismes de densification à l'échelle des particules.

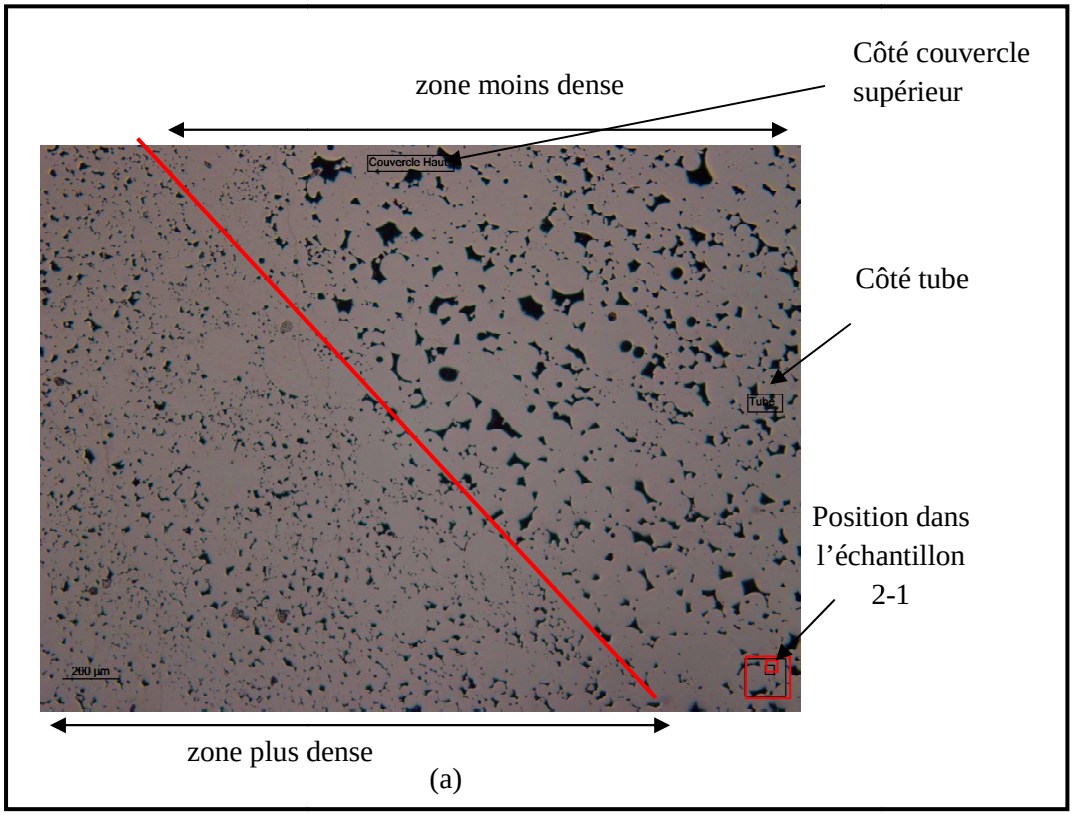
5.1. Observations en M.O

Nous étudions dans cette partie l'évolution des propriétés microscopiques. La première étape de ce travail consiste à étudier la morphologie générale et la microstructure interne de la poudre. Dans ce but, des observations ont été effectuées avec un microscope optique (M.O) et un microscope électronique à balayage (M.E.B). Les observations en M.O ont été effectuées sur un microscope inversé en lumière blanche Zeiss Axiovert 405 M et les observations en M.E.B l'ont été sur un microscope à filament de tungstène (Zeiss LEO 1450 VP) avec une tension d'accélération de 15 kV et en mode électrons secondaires avec parfois des images en électrons rétrodiffusés par exemple pour distinguer ferrite et austénite (contraste lié aux différences de teneurs en Mo, le plus lourd de tous les éléments en présence). Pour les images

effectuées avec le M.O, la position de l'observation par rapport à l'échantillon est indiquée sur les images par deux rectangles rouges. Le sens du couvercle supérieur et du tube ont été indiqués aussi par deux rectangles noirs (Fig. 2-38 par exemple). Les premières observations ont été effectuées sans attaque pour révéler la morphologie générale des particules. Le lopin 5 peu densifié n'est pas présenté.

Les trois lopins sous-densifiés (lopins 1, 2 et 3) ont plusieurs points communs. Par exemple, en observant les échantillons situés à l'extrémité de la plaque (positions 1 et 2 sur la figure 2-32), plusieurs hétérogénéités de densification, ont été détectées et ce malgré la petite taille des échantillons (Fig. 2-38.a). Les origines de ces hétérogénéités sont à rechercher dans une stratification par granulométrie (réarrangement) des particules sous l'effet des vibrations après remplissage (ce qui permet d'obtenir 70% de densité relative de départ contre environ 65% sans vibration). Ce phénomène est plus sensible près des parois, il est très atténué au centre. De plus, les zones proches du conteneur (tube et couvercle haut) correspondent généralement aux zones les moins denses. Ceci peut signifier que le mécanisme de densification par réarrangement des particules n'opère qu'à une certaine distance des parois. De plus, nous remarquons que les plus gros pores détectés sont les pores internes avec une forme circulaire, déjà observés sur les particules atomisées (section 2 de ce chapitre), comme s'ils résistaient encore à la compaction à cette étape de la densification (Fig. 2-38.b). En outre, nous retrouvons une alternance de zones denses et moins denses dans l'échantillon 2-2 (Fig. 2-39.a) et nous pouvons remarquer facilement que les lignes séparant deux zones de densités différentes ne sont pas verticales mais plutôt inclinées (Fig. 2-39.b). Concernant les échantillons extraits du centre des lopins (position 3 sur la figure 2-32), ils sont marqués par une homogénéité remarquable avec une présence fréquente de porosité interne circulaire et une densité apparente supérieure à celle des autres échantillons d'un même lopin.

D'autre part, nous retrouvons une hétérogénéité marquée de la taille apparente (2D) des particules (Fig. 2-40) liée à la forte dispersion granulométrique de la poudre (Fig. 2-2). La morphologie des particules observées au stade de l'atomisation est bien reconnaissable sur les échantillons issus des lopins 1, 2 et 3. Les particules sont sphériques recouvertes de splats. Pour certaines, une morphologie cellulaire est visible dans les pores appartenant à la porosité ouverte (surface convexe). L'échelle des cellules de solidification est de l'ordre de 2 µm ce qui correspondrait, d'après Flemings [Flemings, 74], à une vitesse de refroidissement de l'ordre de 10^5 °C/s. Les particules sont encore peu déformées surtout pour les lopins 1 et 2. En effet, le traitement thermique de courte durée à haute température n'est pas suffisant pour effacer la microstructure originale des particules atomisées. On distingue des contacts inter-particulaires et en de rares occasions des éventuelles futures inclusions inter-particulaires mesurant moins de 200 nm (analyse au M.E.B). Leur composition est enrichie en oxygène, silicium et manganèse. Finalement, la porosité ouverte entre les particules laisse apercevoir une déformation modérée des particules et la formation de cous inter-particulaires (Fig. 2-41).



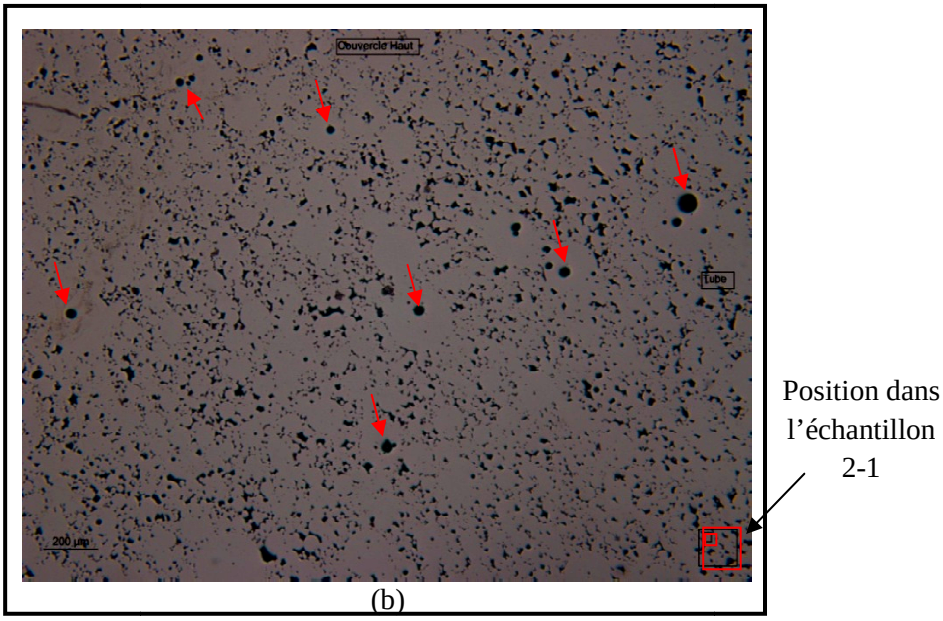
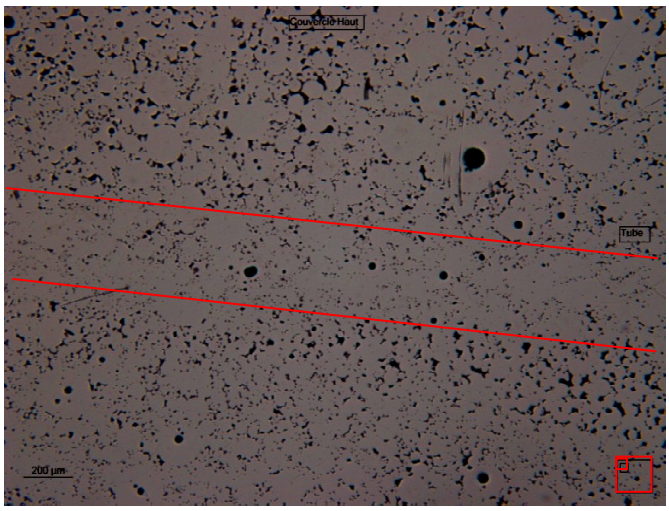
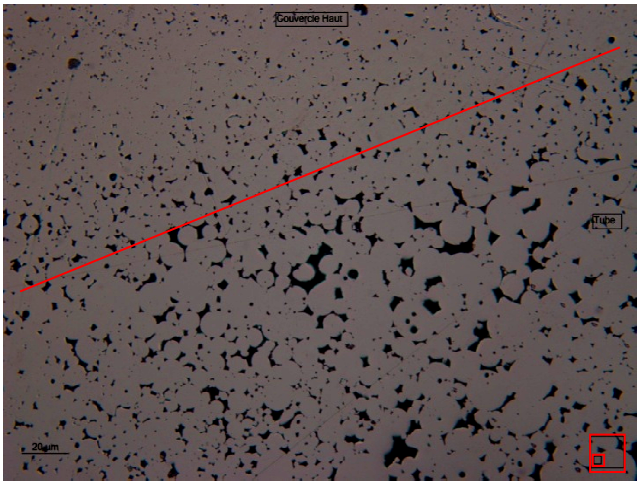


Figure 2 - 38. Observation en M.O. de l'échantillon 2_1 (a) hétérogénéités de densification (b) une série de gros pores internes dans des particules de grande taille (échelle = 200µm).



(a)



(b)

Figure 2 - 39. Observation en M.O. de l'échantillon 2_2 : Alternances de zones denses et moins denses (échelle = 200µm).

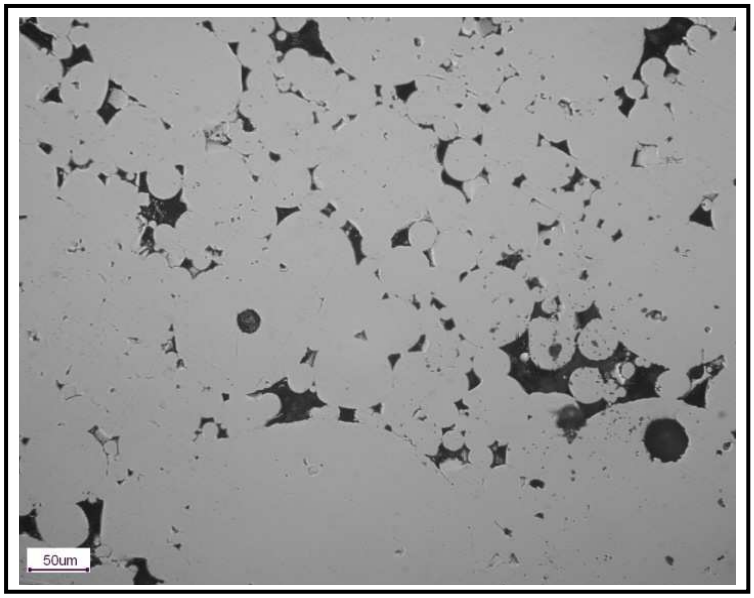


Figure 2 - 40. Observation en M.O. de l'échantillon 1_1 : hétérogénéité marquée de la taille des particules (échelle = 50µm).

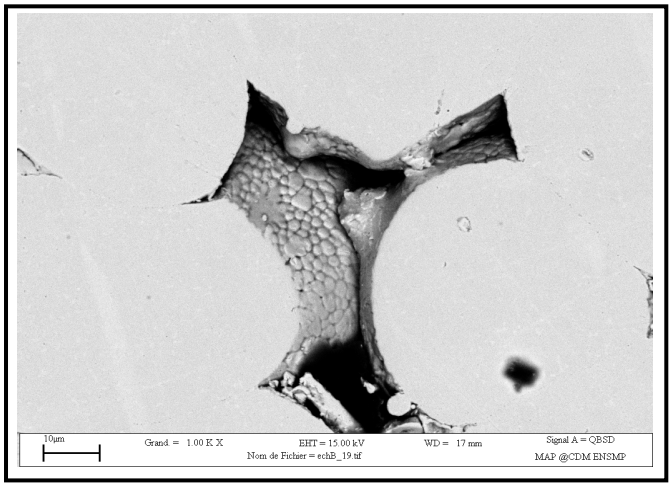


Figure 2 - 41. La porosité ouverte entre les particules laisse apercevoir une déformation modéré des particules et la formation de cous inter-particulaires (M.E.B électrons rétrodiffusés sur l'échantillon 1-2).

En comparant les figures 2-42 et 2-43, nous remarquons que les particules présentes au niveau de la corne des échantillons 2_4 et 3_4 ont subi une densification importante entre les instants d'interruption du lopin 2 et 3 correspondant respectivement à 147 et 157 minutes. Ceci confirme les résultats des mesures de densité obtenues avec la méthode des trois pesées (Fig. 2-35). Sur un autre plan, tous les échantillons issus des lopins 0 et 4 sont homogènes et denses.

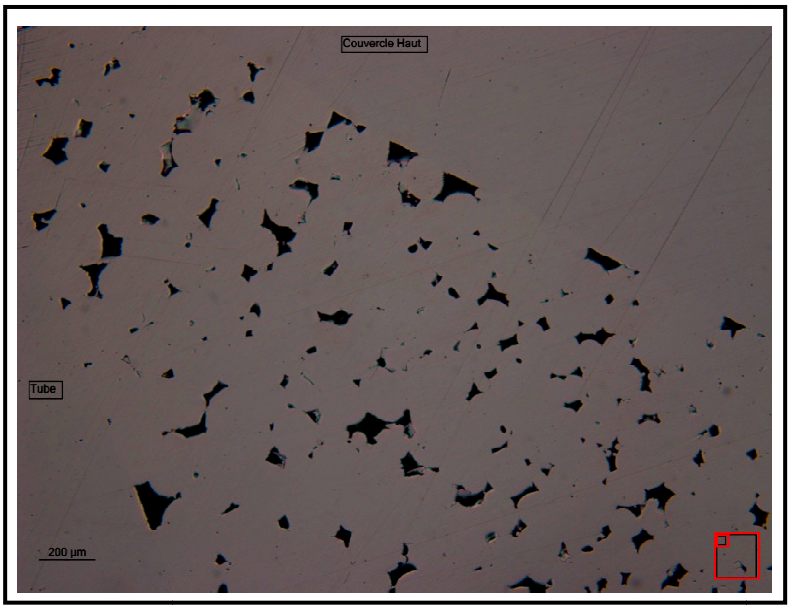


Figure 2 - 42. Observation en M.O. de la corne de l'échantillon 2_4.

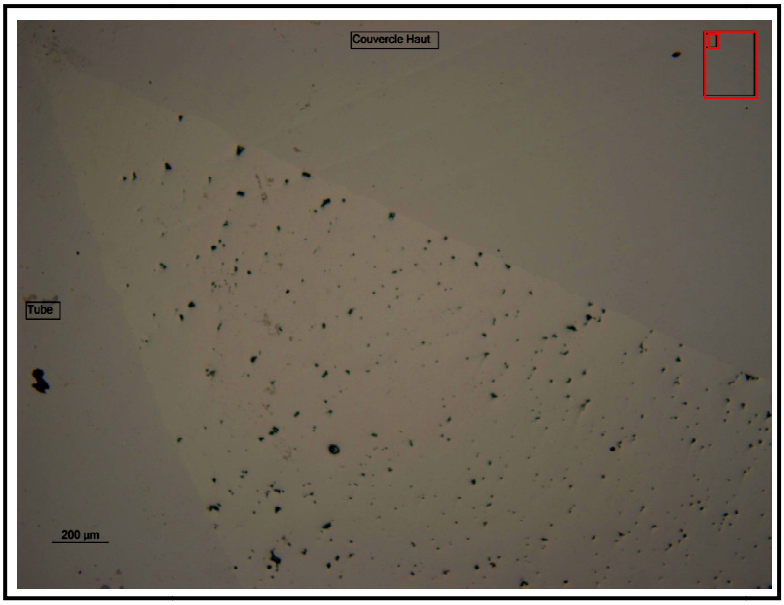


Figure 2 - 43. Observation en M.O. de la corne de l'échantillon 3_4.

5.2. Observation et microanalyse avec le M.E.B

Afin d'estimer l'influence des oxydes et de discuter leur intégration dans un modèle prédictif de la performance du matériau CIC ainsi que leur intégration dans un futur modèle numérique, nous avons étudié les échantillons au M.E.B à une échelle plus fine que la précédente. Le but est d'estimer la taille des inclusions d'oxyde et d'obtenir des informations sur leur composition (Fig. 2-44, Fig. 2-45). Il est à noter que ces résultats restent approximatifs. En effet, du fait de la faible taille des oxydes (diamètre est de l'ordre de 100 à 200 nm) par rapport au volume analysé en spectrométrie d'émission X (quelques μm^3), les analyses peuvent englober aussi la matrice autour des inclusions. Enfin, des superpositions de raies d'émission X peuvent perturber le calcul des teneurs.

Quelques inclusions d'oxydes ont été identifiées. Elles sont rares et sont alignées le long des contacts inter-particules (Fig. 2-44). Les analyses eds (*energy dispersive spectroscopy)* effectuées (résolution de 1µm) confirment la prédominance d'oxydes riches en Silicium, Manganèse, Chrome, Molybdène et rarement en Aluminium (Tab. 2-5). La figure 2-46 présente un spectre caractéristique de ces oxydes. Les inclusions sont inter-granulaires ou intra-granulaires (plus fréquemment). La formation des oxydes semble moins préoccupante que dans des travaux antérieurs [Couturier, 99] avec des oxydes de moindre dimension. Ces décorations inter-particulaires proviennent semble-t-il de l'oxydation sélective de la surface des particules.

Les inclusions d'oxydes n'apparaissent pas aussi nettement dans les lopins 0 et 4 que dans les lopins 2 et 3. Les oxydes se forment par oxydation sélective des éléments Si, Mn, à la surface des particules. L'oxygène peut provenir soit de l'atmosphère résiduelle lors de la fermeture après dégazage, atmosphère dans laquelle on peut estimer la pression partielle de l'oxygène à 10^{-7} bar environ à froid, (beaucoup plus à chaud à cause de la fermeture de la porosité et de l'effet de la température), soit de l'oxygène adsorbé après dégazage. La figure 2.45 présente un champ métallographique anormalement riche pour les inclusions interparticulaires détectées : une vingtaine d'oxydes sur 100 μm^2. La figure 2.44 montre une autre zone riche en inclusions (par rapport à la moyenne des observations) en exposant à peu près 200 inclusions sur 0,01 mm^2 (groupées sur 200 µm d'alignements). Nous pouvons justifier la nature des oxydes formés, oxydes mixtes de Si et Mn pour l'essentiel, par les équilibres thermodynamiques de formations des oxydes de Si, Mn, Cr, Fe, Ni entre 800 et 1000°C en tenant compte des activités de Si, Mn, Cr, Fe. Nous ne sommes cependant pas en mesure d'interpréter une éventuelle réversion entre 1000 et 1100°C, mais des transitions oxydation externe/interne ont été identifiées dans le cas d'aciers inoxydables ferritiques ODS à l'yttrium densifiés par CIC par Rieken [Rieken et al., 10]. Ceci mériterait peut être une étude approfondie. De plus, des oxydes intraparticulaires souvent plus gros que les inclusions interparticulaires sont observés. Leur origine remonte à la fin de la solidification.

A un autre niveau, les observations effectuées sur les particules de poudre ont montré l'existence de deux niveaux de gris différents dans le métal des particules. Afin de comprendre l'origine de cette différence, nous avons analysé avec le M.E.B deux endroits avec deux niveaux de gris différents sur un même échantillon (Fig. 2-45, ax_3 et ax_4). Les résultats de ces analyses sont présentés dans les tableaux 2-6 et 2-7. Nous remarquons que les valeurs des pourcentages massiques des éléments alphagènes (molybdène et chrome) sont plus élevées dans les zones claires (ax_3) que dans les zones foncées (ax_4) mais aussi que le nickel (élément gammagène) est moins important dans les premières que dans les secondes. Nous avons superposé alors la composition équivalente en chrome et nickel des deux analyses sur le diagramme de Schaeffler [Schaeffler, 49]. Nous remarquons que le gradient du taux de ferrite entre ces deux endroits est très important (Fig. 2-47) (de l'ordre de 5% ($\pm 1\%$) pour ax_4 et de l'ordre de 80 % ($\pm 1\%$) pour ax_3). Ceci est corrélé à la différence de couleur (niveau de gris) observée qui est surtout liée à la teneur en Mo. Les oxydes sembleraient plus souvent associés à la ferrite, ce qui va dans le sens d'un déséquilibre entre ferrite (métastable) et austénite.

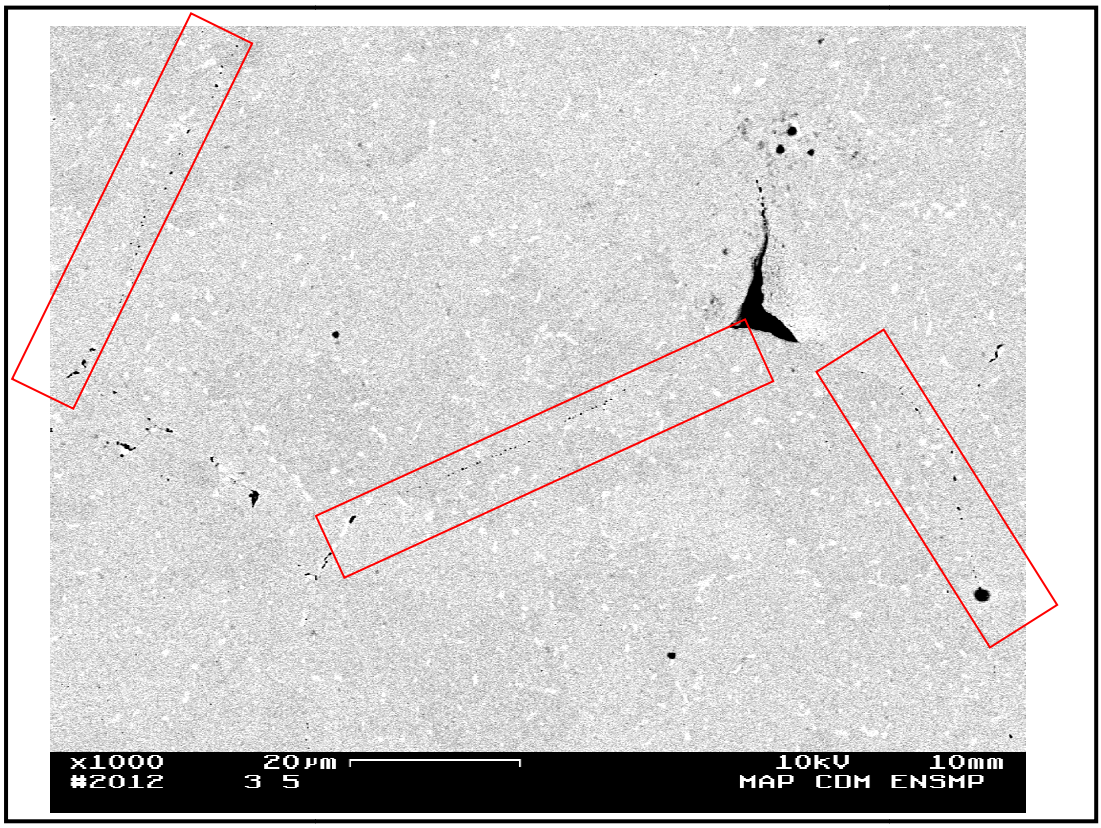


Figure 2 - 44. Observation d'alignements d'oxydes inter-particulaires avec le M.E.B (lopin 3).

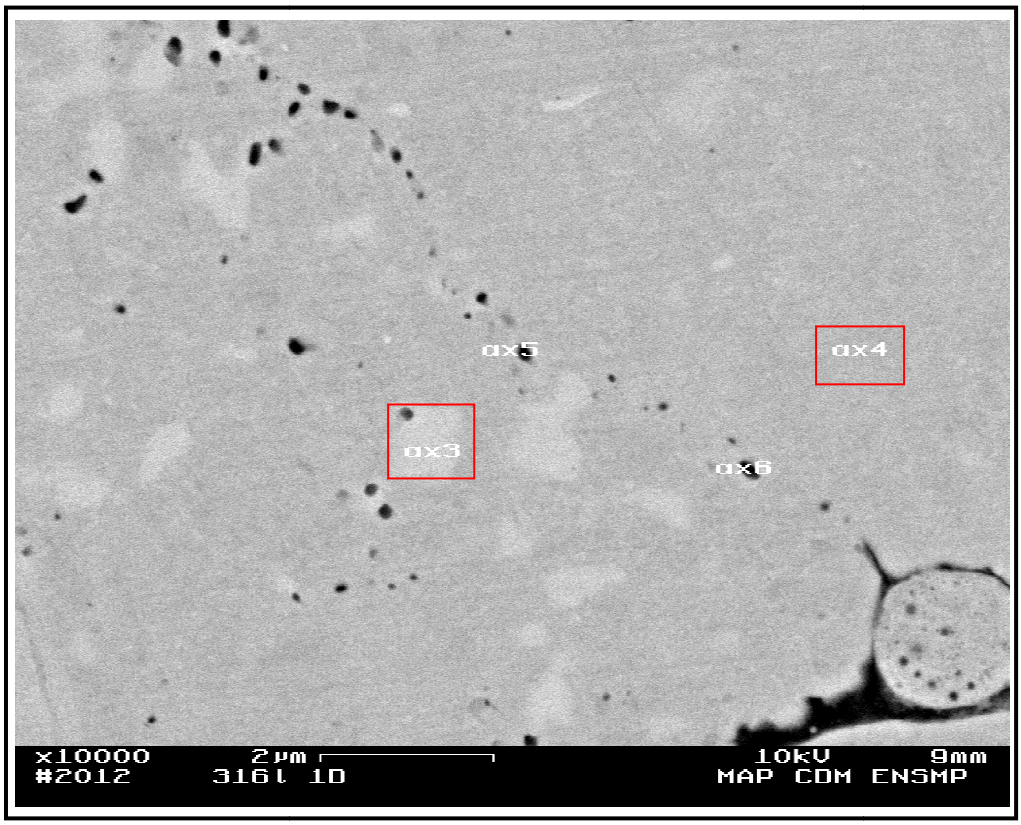


Figure 2 - 45. Observation d'oxydes détectés avec le M.E.B (ax3 et ax4) dans le lopin 1.

Elément	Pourcentage massique (%)	Pourcentage atomique (%)
O	4.93	14.66
Si	4.90	8.30
Cr	15.68	14.35
Mn	17.92	15.52
Fe	44.59	38.01
Ni	10.20	8.27
Mo	1.78	0.89
Total	100.00	100.00

Tableau 2 - 5. Pourcentage massique et atomique typique des oxydes détectés.

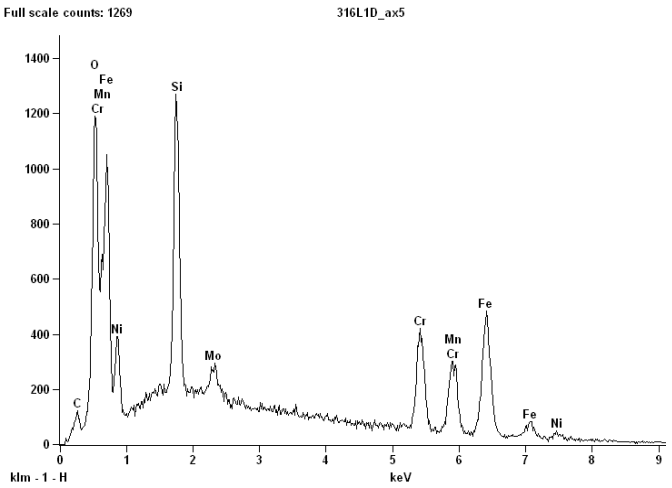


Figure 2 - 46. Spectre d'émission X (e.d.s) des « oxydes » (+matrice).

Elément	Pourcentage massique (%)	Pourcentage atomique (%)
Si	1.35	2.68
Cr	25.22	27.00
Mn	2.55	2.58
Fe	56.10	55.90
Ni	8.90	8.43
Mo	5.88	3.41
Total	100.00	100.00
$(Ni)_{eq}$	10.62	
$(Cr)_{eq}$	32.41	

Tableau 2 - 6. Pourcentage massique et atomique typique de la zone claire du matériau 316L (ax3 sur la figure 2-45).

Elément	Pourcentage massique (%)	Pourcentage atomique (%)
Si	0.95	1.87
Cr	19.34	20.56
Mn	2.07	2.08
Fe	64.28	63.62
Ni	11.42	10.76
Mo	1.94	1.12
Total	100.00	100.00
$(Ni)_{eq}$	15.88	
$(Cr)_{eq}$	22.27	

Tableau 2 - 7. Pourcentage massique et atomique typique de la zone foncée du matériau 316L (ax4 sur la figure 2-45).

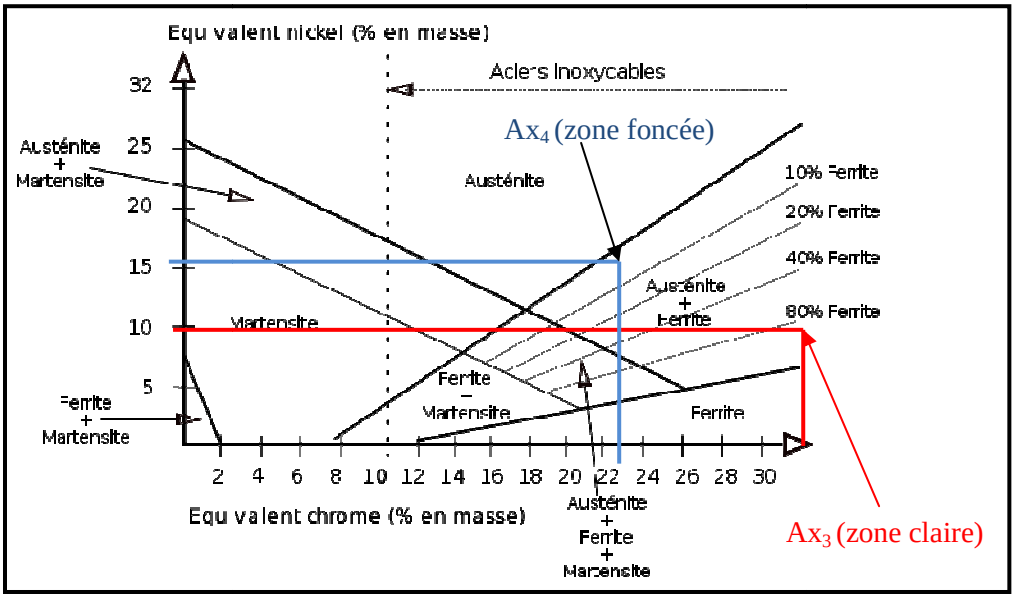


Figure 2 - 47. Diagramme de Schaeffler [Schaeffler, 49] et position des zones claires (ferrite) et foncées (austenite).

Pour le diagramme de Schaeffler, le calcul du nickel équivalent et du chrome équivalent sont effectués selon les formules suivantes [Schaeffler, 49]:

1. chrome équivalent : $(Cr)_{eq}$= (%Cr)+1,5(Si%)+(%Mo)+0,5(%Nb) ;
2. nickel équivalent : $(Ni)_{eq}$= (%Ni)+0,5(%Mn)+30(%C).

Après avoir analysé les oxydes et le matériau 316L, il est intéressant d'observer la morphologie générale des particules de poudre avec le M.E.B (Fig. 2-48). Certains espaces entre particules sont plus ou moins comblés par des débris de polissage, ce qui interdit d'ailleurs l'analyse d'image sur section polie comme moyen de mesurer la densité. La figure 2-49 montre une particule bipolaire qui a formé un contact avec trois particules et deux splats. Cependant, nous remarquons l'absence de contact avec trois autres splats. Les raisons de cette hétérogénéité de contact n'est pas évidente et reste à analyser mais pourrait s'expliquer par un effet de hasard de section. On note sur les photos MEB à fort grandissement que le taux de ferrite est assez hétérogène et plus fort sur les splats qui ont subi à l'atomisation une solidification très rapide (vitesse de refroidissement par conduction supérieure à 10^6 °C/s).

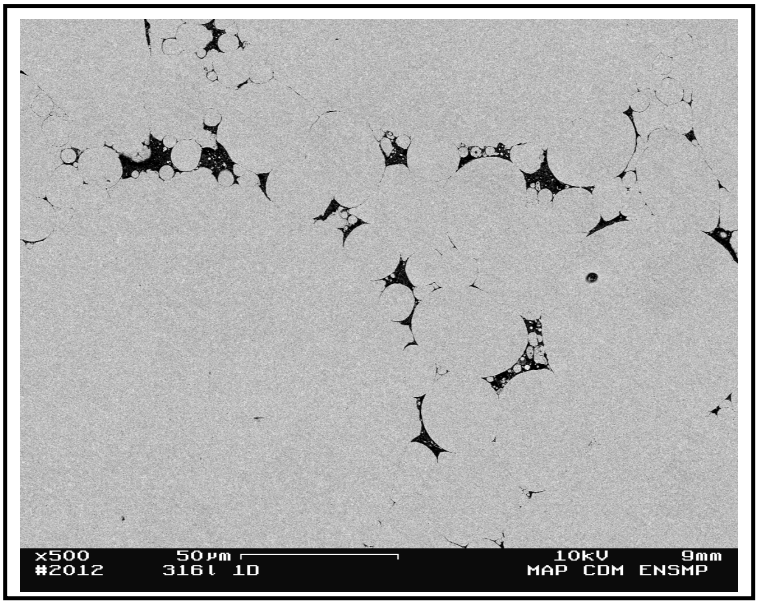


Figure 2 - 48. Observation de la morphologie générale avec le M.E.B. (échantillon extrait du lopin 1).

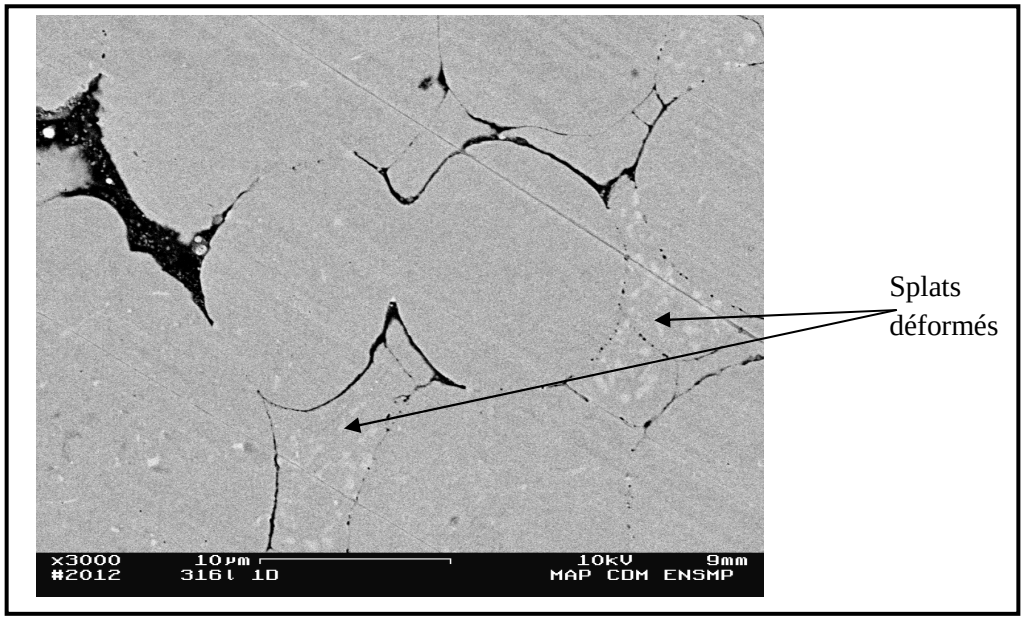


Figure 2 - 49. Observation de la morphologie générale avec le M.E.B. (échantillon extrait du lopin 1).

La figure 2-50 décrit le relief de pores internes de particules de poudre avec leur microstructure dendritique (héritage de la solidification). Soulignons finalement que les deux figures 2-51 et 2-52 montrent que les particules de poudre pénètrent dans l'outillage (cylindre et couvercle) en le déformant. Ceci est dû principalement à une dureté des particules supérieure à celle de l'outillage. A noter que l'alliage 316 est d'un niveau de gris différent de l'outillage (sans doute dû à la teneur en Mo de l'acier 316 alors que le 304 n'en contient pas).

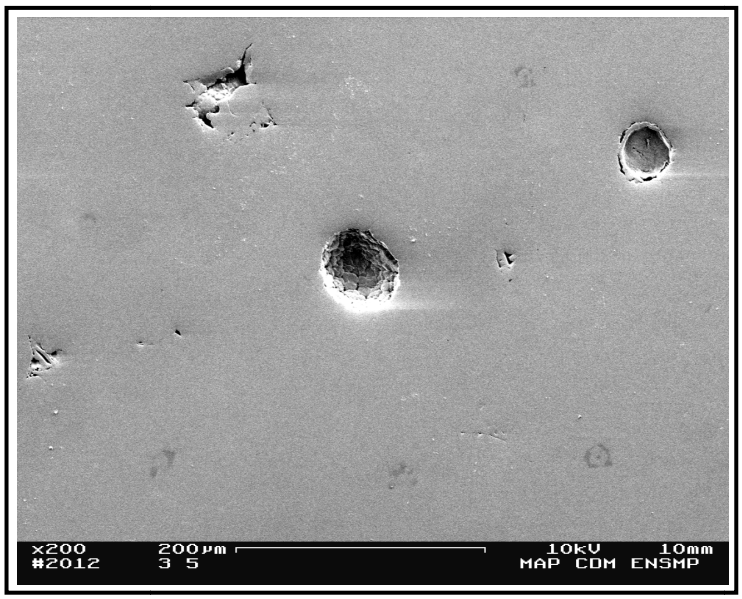


Figure 2 - 50. Relief d'une porosité interne observée avec le M.E.B. (échantillon extrait du lopin 3).

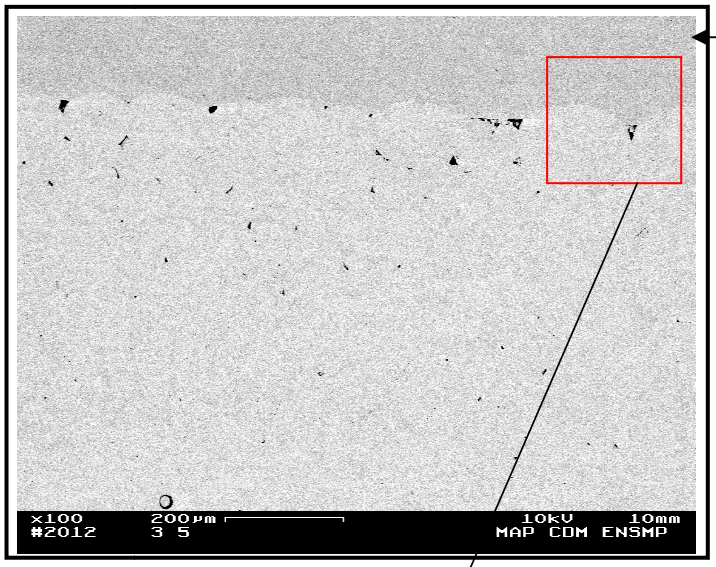
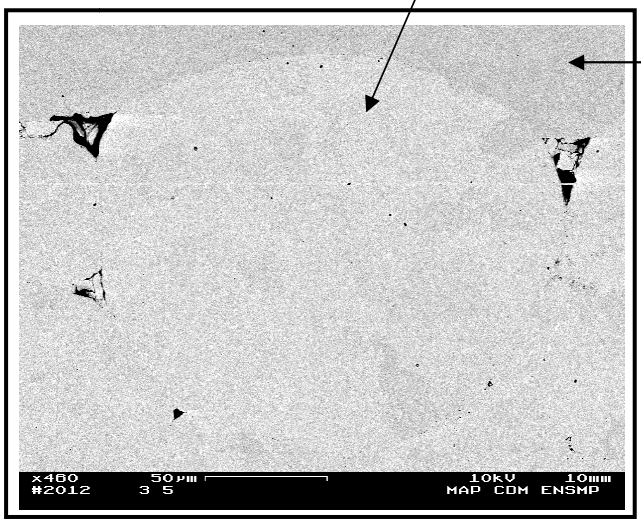


Figure 2 - 51. Observation de la morphologie générale des particules (M.E.B).



Outillages (paroi du conteneur)

Figure 2 - 52. Observation à l'échelle d'une particule de la microstructure (M.E.B).

5.3. Observation métallurgique des particules

Afin de révéler les joints des grains ainsi que la microstructure des particules de poudre, nous avons attaqué au moins un échantillon de chaque lopin avec un réactif dont la composition est : 6 ml HF (8,57%), 9 ml HNO3 (12,86%) et 55 ml H2O (78,57%) enrichie avec quelques gouttes d'acide fluorhydrique et avec un temps d'attaque de 10 à 12 minutes.

Les figures 2-53 à 2-55 montrent le passage d'une microstructure héritée de la solidification à une microstructure granulaire pour des échantillons à 88% et 97% de densification. Dans l'encadrement carré de la figure 2-53, on note une particule « gigogne » avec à l'intérieur une particule plus petite et sphérique (résultat d'une collision de particules à l'atomisation). On note aussi l'établissement de contacts interparticulaires par déformation avec un caractère hétérogène dû à des chemins préférentiels dans le massif de particules pour transmettre l'effort de compaction. La figure 2-54 montre l'existence d'une particule avec une forme de croissant qui peut être soit un splat, soit une particule avec porosité interne qui a subi une collision avec une autre particule plus grande pendant l'atomisation. Les figures 2-53 et 2-55 illustrent la persistance de cellules ou dendrites héritées de la solidification rapide et déjà des joints de grains avec une taille de grain moyenne en diamètre de l'ordre de 15 µm. Comme dans certaines observations MEB, les splats sont bien déformés. Des pores internes des particules sont bien identifiables dans le lopin 3. Ils ne sont plus visibles dans le lopin 4.

Finalement, concernant les lopins 0 et 4, plusieurs points essentiels ressortent de l'ensemble des observations effectuées:

- les décorations des anciennes limites de particules par des inclusions sont rares (plus rares que dans les trois autres lopins et présence peu fréquente d'inclusions de faibles tailles (<1µm)).
- La taille des grains métallurgiques est de l'ordre de 50 µm environ.
- Les pores internes disparaissent mais en dernier (effet de structure). Une fois ceux-ci fermés, des déformations par maclage apparaissent.
- Présence importante de macles (Fig. 2-56).
- Lopin totalement dense (ou presque pour le lopin 4).

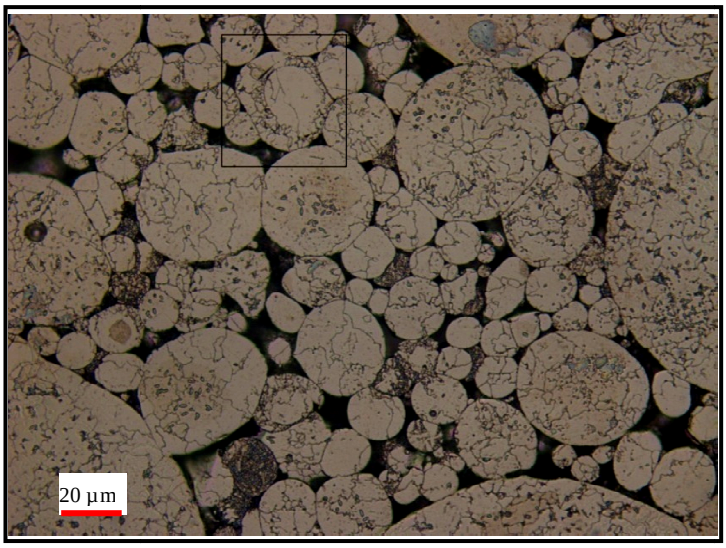


Figure 2 - 53. Observation de l'échantillon 1_2 attaqué (M.O).

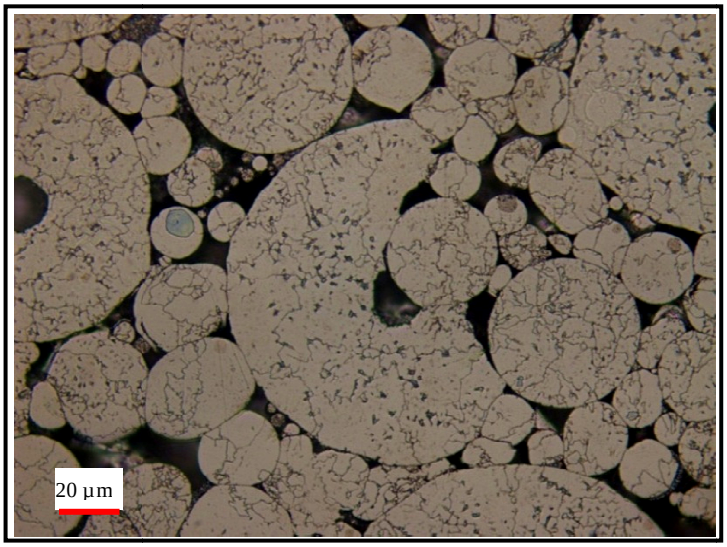


Figure 2 - 54. Observation de l'échantillon 1_2 attaqué (M.O).

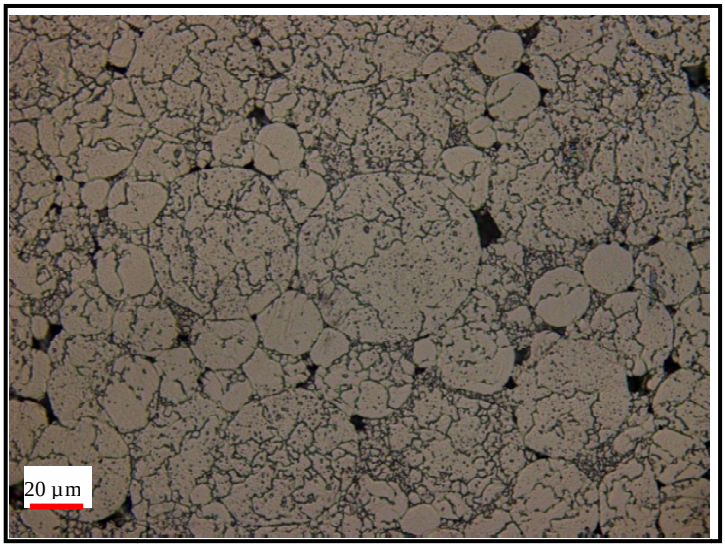


Figure 2 - 55. Observation de l'échantillon 3_2 attaqué (M.O).

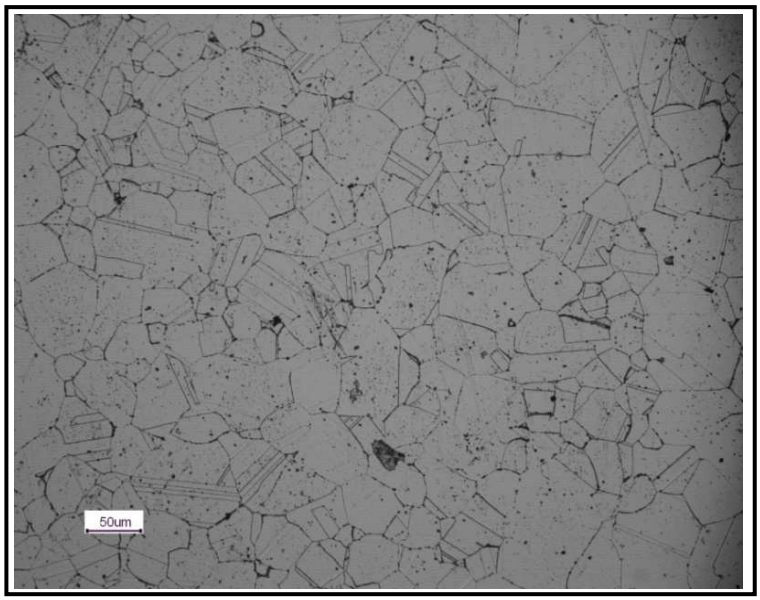


Figure 2 - 56. Observation de l'échantillon 0_1 attaqué (M.O).

5.4. Etude à la microsonde (Homogénéisation des particules au cours du cycle)

Le but de l'étude à la microsonde est de compléter ce qui a déjà été entrepris sur les échantillons issus des cycles interrompus (microanalyse X en mode e.d.s). Il ne s'agit plus d'analyser les inclusions d'oxyde, mais d'établir le degré d'homogénéité des produits de façon précise, ce qui est autorisé par le mode w.d.s (wavelength dispersive spectrometry) en référence à des standards de la microsonde Cameca SX 100. Nous avons effectué plusieurs cartographies sur des échantillons issus des lopins compactés. Les zones choisies sont des zones présentant une grosse particule et des fines. Les grosses étant plus susceptibles de présenter des hétérogénéités.

Par exemple, des traversées de 150 µm sur le lopin 3 et 200 µm sur le lopin 2 ont été réalisées. Elles traversent des particules présentant à la fois des zones homogènes et des zones hétérogènes. Les grains métallurgiques apparaissent en électrons rétrodiffusés. Les profils de concentration obtenus mettent en évidence des zones à composition plus constante (11% Nickel / 21% Chrome) que d'autres où les compositions en Chrome (Cr) et en Nickel (Ni) oscillent de 3 ou 4% massique, avec une certaine anti corrélation Cr–Ni (Fig. 2-57). Le Molybdène suit plutôt l'évolution du Chrome. Le Nickel évolue typiquement de 10 à 14% et le Chrome de 20 à 24%. Les incertitudes analytiques calculées à partir des statistiques des taux de comptage sont de 0,2 à 0,5%, donc les variations analysées sont bien significatives d'une structure duplexe austénite (majoritaire) / ferrite (cœurs de dendrite primaires de la solidification à l'atomisation, enrichis en Cr et Mo, appauvri en Ni, Mn). Nous observons des zones plutôt de structure alpha (fort Cr), ex dendrites primaires, et des zones plutôt gamma (fort Ni). Les oxydes sur les cartographies sont des inclusions inter-particulaires et de la pollution détectée dans les observations M.E.B. De plus, nous passons de détails hérités des dendrites à des zones plutôt ferritiques alternant avec des zones austénitiques majoritaires et à

un matériau homogène dans lequel on devine les grains métallurgiques en contraste électrons rétrodiffusés (BSE).

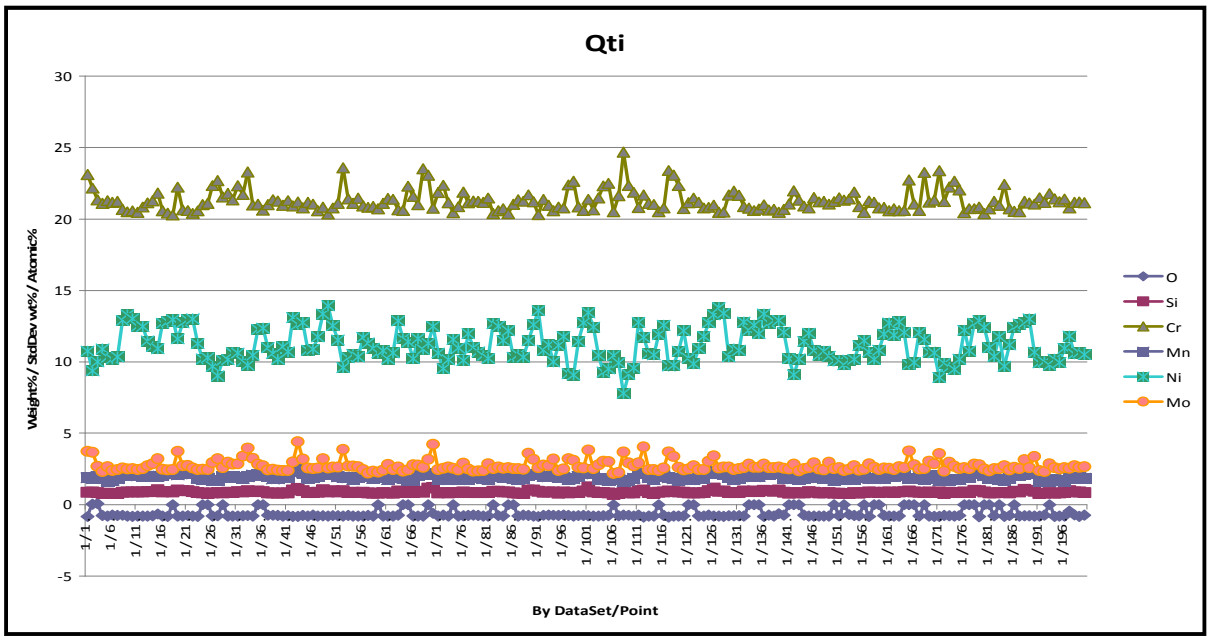


Figure 2 - 57. Profils de concentration sur 200 µm (1point/µm) le long d'une traversée d'un échantillon du lopin 2. Les teneurs sont exprimées en % massique (le fer n'est pas analysé mais sa teneur est de 63 ±1%).

5.5. Analyse EBSD, grains et particules

Des analyses EBSD ont été effectuées afin de révéler la microstructure des particules. Cela a permis de mettre en évidence plusieurs points très intéressants. Nous pouvons distinguer des grains ultrafins dans les splats fortement déformés entre des particules peu déformées [Lu, 87] (Fig. 2-58 et Fig. 2-59). Ceci va dans le sens d'une aptitude à la déformation viscoplastique à chaud et à une déformabilité supérieure à celle des particules « bien constituées ». Ainsi, la présence de splats à la surface des particules semble être un élément qui favorise la densification. Les particules à microstructure plus fine sont plus déformables. De plus, les pores intra-particulaires dans les très grosses particules sont généralement bordés par plusieurs grains. Le pore n'est pas systématiquement localisé au centre et il est possible de trouver plusieurs pores internes dans les grandes particules. Finalement, les analyses EBSD faites sur les échantillons issus des lopins 0 et 4 (densifiés) montrent que la plupart des grains présentent des macles (Fig. 2-60). Cet aspect microstructural est typique des métaux ayant une structure CFC avec une faible énergie de faute d'empilement [Couturier, 99].

Quant à la taille des grains (les macles n'étant pas prises en compte), nous remarquons une certaine hétérogénéité (facteur de trois à quatre) (Fig. 2-61). Ceci se remarque sur les analyses du lopin 4 et surtout du lopin 0. La figure 2-62 présente l'évolution de la taille des grains pour les différents lopins en fonction de la densité expérimentale mesurée. Les valeurs que nous présentons sont des mesures moyennes des tailles de grains en rayon équivalent. Nous remarquons une augmentation de la taille moyenne des grains en fonction du temps d'interruption. Ce phénomène s'explique simplement par l'activation d'une phase de

recristallisation [Burke et Turnbull, 52 ; Brook, 76 ; Besson, 90]. Généralement, lors des essais de CIC, la croissance des grains est fortement activée et elle dépend principalement de la pression appliquée, du temps de montée en *T* et *P* et du temps de palier. Nous remarquons, sur la figure 2-62, que les 3 derniers pourcents de densification s'accompagnent d'une évolution importante de la taille des grains. Cette évolution peut être principalement due à deux mécanismes qui sont la croissance des grains par capillarité et la recristallisation primaire.

Dans la littérature, si le mécanisme de croissance des grains par capillarité est le seul responsable de l'évolution de la taille des grains et si le matériau est assez pur sous l'effet des tensions de surface et des courbures, le rayon moyen des grains *R* suivra l'équation suivante : $R^2-R_0^2=constante*t$ [Burke et Turnbull, 52] avec R_0 le rayon moyen des grains à l'état initial. Pour étudier cette hypothèse, nous avons tracé l'évolution de $Log\ (R^2-R_0^2)$ en fonction de $Log\ (t)$ dans la figure 2-63. Cette analyse, bien que très basique par le modèle utilisé et le faible nombre de points expérimentaux à disposition, nous permet cependant d'essayer d'exhiber une étude qualitative du phénomène observé. Pour les trois premiers points (phase de montée), l'évolution semble en effet linéaire mais avec un coefficient directeur très largement supérieur à 1 et donc éloigné des hypothèses de Burke et Turnbull [Burke et Turnbull, 52] prédisant une puissance en temps égale à 1. Ce résultat semble donc conforter une phase de recristallisation primaire durant la montée en température et en pression. Concernant la phase de palier et en assumant l'idée d'une évolution linéaire entre les 2 points expérimentaux dont nous disposons, le coefficient directeur obtenu est de l'ordre de 1,2 ce qui semble conforter une phase de croissance sous l'effet des forces 'capillaires' durant cette étape.

Cette analyse, bien que très approximative semble être en adéquation avec la superposition des phénomènes physiques intervenant durant le procédé : une phase de déformation viscoplastique durant la montée responsable du déclenchement d'une étape de recristallisation primaire consommant l'énergie stockée suivi d'un plateau à haute température favorisant une étape de croissance par 'capillarité' une fois l'énergie stockée consommée. L'évolution de la taille des grains peut jouer un rôle très important dans la loi de comportement des particules surtout dans les derniers pourcentages de densification. De plus, la prédiction de l'évolution de la taille des grains durant le procédé, sujet d'étude en soi, aurait un intérêt industriel très fort vu qu'une des qualités incontestées de la MdP est justement le contrôle de la microstructure.

Si ces sujets n'ont pas été abordés dans nos développements numériques, il n'en reste pas moins que les outils numériques proposées dans cette thèse en terme de suivi d'interfaces (chapitre 3) sont couramment utilisés au Cemef pour la modélisation de la recristallisation primaire et de la croissance de grains par 'capillarité' [Bernacki et al., 08 ; Bernacki et al., 09 ; Resk et al., 09]. Ainsi, un couplage entre ces développement et ceux réalisés durant cette thèse s'avère être une perspective très intéressante.

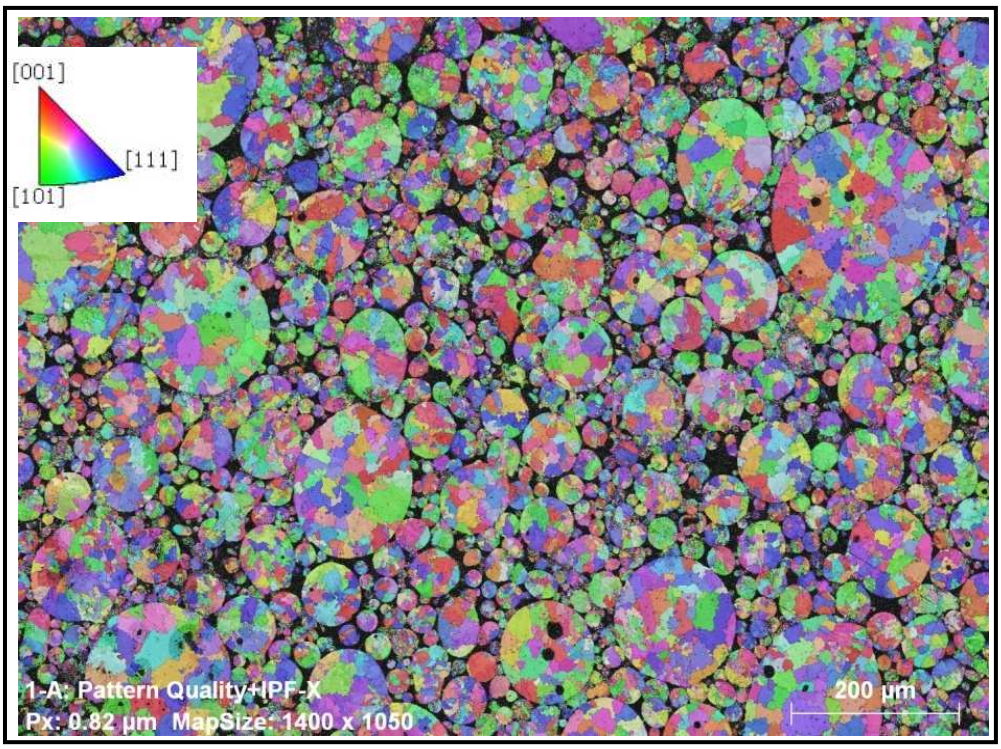


Figure 2 - 58. Analyse EBSD sur le lopin 1 (échantillon 1-3).

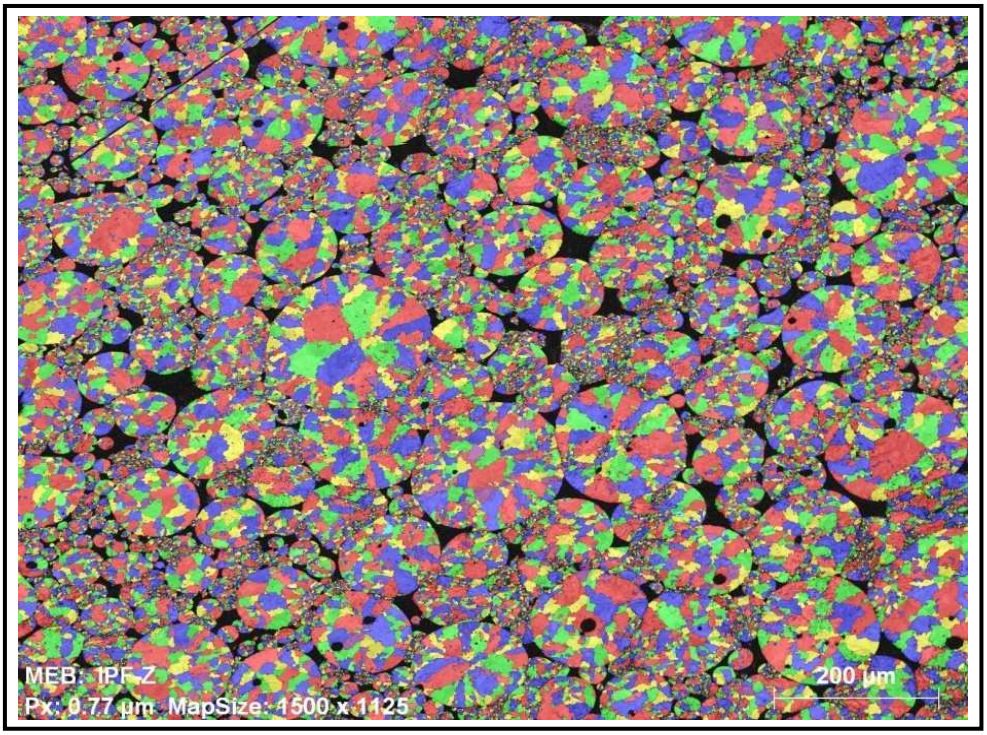
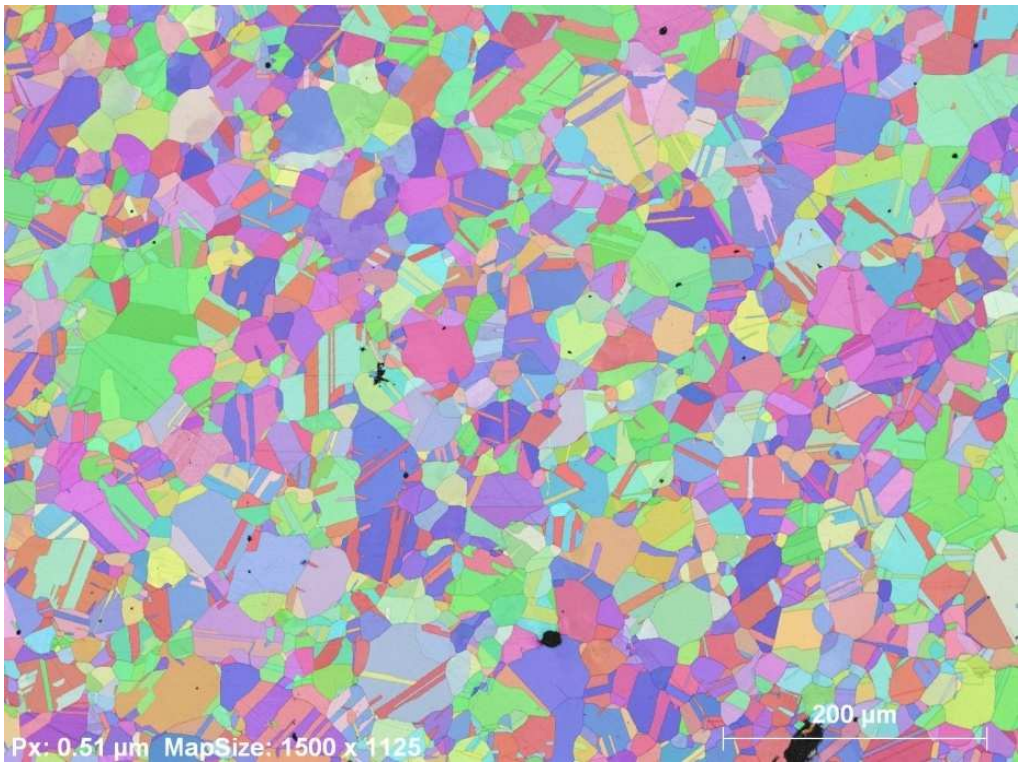
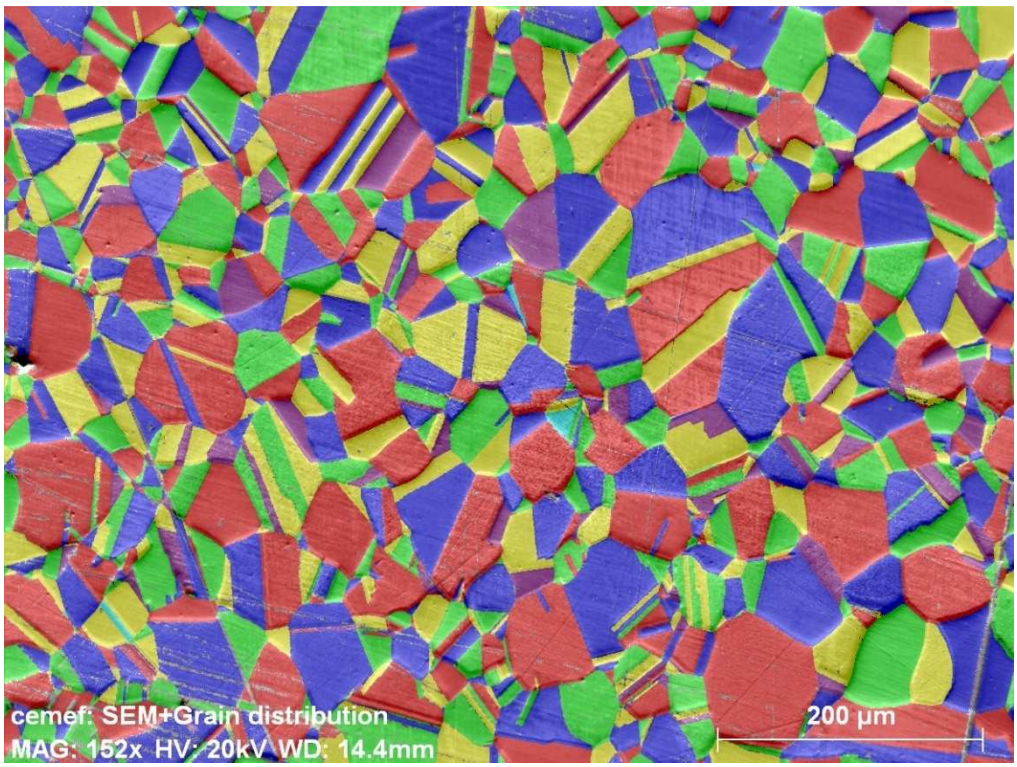


Figure 2 - 59. Analyse EBSD sur lopin 2 (échantillon 2-1).



(a)



(b)

Figure 2 - 60. Présence de macles détectées avec les analyses EBSD dans les échantillons issus (a) du lopin 4 (échantillon 4-2) et (b) du lopin 0 (échantillon 0-1).

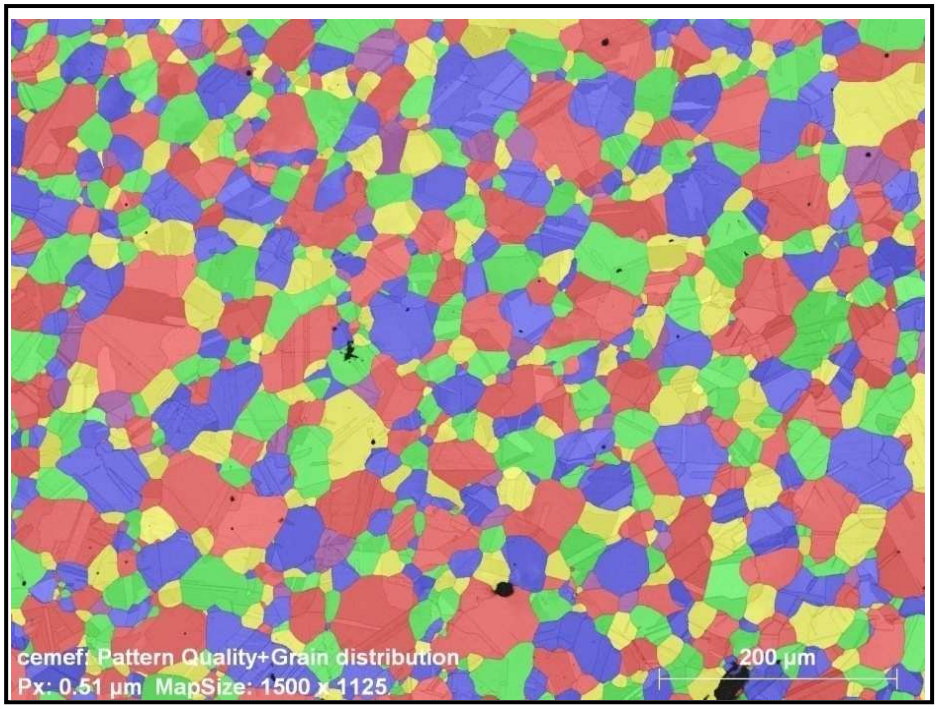
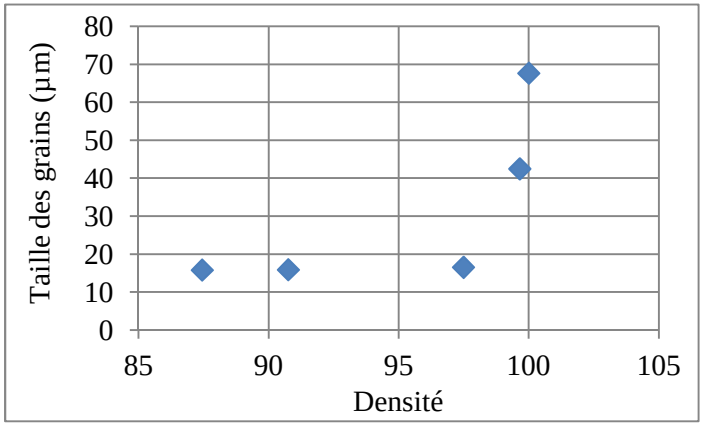


Figure 2 - 61. Analyse EBSD du lopin 4 après traitement avec le logiciel Esprit du CEMEF afin d'enlever les macles (échantillon 4-2).



Densité mesurée (%)	Lopins	Tailles des grains (µm)
87,4	1	15,7
90,7	2	15,8
97,4	3	16,5
99,6	4	42
100	0	68

Figure 2 - 62. Evolution de la taille des grains en rayon équivalent (moyenne sur le lopin) en fonction de la densité moyenne mesurée.

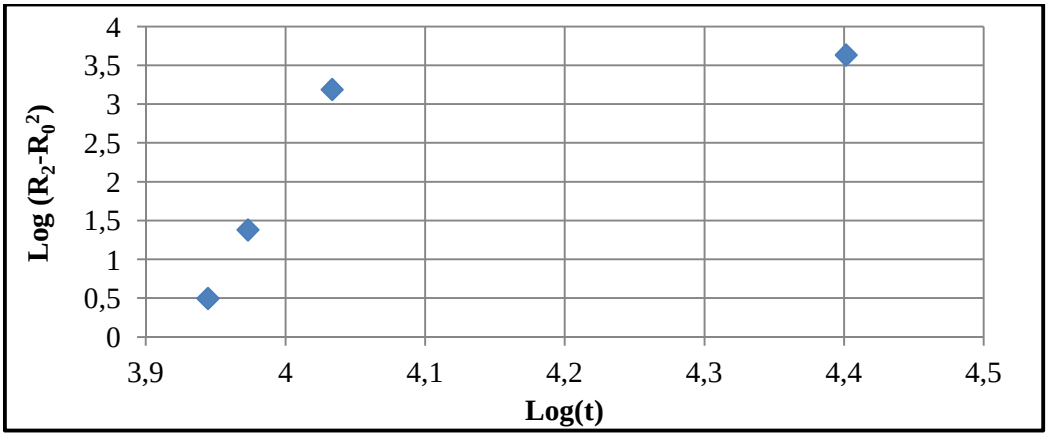


Figure 2 - 63. Evolution de *Log* $(R^2-R_0^2)$ en fonction de *Log (t)*.

6. Propriétés mécaniques

Dans ce paragraphe, nous présentons d'une manière succincte une synthèse des différents essais mécaniques réalisés à température ambiante. Bien que ce travail n'ait pas d'influence directe sur notre modèle numérique, il a permis d'étudier la poudre Hippée, de comparer les résultats obtenus avec ceux des matériaux forgés, mais aussi avec ceux de la littérature. Finalement, les résultats obtenus confirment les avantages du procédé CIC, présentés dans le chapitre 1 et représentent une base de données pour les prochains travaux s'inscrivant dans le cadre de cette étude.

6.1. Essai de micro-dureté

Afin d'analyser plus complètement les résultats expérimentaux, nous avons effectué des mesures de dureté (Fig. 2-64) à l'aide d'un microduromètre semi-automatique Buehler Micromet 5114 (0,5 g à 2 kg). Les essais de micro-dureté sont de type Vickers. Nous avons appliqué une charge de 0,1 kg avec un temps d'attente de 10 secondes. Afin d'obtenir des résultats significatifs, nous avons effectué les mesures de micro-dureté uniquement sur des grosses particules pour les lopins soumis à un cycle interrompu (Fig. 2-64), de façon à s'assurer que le volume de matière sous l'empreinte mesure au moins 3 fois la diagonale comme spécifié dans la norme de cet essai.

La figure 2-65 représente l'évolution de la dureté des particules en fonction de la densité mesurée des différents lopins. Pour tracer cette figure, 45 mesures de micro-dureté ont été effectuées sur chaque lopin (15 par échantillon). La dureté diminue lorsque la densification augmente. Bien que la dispersion de ce type de résultats soit de 10 à 20 indices Vickers, la décroissance avec le temps passé par la matière à haute température semble significative. Plusieurs raisons peuvent expliquer cette tendance, à savoir :

- lorsque la taille de grain augmente (Fig. 2-66), la dureté diminue.
- Lorsque l'homogénéisation augmente, la dureté diminue.

Dans la littérature, plusieurs travaux proposent des modèles pour lier les propriétés mécaniques à la taille des grains dont notamment la relation de Hall-Petch [Kashyap et Tangri, 95 ; Singh et al., 01]. Cette dernière souligne une évolution proportionnelle entre la contrainte d'écoulement (ou la dureté) et l'inverse de la racine carrée de la taille des grains. Ainsi, nous pouvons constater, en comparant l'évolution des courbes 2-62 et 2-65, une corrélation entre l'évolution de la dureté et de la taille des grains : les deux courbes sont constantes jusqu'à 97% de densification, instant à partir duquel les deux paramètres subissent une évolution très importante. La figure 2-66 présente l'évolution de la dureté en fonction de la taille des grains. Elle permet de confirmer la dépendance entre ces deux paramètres et le rôle important de la taille des grains sur les propriétés mécaniques des pièces [Kashyap et Tangri, 95 ; Singh et al., 01]. Dans la littérature, plusieurs travaux ont essayé d'identifier une loi de Hall-Petch pour des aciers inoxydables 316L. Les valeurs obtenues dépendent fortement de la taille des particules, la composition chimique du matériau et de la température de déformation [Kashyap et Tangri, 95 ; Singh et al., 02 ; Louchet et al., 06]. Par exemple,

pour un matériau 316L et pour une loi de Hall-petch de la forme $\sigma = \sigma_0 + \frac{k_H}{\sqrt{d}}$ et T=25°C, Singh [Singh et al., 02] a identifié que k_H est égal à 625 (MPa.µm$^{1/2}$) alors que Kashyap [Kashyap et Tangri, 95] a mesuré une valeur égale à 310 (MPa.µm$^{1/2}$). Ainsi, pour notre cas d'étude, nous nous limitons seulement à la présentation des résultats obtenus concernant la loi de Hall-Petch. Les cinq points expérimentaux obtenus suivent une loi de Hall-Petch de la forme $H_v = 149 + \frac{244}{\sqrt{d}}$.

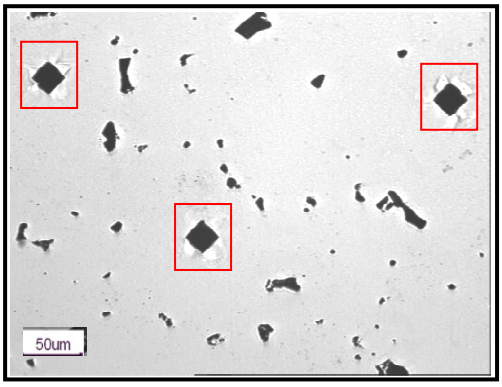


Figure 2 - 64. Losanges obtenus suites aux essais de dureté des particules de poudres.

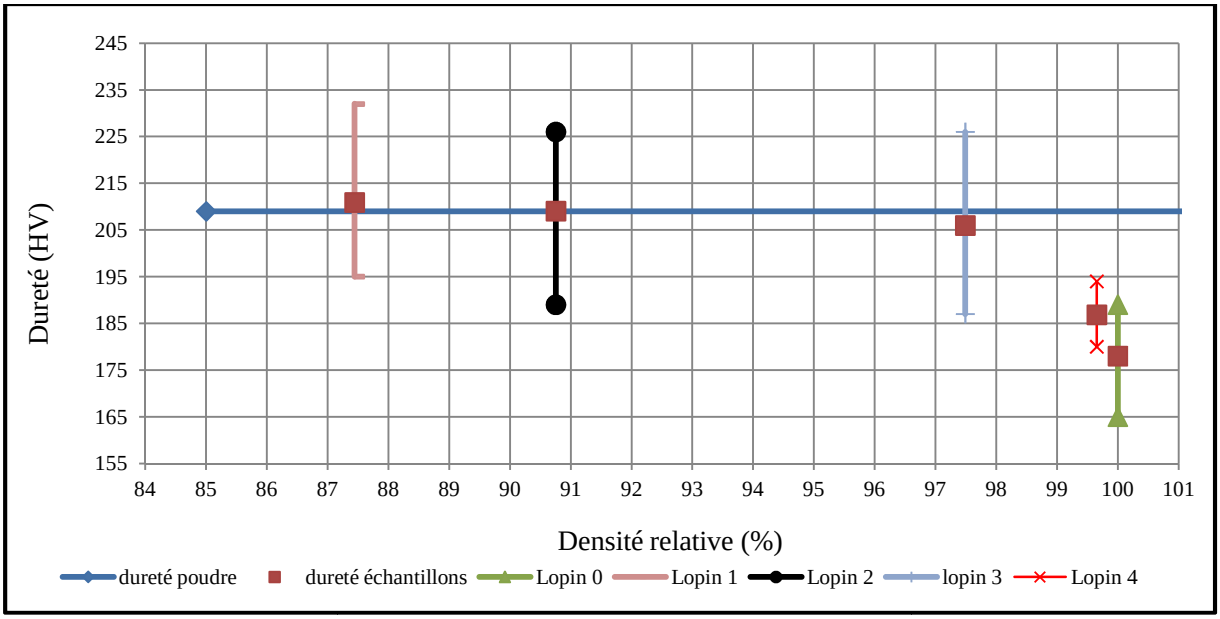


Figure 2 - 65. Résultats des essais de micro-dureté sur les 4 lopins en fonction de la densité relative moyenne issue du travail expérimental.

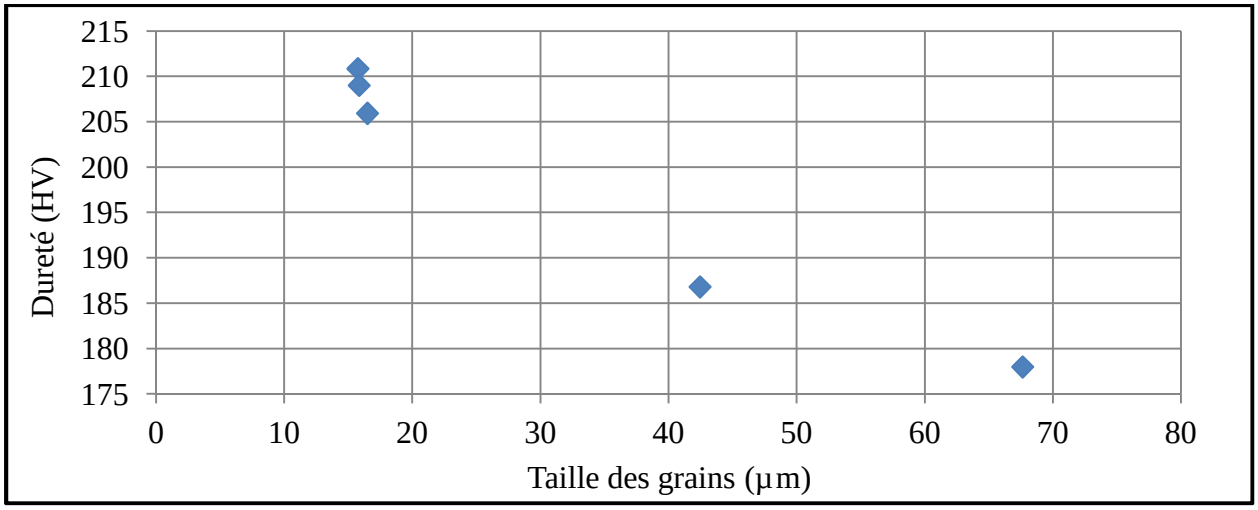


Figure 2 - 66. Evolution de la dureté en fonction de la taille des grains.

6.2. Essai de traction

La géométrie des éprouvettes utilisées (Fig. 2.67), les conditions générales et les résultats des essais de traction sont décrits dans cette section. Les essais de traction sont conduits à température ambiante. On impose une vitesse de déplacement à la traverse inférieure, le mors supérieur restant fixe. La vitesse nominale de déformation de déplacement imposée est de 4.10^{-4} m.s^{-1}.

Le tableau 2-8 présente la contrainte maximale conventionnelle (R_m), l'allongement à la rupture ($A\%$), le module de Young (E) et la limite élastique ($R_{0.2\%}$). Nous remarquons que, par rapport aux spécifications nucléaires de l'acier 316 regroupées dans les Règles de Conception et de Construction des matériaux Nucléaires (RCC-M) (Tab. 2-8), les caractéristiques en traction des pièces hippées sont satisfaisantes. Les valeurs mesurées sont très proches de la moyenne observée pour la même nuance réalisée par fonderie et très proches également des résultats obtenus par Couturier [Couturier, 99]. Nous présentons dans la figure 2-68 deux courbes contrainte-déformation obtenues pour une éprouvette issue du lopin 4 et lopin 0. Nous remarquons que les propriétés mécaniques du lopin 4 sont meilleures que celles du lopin 0. Ceci est du principalement à la taille des grains (Hall-Petch). Ces résultats sont intéressants car pourraient être sources de critiques vis-à-vis du rôle du palier sur les pièces soumises à un cycle CIC surtout lorsqu'une densification complète est atteinte avant le début du palier. Cette tendance restant cependant à être confirmé par d'autres essais.

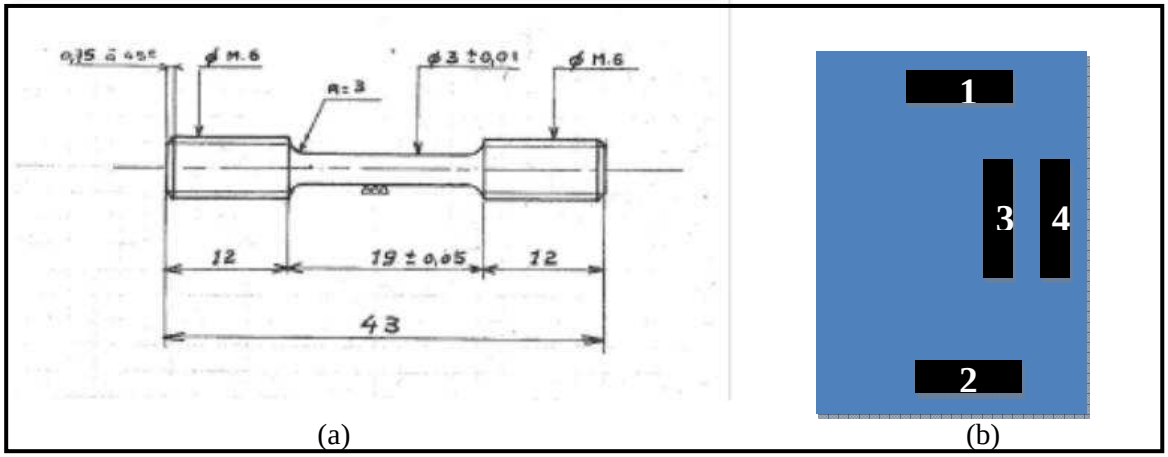


Figure 2 - 67. (a) Plan des éprouvettes des essais de traction et (b) emplacement des échantillons soumis aux essais de traction.

		R_m (MPa)	$A\%$	E (GPa)	$R_{0.2\%}$(MPa)
Lopin n°0	Moyenne	629	49,5	203,5	266,7
	Ecart type	9,4	0,87	17,6	14,7
Lopin n°4	Moyenne	651	50,45	204	309
	Ecart type	3,2	0,35	14,7	2,3
Couturier	Moyenne	625	59		280
RCCM 93+96	Moyenne	>520	>45		>220

Tableau 2 - 8. Evolution des propriétés mécaniques du matériau complètement densifié.

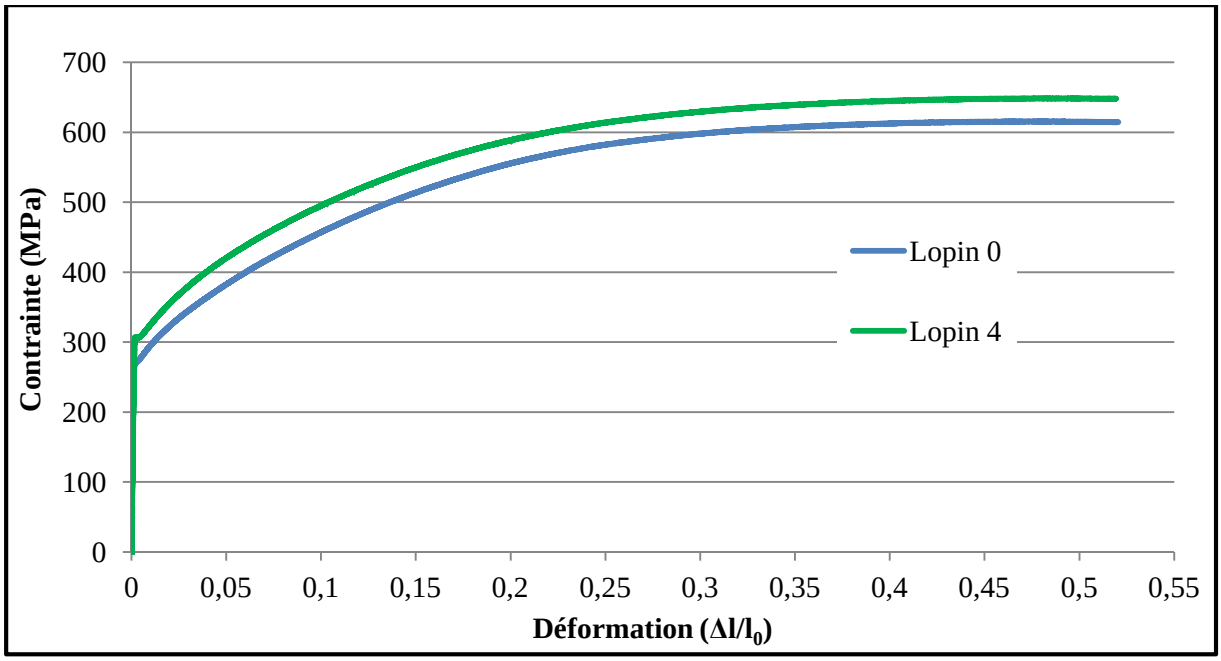


Figure 2 - 68. Courbes de contrainte-déformation pour deux éprouvettes issues du lopin 0 et 4.

7. Synthèse

Cinq lopins ont été élaborés par Compression Isostatique à Chaud à partir d'une poudre d'acier inoxydable 316L atomisée au gaz. Des échantillons issus de ces lopins ont été étudiés. Dans cette étude, des observations en M.O et avec un M.E.B ont été effectuées. De plus, l'évolution des propriétés macroscopiques et microscopiques durant la densification ont été analysées.

Concernant, la partie modélisation macroscopique et détermination des temps d'interruption, nous avons présenté la synthèse de ce travail dans la section 3.4 de ce chapitre. Cependant, de nombreuses conclusions ressortent de l'ensemble du travail de caractérisation et étude des propriétés de pièces compactées, à savoir :

- la poudre est en très grande majorité constituée de particules sphériques.
- Des inclusions d'oxydes riches en Si, Mn, Cr, Mo et rarement en Al ont été identifiées. Les inclusions sont rares et sont alignées le long des contacts entre particules. Elles semblent régresser entre les lopins 3 et 4 (entre 1000 et 1100°C). Leur dimension est au plus du micron et plus généralement de l'ordre du dixième du micron. Aucun sulfure n'est à noter. Ces éléments montrent une amélioration importante sur le plan de la propreté inclusionnaire par rapport au matériau étudié par Couturier [Couturier, 99].
- La présence de splats à la surface des particules est un élément qui favorise la densification, ces particules à microstructure plus fine étant plus déformables.
- La présence de ferrite dans la microstructure. Elle provient généralement des premiers instants de la solidification et s'homogénéise au cours de la densification.
- On observe une croissance prononcée de la taille des grains en fin de compaction (les derniers 5% de porosité), ce qui contribue à la baisse de la dureté.
- La microstructure initiale des particules atomisées peut être identifiée surtout sur les lopins 1 et 2.
- Au sein d'un même lopin, la densité n'est pas homogène.
- Au cours de la compaction, la vitesse de densification n'est pas homogène.
- La densité est correctement prédite en moyenne par les calculs macroscopiques réalisés.
- Les bons résultats des essais de traction encouragent à faire des essais de fatigue et de résilience sur les lopins denses. Une première série d'essais réalisée par le CEA-Liten avec une même géométrie d'éprouvettes que lors des essais précédents confirme le haut niveau de valeurs à température ambiante. Il conviendra de confirmer à plus basse température pour la résilience et à plus haute température pour la fatigue.

Au vu de l'ensemble de ces nombreux résultats, il apparaît que nous possédons de nombreuses informations expérimentales utiles pour la validation du travail numérique à l'échelle mésoscopique, dont le formalisme est décrit dans le chapitre suivant.

Chapitre III

Modèle numérique pour la phase de compaction de poudre

1. Introduction 105

2. Approche mécanique 105

2.1. Volume Elémentaire Représentatif modélisé 106

2.2. Equations générales de la mécanique et lois de comportement 107

2.3. Conditions aux limites 109

3. Approche numérique 112

3.1. Méthode Level-set 112

3.2. Lois de mélange 115

3.3. Adaptation de maillage 116

4. Formulation du problème 118

4.1. Formulation forte 118

4.2. Formulation faible 119

4.3. Formulation discrète 120

4.4. Identification des unités de calcul 121

4.5. Schéma global utilisé 121

5. Modélisation de la compaction avec comportement newtonien 122

5.1. Résolution de type Stokes incompressible 122

5.1.1. Cas tests 122

5.1.2. Influence des paramètres numériques et mécaniques 124

5.2. Résolution de type Stokes compressible 127

5.3. Synthèse 130

6. Génération et compaction de poudre polydisperse 131

6.1. Génération de granulométrie réelle 131

6.2. Compaction d'un ensemble de particules polydisperse 134

6.3. Méthode de coloration de graphe 135

7. Compaction d'un VER 2D avec comportement viscoplastique de type puissance . 138

7.1. VER carré 139

7.2. VER circulaire 141

7.2.1. Granulométrie simple 141

7.2.2. Granulométrie réelle utilisée en 2D 149

8. Conclusion 156

1. Introduction

Les résultats des approches macroscopiques (précédemment présentées dans la section 3 du chapitre 2) sont réalistes surtout en ce qui concerne la prédiction de la géométrie après CIC et la description de l'hétérogénéité macroscopique de la pression, de la température et de la densité. Cependant, une modélisation à cette échelle ne peut prendre en compte les hétérogénéités locales mésoscopiques et ne peut donner accès aux évolutions microstructurales. Ces hétérogénéités résultent principalement des caractéristiques microstructurales du matériau pulvérulent, qui elles-mêmes sont la conséquence des multiples phénomènes microstructuraux qui se produisent pendant la compaction. En effet, les poudres présentent généralement un spectre granulométrique large et la forme des particules est souvent complexe. De plus, les conditions aux limites appliquées à différents niveaux du lopin sont généralement différentes (différence par exemple entre le cœur et les régions les plus périphériques du lopin, section 4 du chapitre 2). D'autre part, la présence du conteneur peut engendrer la présence de contraintes rendant les sollicitations réellement triaxiales et non parfaitement isostatiques.

Prévoir le comportement de la poudre à l'échelle d'un volume élémentaire représentatif représente un atout incontournable pour la fabrication de pièces haut de gamme. Ceci permettrait en effet de prévoir les zones d'hétérogénéité au niveau de la pièce et leur influence sur le comportement local et global. D'où la nécessité d'une modélisation à l'échelle d'un VER. Le potentiel de cette méthode pour décrire des phénomènes complexes mésoscopiques est très important : modélisation de la granulométrie réelle avec comportement réaliste, conditions aux limites dépendantes de la position du VER et suivi de la déformation des particules jusqu'à densification. Ainsi, l'objectif de ce chapitre est de décrire les développements réalisés pour la construction d'un modèle de compaction viscoplastique à chaud d'une poudre métallique réelle à l'échelle d'un VER.

Nous présenterons, dans la deuxième partie de ce chapitre, les équations du problème mécanique ainsi que les lois de comportement adoptées et les conditions aux limites appliquées. Les troisième et quatrième parties seront consacrées à la présentation de l'approche numérique retenue et à la formulation générale du problème. Enfin, les dernières parties de ce chapitre seront dédiées à la présentation et la discussion des résultats 2D obtenus.

2. Approche mécanique

Une modélisation numérique avec la méthode des éléments finis nécessite en général une définition des sous-domaines et du VER à modéliser, des données d'entrée et du comportement mécanique associé à chaque sous-domaine. De ce fait, cette deuxième partie du chapitre présentera l'approche mécanique développée pour la modélisation d'un VER de poudre soumis au mécanisme de déformation viscoplastique à chaud pendant un cycle CIC.

2.1. Volume Elémentaire Représentatif modélisé

Comme présenté dans la partie 6-2 du chapitre 1, si les méthodes de type DEM ou FEM-DEM avec une description explicite des particules permettent aujourd'hui de modéliser la déformation d'un VER de poudre, elles restent limitées pour les premières par les lois de contact entre particules qui sont forcément simplifiées et pour les deuxièmes par le coût d'une approche massivement multi-domaines d'autant plus lorsque la granulométrie de la poudre est très dispersée et donc nécessite une adaptation de maillage très différente d'une particule à l'autre.

Différents arguments nous ont conduits à considérer une nouvelle approche basée sur une description implicite des interfaces des particules par immersion dans un maillage EF et la construction des fonctions distances aux interfaces. Tout d'abord cette approche a déjà fait ses preuves pour la résolution de nombreux problèmes multi-domaines en mécanique du solide [Bruchon et al., 09], en métallurgie [Bernacki et al., 08], pour les matériaux semi-solide ou la solidification [Hamide et al., 08] et plus généralement pour des problèmes de type interaction fluide-structure [Hachem et al., 10]. Un deuxième argument réside dans l'élaboration récente d'un algorithme de génération de poudre dans un formalisme level-set permettant de respecter précisément une granulométrie donnée tout en atteignant de hautes densités en 2D et 3D [Hitti, 11 ; Hitti et al., 11 ; Hitti et Bernacki, 12]. Enfin, le dernier des arguments, mais non la moindre, réside dans le développement récent d'une approche immersive dans un cadre level-set pour la modélisation du frittage [Bruchon et al., 09]. La perspective de coupler nos développements à ceux réalisés selon le même formalisme pour le frittage est une perspective très motivante.

Par ailleurs, bien que les méthodes lagrangiennes soient généralement utilisées dans le cadre des grandes déformations, elles sont inutilisables dans le formalisme privilégié. En effet, le milieu inter-particulaire étant maillé et pris en compte dans la résolution, son suivi dans un cadre lagrangien au bord du domaine entrainerait une dégénérescence rapide du maillage EF considéré. Nous avons donc privilégié une approche eulérienne.

Finalement, comme illustré par la figure 3-1, nos VERs (choisis carré ou circulaire en 2D et cubique en 3D) sont composés de particules de poudre circulaires en 2D (sphériques en 3D), d'outils de compression rigides fictifs (noté ME comme milieu environnant) dont la fonction est d'appliquer les conditions aux limites et d'un milieu inter-particulaire (MI) représentant le milieu séparant les particules (vide ou quasi vide) dans le conteneur. L'ensemble de ces phases étant immergées dans un maillage EF ad-hoc.

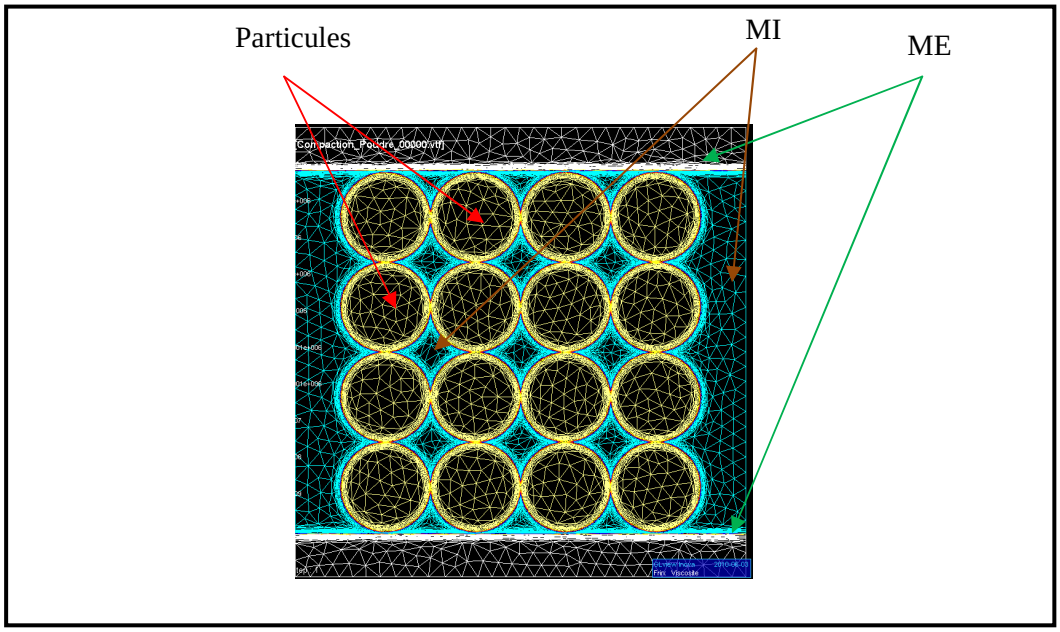


Figure 3 - 1. Présentation des sous domaines d'un VER en 2D.

2.2. Equations générales de la mécanique et lois de comportement

Pour commencer, il faut noter que le modèle mécanique est gouverné par l'équation fondamentale de la dynamique et par l'équation de conservation de la masse, à savoir :

$$\rho \frac{\partial v}{\partial t} = \nabla \cdot \sigma + \rho g, \tag{3-1}$$

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho v) = 0, \tag{3-2}$$

où t désigne le temps, v la vitesse, σ le tenseur des contraintes, ρ la masse volumique et g l'accélération gravitationnelle. Dans le cadre de ce travail, les forces de gravité et les effets d'inertie sont négligés, ce qui est parfaitement justifié dans le contexte de la CIC.

La précision de la modélisation numérique dépend largement de la rigueur portée au respect des propriétés thermomécaniques des matériaux sujets de l'étude et ceci sur une large gamme de température car la géométrie finale est très influencée par la densification qui se déroule au cours de la montée en température et en pression. C'est pourquoi, la connaissance de la loi de comportement du matériau des particules de poudre est essentielle pour modéliser correctement leur déformation au cours du procédé.

Comme détaillé dans le chapitre 2, le matériau retenu dans cette étude est un acier inoxydable 316L. Cet acier appartient à la famille des aciers inoxydables austénitiques caractérisés par leurs propriétés mécaniques à haute température avec une très bonne résistance à la corrosion ainsi qu'à l'oxydation. Afin de modéliser le comportement des particules de poudre pendant un procédé CIC, il est légitime de considérer un modèle de

comportement purement viscoplastique [Wilkinson et Ashby, 75] bien que certains auteurs [Gillia et al., 07] préfèrent compléter le modèle viscoplastique avec une composante élastique de manière à mieux modéliser le début de la compaction. Dans le cadre de ce travail, nous restreignons l'étude au cas du comportement viscoplastique pur. La modélisation du mécanisme de déformation viscoplastique des particules est basée sur une loi de type puissance déjà donnée par l'équation (2-7) et rappelée ici par l'équation (3-3) [Wilkinson et Ashby, 75 ; Arzt, 83 ; Helle et al., 85]. Cette loi traduit la relation entre le déviateur des contraintes S et la vitesse v (par l'intermédiaire du tenseur vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}(v)$). De plus, la condition d'incompressibilité du métal est traduite par l'équation (3-4).

$$S = 2K(\sqrt{3}\dot{\bar{\varepsilon}})^{m-1}\dot{\varepsilon} \quad . \tag{3-3}$$

$$\nabla \cdot v = 0 \quad . \tag{3-4}$$

Dans la première expression, $\dot{\bar{\varepsilon}}$, K et m représentent respectivement, la vitesse de déformation équivalente, la consistance du matériau et la sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation. Ces deux derniers paramètres dépendent de la température et représentent le sujet de plusieurs travaux de recherche pour la nuance d'acier en question [Bouaziz, 97 ; Kim et Jeon, 98 ; Kumar et al., 10].

Comme expliqué dans le chapitre 2, l'intérieur du conteneur est mis sous vide. Ainsi, un milieu fluide quasi-vide remplit l'espace entre les particules de poudre à l'intérieur du conteneur. Le volume de ce fluide diminue au cours de la densification. A la fin ou peu après la fin de la montée en température et en pression du cycle CIC, il disparaît ce qui correspond à la pleine densification de la poudre. Ainsi, afin d'être représentatif de son comportement réel, nous lui attribuons le comportement d'un fluide newtonien compressible, à savoir :

$$S = 2\eta dev(\dot{\varepsilon}) \ , \tag{3-5}$$

$$\nabla \cdot v + C_k \dot{p} = 0 \quad , \tag{3-6}$$

avec η la viscosité dynamique, C_k le coefficient de compressibilité et $\dot{p} = \frac{dp}{dt}$ avec p la pression.

Comme discuté dans le chapitre 2, la base de données retenue pour la détermination des temps d'interruption des essais interrompus est la base de données du CEA reposant sur un comportement élasto-viscoplastique. Malheureusement, pour des raisons de confidentialité, nous n'y avons pas eu accès durant cette thèse. Ainsi, nos simulations ont été réalisées en utilisant la base de données issue des travaux expérimentaux de Bouaziz [Bouaziz, 97 ; Jeon et Kim, 99], cette base de donnée étant malheureusement incomplète aux faibles températures.

Cette remarque n'est pas rédhibitoire dans le sens ou pour les cas concrets de comparaison entre nos simulations réalisées à l'échelle mésoscopique et les résultats expérimentaux des essais interrompus décrits au chapitre précédent, nous ne nous sommes pas intéressés aux premiers instants de la compaction synonymes de faible évolution de la densité. Cependant, un moyen simple d'améliorer le formalisme utilisé, pourrait consister à revisiter les essais interrompus réalisés au CEA avec un modèle d'Abouaf purement visqueux. La modification

des données d'entrée de nos simulations ne concernerait alors que l'évolution des paramètres *K* et *m* du matériau. Il s'agit d'une perspective à court terme de ces travaux.

Les données du matériau que nous possédons correspondent à la définition des valeurs des coefficients *A* et *n* de la loi de fluage monodimensionelle de Norton (Eq. 3-7).

$$\dot{\varepsilon} = A(T)\sigma^{n(T)} \quad , \tag{3-7}$$

où *A* et *n* sont des paramètres du matériau dépendants de la température.

Etant donné que la librairie CimLib, logiciel dans lequel nous avons implémenté notre modèle et qui sera présenté dans la section 3 de ce chapitre, décrit la loi de type puissance à l'aide de l'équation (3-3), nous avons déduit alors les valeurs de *K* et *m* à partir des valeurs expérimentales de *A* et *n* (Fig. 2-9 du chapitre 2), au moyen des relations données par les équations (2-10) et (2-11). Les paramètres ainsi déduits sont tracés en fonction de la température à la figure 3-2.

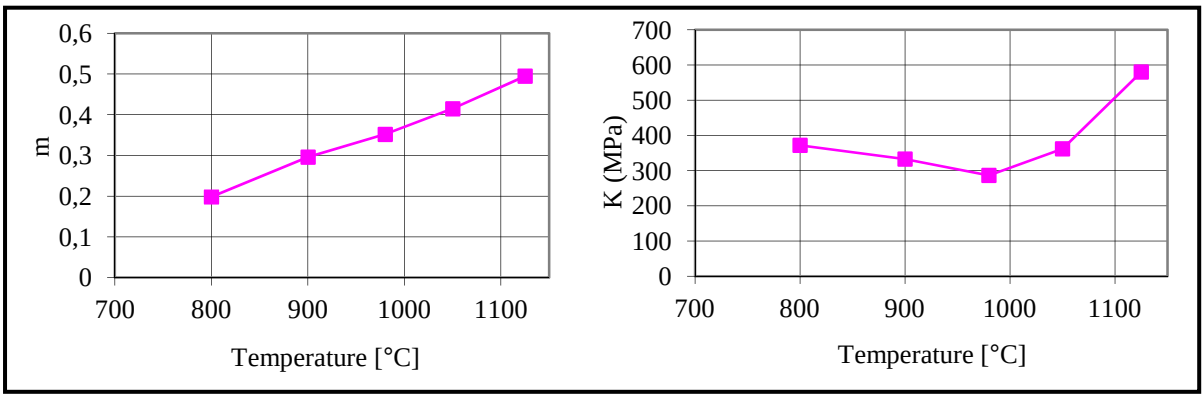


Figure 3 - 2. Présentation des paramètres m et K pour un acier 316L.

2.3. Conditions aux limites

Dans ce travail, trois types de conditions aux limites (CL) ont été testés et imposés au niveau des outils fictifs afin de les appliquer sur l'ensemble particules-MI :

Dans une première approche, nous avons appliqué des vitesses de compression constantes sur deux MEs (Fig. 3-3.a) et laissé les deux autres bords libres. La raison pour laquelle nous avons utilisé ce type de CL réside dans la facilité de validation des simulations numériques vu que les MEs se déplacent avec une translation verticale fonction des vitesses imposées et du pas de temps. D'autre part, suite à la détermination des conditions limites macroscopiques en vitesses imposées sur des VERs mésoscopiques, des CLs en vitesses de compression variables en fonction du temps peuvent être imposées (Chapitre 4). Cette approche sous-entend également la prise en compte d'un caractère non déformable pour les outils fictifs.

Dans une deuxième approche, et afin d'imposer des conditions aux limites plus réalistes, des CLs en contraintes normales ont été appliquées (Fig. 3-3.c). A noter que les contraintes ont été appliquées de manière faible dans la formulation du problème mécanique. Les difficultés

rencontrées avec ce type de CL sont le pilotage des MEs en cas d'éventuel contact ME-ME suite à la déformation du VER (ce problème sera présenté dans la section 7.1 de ce chapitre) mais aussi la bonne gestion des contacts particules-ME. En effet, le ME doit être suffisamment rigide afin d'éviter une éventuelle déformation non réaliste de celui-ci au contact des particules tout en gardant une discontinuité de comportement ME/MI/Particules raisonnable pour la résolution EF.

Dans une dernière approche, afin d'évaluer au mieux les résultats obtenus en 2D tout en limitant les effets de bord, nous avons appliqué des conditions limites en pression (Fig. 3-3.b) sur un VER de forme circulaire (section 7.2 de ce chapitre). L'inconvénient de ce type de CL est que la pression est appliquée sur le bord du domaine d'où la nécessité de paramétrer une relation entre pression appliquée au bord du domaine et la pression que l'on souhaite appliquer sur les particules.

Pour résumer, le choix d'appliquer des CLs en vitesses, pression ou contraintes normales dépendra principalement des résultats obtenus au niveau de capteurs placés dans les calculs réalisés à l'échelle macroscopique. Dans ce qui suit, nous présenterons des cas de modélisation pour chacune des approches tout en mettant en évidence leurs points positifs et négatifs.

Une des perspectives concernant l'imposition des CLs réside dans l'amélioration de notre formalisme afin de pouvoir imposer des contraintes tangentielles. Cette limitation n'a pu être abordée dans le cadre de ce travail. Il est également important de préciser qu'aucun développement particulier n'a été réalisé concernant les zones de contact particule/particule ou particule/ME. Notre formalisme sous-entendant implicitement la continuité de la vitesse sur l'ensemble du domaine et donc des différentes phases. Ainsi, les contacts sont de type parfaitement collant et aucun glissement ou frottement n'a été pris en compte.

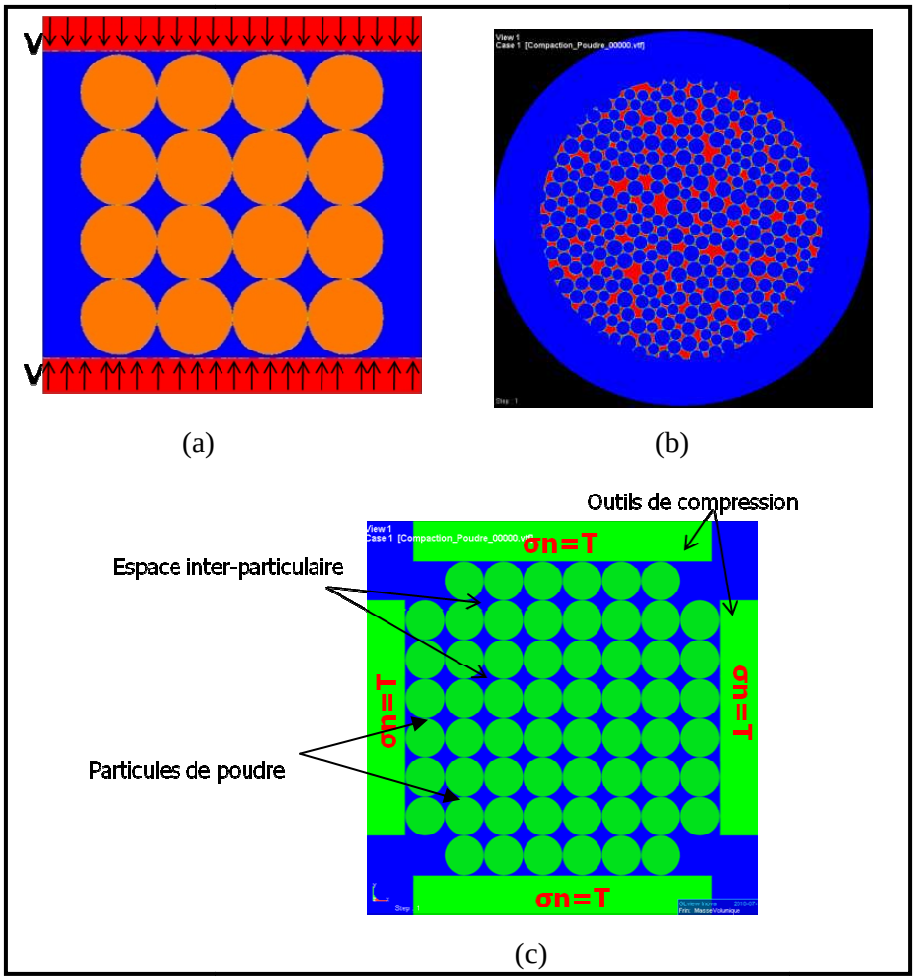


Figure 3 - 3. (a) Conditions aux limites en vitesse (b) conditions aux limites en pression (c) conditions aux limites en contrainte.

3. Approche numérique

Les simulations numériques effectuées ont été réalisées avec la librairie éléments finis C++ ''CimLib'' [Digonnet et al., 07] développée au CEMEF. Cette librairie vise à offrir un ensemble complet de solveurs servant à la simulation numérique dans le cadre de la mise en forme des matériaux. Cette section sera consacrée à la présentation de notre démarche et de notre approche numérique, basée sur une description de type "level-set" pour décrire les interfaces entre les différents sous-domaines ainsi que le schéma global utilisé pour la résolution.

3.1. Méthode Level-set

Le VER sujet de ce travail est un domaine fixe dans lequel les interfaces entre les différents sous-domaines (particules de poudre, outils fictifs de compression et milieu inter-particulaire) ne sont connues qu'implicitement à travers les valeurs de fonctions définies sur tout le domaine de calcul. Vu que les différents sous-domaines vont se déformer et se déplacer sous l'action des contraintes appliquées et du champ de vitesses résultant, l'utilisation de fonctions de capture d'interface est nécessaire. Notre choix s'est porté sur des fonctions de type distance signée à l'interface connue sous le nom de fonction « level-set » d'approximation P1 (définie sur chaque nœud du maillage élément fini). Pour notre cas d'étude, elle est choisie positive à l'intérieur d'un sous-domaine (par exemple Ω_i) et négative partout ailleurs et l'isovaleur zéro représente alors implicitement l'interface (Γ_i) que l'on cherche à déterminer. Elle représente en tout point du domaine la distance à l'interface. Chaque fonction level-set permet de séparer le domaine de calcul en deux sous domaines. La figure 3-4 illustre une fonction level-set pour le cas d'une particule circulaire.

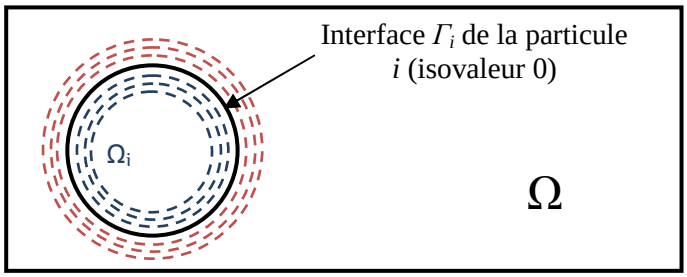


Figure 3 - 4. Isovaleurs de la fonction distance signée d'une particule en 2D.

En notant $d(.,.)$ l'opérateur de distance euclidienne usuelle, notre fonction level-set α_i, correspondant à un sous-domaine Ω_i, est définie par la fonction suivante :

$$\begin{cases} \alpha_i(x) = d(x,\Gamma_i) \qquad pour \qquad x \in \Omega_i \\ \alpha_i(x) = -d(x,\Gamma_i) \qquad sinon \\ \text{Ainsi,} \quad \Gamma_i = \{x \in \Omega, \alpha_i(x) = 0\} \end{cases} \tag{3-8}$$

L'approche numérique que nous décrivons dans cette section a été précédemment décrite dans un grand nombre de travaux menés au CEMEF et dans différents contextes. C'est

pourquoi, nous ne présentons pas cette méthode en détails mais nous nous limitons à une présentation succincte des aspects les plus importants pour notre modèle numérique. Nous invitons le lecteur désireux de se familiariser avec la méthode level-set à se diriger plutôt vers les références suivantes : [Digonnet, 01 ; Gruau, 04 ; Silva, 04; Basset, 06 ; Bernacki et al., 07 ; Coupez et al., 08 ; Bernacki et al., 08 ; Bernacki et al., 09 ; Resk et al., 09 ; Sun et al., 10 ; Ville et al., 11].

Vu que toutes les particules ont le même comportement et afin d'éviter un coût de calcul très important, nous avons commencé par travailler avec une seule fonction level-set globale pour toutes les particules. Cette fonction permet d'identifier l'enveloppe de toutes les particules du VER. Elle est déterminée à travers le calcul du maximum de toutes les fonctions level-set : $\alpha_p = Max_{1 \le i \le Np}(\alpha_i)$ (avec i l'indice de chaque particule de poudre et N_p le nombre total de particules). Comme pour le cas d'une seule particule, cette fonction level-set « globale » présente la propriété d'être positive partout à l'intérieur des particules et négative partout ailleurs.

Au cours du cycle de compaction et lorsque les interfaces des particules évoluent en fonction du temps, il est alors nécessaire d'actualiser la fonction level set. Dans une première approche, le calcul de la fonction suite à une déformation se fait principalement en deux étapes. La résolution d'une équation de convection pour déplacer la level-set conformément à la vitesse résultante du calcul mécanique. A la suite de cette résolution, la level-set ne correspond plus à une distance signée loin de l'interface. Pour corriger ceci, nous pouvons déterminer la solution d'une équation de réinitialisation, grâce à laquelle la level-set redevient une distance signée, tout en conservant la position de l'interface inchangée [Ville et al., 11].

Dans une deuxième approche, afin d'éviter l'utilisation d'un solveur de convection associé à un solveur de réinitialisation, nous pouvons utiliser un solveur qui permet de transporter la fonction distance tout en effectuant simultanément la réinitialisation de la fonction distance sur une certaine épaisseur (réinitialisation convective) [Coupez, 07].

Le rôle d'une fonction level-set est de suivre l'évolution d'une interface au cours du temps (position de l'isovaleur 0). Au cours de la déformation des particules, les parties les plus sensibles à la déformation et les zones qui nous intéressent le plus sont les interfaces des particules. Tout le travail est alors concentré près de l'interface. C'est pourquoi, afin de limiter le coût des itérations de transport (optimisation numérique), nous avons choisi de tronquer la fonction distance aux alentours des interfaces tout en gardant une bonne régularité. Ainsi, nous avons choisi d'utiliser une fonction level-set tronquée 'autodéterminante' dite de niveaux sinusoïdaux [Ville et al., 11]. Cette nouvelle fonction level-set est présentée dans l'équation 3-9 (Fig. 3-5).

$$\alpha(x) = \begin{cases} \dfrac{2E}{\pi} & \text{pour } d'(x,\Gamma) > E \\ \dfrac{2E}{\pi}\sin\left(\dfrac{\pi}{2E}d'(x,\Gamma)\right) & \text{pour } d'(x,\Gamma) \in [-E, E] \\ -\dfrac{2E}{\pi} & \text{pour } d'(x,\Gamma) < -E \end{cases} \tag{3-9}$$

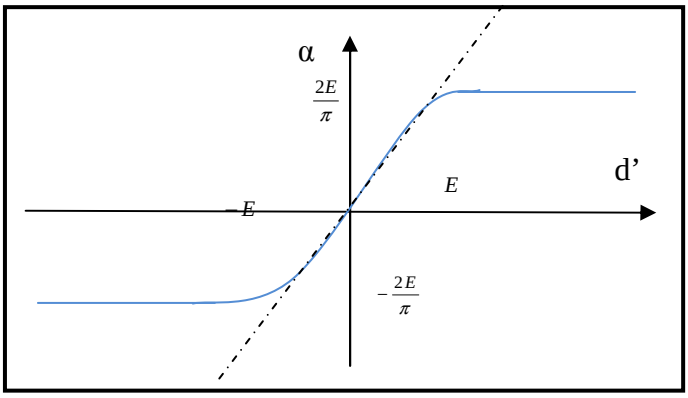


Figure 3 - 5. Fonction level-set sinusoïdale.

avec $d'(x,\Gamma)$ la distance signée entre un point x et l'interface Γ, et E l'épaisseur de troncature, considérée généralement égale à 10*h_m où h_m représente la taille de maille dans la direction normale à l'interface.

En définitive, nous n'avons pas utilisé les deux solveurs de convection présentés précédemment mais nous avons utilisé un autre solveur qui permet la réinitialisation convective mais qui tronque directement la fonction distance et la remplace par une fonction sinus autodéterminante. Ainsi, en supposant qu'on connaît le champ de vitesse global défini en tout point du domaine, le transport d'une fonction level-set est établi grâce à la résolution des équations (3-10) qui permettent de conserver près de l'interface les propriétés métriques initiales de la fonction distance.

$$\begin{aligned} &\frac{\partial \alpha}{\partial t} + (v + \lambda U)\cdot\nabla\alpha = \lambda s B \quad , \\ &\alpha(t=0,x) = \alpha_0(x) \quad , \end{aligned} \tag{3-10}$$

avec λ un paramètre ayant la dimension d'une vitesse et dépendant de la taille de maille et du pas de temps, U un vecteur directeur unitaire défini par $U = s\dfrac{\nabla\alpha}{L_{\min} + (1 - L_{\min})|\nabla\alpha|}$, $B = \sqrt{1 - \left(\dfrac{\pi\alpha}{2E}\right)^2}$ un paramètre calculé dans le solveur et L_{min} un paramètre numérique généralement compris entre h_m et 2* h_m.

Finalement, dans nos simulations, cette approche a été utilisée par différentes interfaces. Tout d'abord lors de l'utilisation de CLs en pression ou en contraintes normales, les outils fictifs définissant le ME ne peuvent être mis à jour à chaque incrément de temps aussi simplement que lorsque des CLs en vitesse homogènes sont utilisées (la nouvelle expression de la level-set d'un outil étant alors simplement obtenue par translation de la position de l'incrément précédent et calcul analytique direct). Dans ce cas, les outils sont mis à jour grâce aux équations (3-10) appliquées à la level-set décrivant la réunion de l'ensemble des outils.

Ensuite, comme expliqué, ce formalisme a principalement été utilisé pour le transport des interfaces des particules dans notre contexte eulérien. Dans un premier temps, les équations (3-9) ont été appliquées à la fonction α_p décrivant la réunion de l'ensemble des particules et permettant ainsi en une seule résolution de mettre à jour la position de l'ensemble des particules. Cependant pour des difficultés d'adaptation de maillage, que nous détaillerons dans la section 6.3 de ce chapitre, nous avons été amenés à abandonner l'utilisation de α_p au profit d'une description des particules grâces à « quelques » fonctions level-sets présentant la propriété de ne contenir que des particules non voisines dans le VER. Dans ce contexte, chacune de ces level-sets est alors soumise aux équations (3-10) afin de mettre à jour la position de son isovaleur 0 à chaque incrément de temps.

3.2. Lois de mélange

Les différents paramètres utilisés dans notre modèle mécanique (ρ, η, C_k, etc) sont des variables moyennées et mélangées par l'intermédiaire d'une fonction de mélange. En supposant que nous avons deux fonctions level-set (α_{Po} et α_{ME}), la première caractérisant l'interface de toutes les particules et la deuxième les interfaces des outils, alors le domaine de calcul est décomposé en trois sous-domaines (particules (Po), MI et ME). Ainsi, la loi de mélange d'un paramètre M mélangé dans le cadre de ce travail peut être présentée sous la forme suivante :

$$\langle M \rangle = [\chi(\alpha_{Po}) M^{Po} + (1 - \chi(\alpha_{Po})) M^{MI}](1 - \chi(\alpha_{ME})) + \chi(\alpha_{ME}) M^{ME} \qquad (3\text{-}11)$$

Le choix de la fonction caractéristique $\chi(\alpha(x))$ d'une fonction distance signée α est très important vu qu'il conditionne la transition des caractéristiques physiques des différents sous domaines du VER. Cette fonction permet de fixer le profil du mélange des différentes variables. Plus elle est raide, moins la zone de transition est large. Comme première approximation, nous avons utilisé une loi de mélange de type Heaviside :

$$\chi(\alpha(\mathrm{x})) = \begin{cases} 1 \text{ si } \alpha(x) \geq 0 \\ 0 \text{ si } \alpha(x) < 0 \end{cases} \qquad (3\text{-}12)$$

Ensuite, afin d'obtenir une transition des propriétés plus régulière (Fig. 3-6 et Fig 3-7), nous avons considéré des fonctions caractéristiques continues définies par la relation suivante (loi de mélange sinusoïdale) :

$$\chi(\alpha(x)) = \begin{cases} 1 \text{ pour } \alpha(x) > e, \\ \frac{1}{2}\left[1 + \frac{\alpha(x)}{e} + \frac{1}{\pi}\sin\left(\pi \frac{\alpha(x)}{e}\right)\right] \text{ pour } |\alpha(x)| \le e, \\ 0 \text{ pour } \alpha(x) < -e, \end{cases} \quad (3\text{-}13)$$

avec e l'épaisseur du mélange, choisie généralement égale à $2*h_m$.

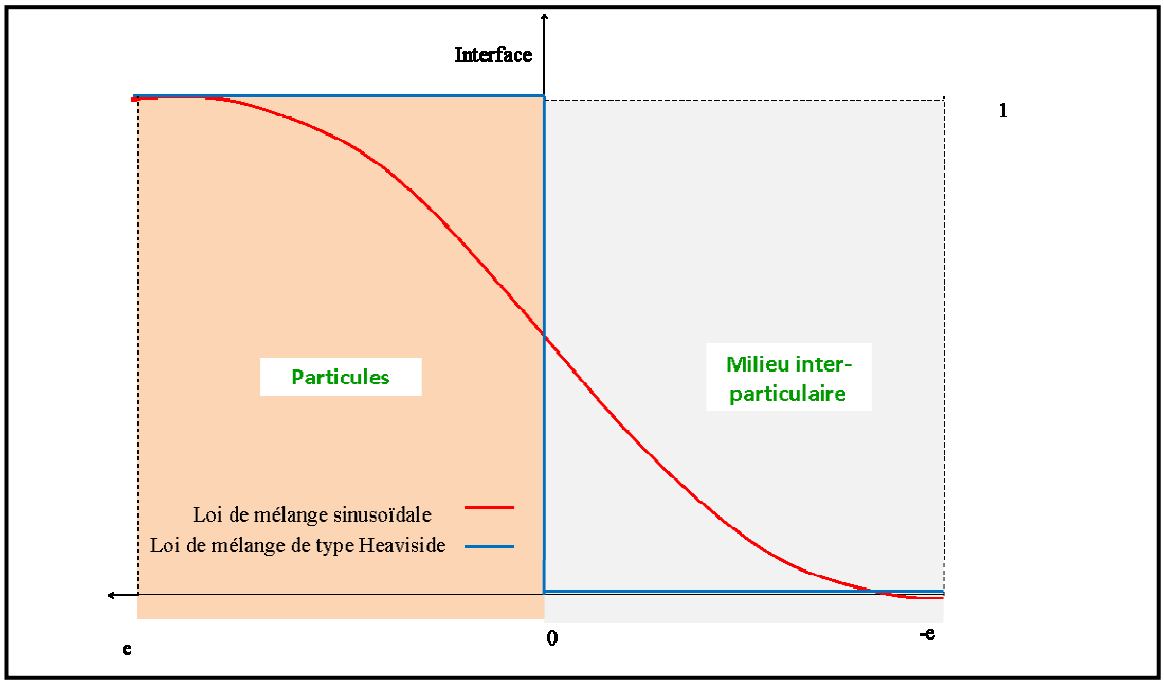


Figure 3 - 6. Lois de mélanges utilisées.

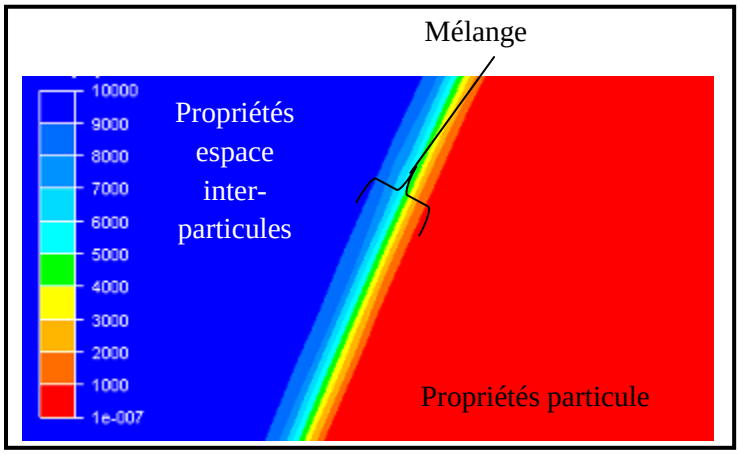


Figure 3 - 7. Mélange du coefficient de compressibilité C_k $(kPa)^{-1}$ entre une particule et le milieu interparticulaire.

3.3. Adaptation de maillage

La précision de la méthode des éléments finis dépend de la taille des éléments. Plus ces éléments sont petits plus le calcul est précis et plus les simulations et les résultats seront fiables. Pour des raisons évidentes de coût de calcul, il n'est pas possible de raffiner trop

uniformément la taille des éléments. Mais, il est possible d'optimiser le maillage en raffinant seulement dans les zones ''utiles'' et en déraffinant en dehors de celles-ci. Ceci nous amène au problème de remaillage adaptatif.

Les techniques de maillage et de remaillage ont largement fait leurs preuves pour améliorer la qualité d'une solution mais aussi pour réduire les temps de calcul [Hamide, 08 ; Resk et al., 09]. Pour notre cas d'étude, la génération du maillage est réalisée par le mailleur MTC [Coupez, 00] qui, à partir d'une géométrie, crée une discrétisation spatiale à base de tétraèdres en 3D (ou de triangles en 2D) non structurés. Il permet aussi une adaptation de la taille de maille de façon à raffiner les parties les plus sensibles à la déformation qui sont les interfaces des particules pour notre cas. L'idée principale de la méthode utilisée est la définition d'un champ de métrique sur un maillage de base et cela va permettre de définir les tailles de maille dans chaque direction de l'espace. Ces métriques sont représentées par des tenseurs symétriques, définis positifs d'ordre la dimension de l'espace de calcul et dont les valeurs propres représentent l'inverse au carré des valeurs des tailles de maille dans les directions correspondantes aux vecteurs propres associés.

Au cours de ce travail, nous avons utilisé deux méthodes de génération de maillages raffinés aux interfaces. La première méthode est une méthode prédéterminée dans laquelle nous choisissons dès le début d'adapter le maillage de manière anisotrope ou isotrope sur une certaine épaisseur autour de l'isovaleur 0 des différents sous-domaines (Fig. 3-8.a) [Bernacki et al., 09]. Pour cela, l'épaisseur et le nombre de couche d'éléments adaptés au niveau de l'interface doivent être prédéfinis.

La deuxième méthode est une méthode de remaillage adaptatif avec contrôle des degrés de liberté (techniques d'estimation d'erreur à posteriori) [Hamide, 08 ; Hamide et al., 08 ; Mesri et al., 08]. Dans cette méthode, nous définissons une variable du problème (pression, contrainte, fonction auto-déterminante, etc.) sur laquelle va se baser l'adaptation de maillage et nous introduisons un nombre d'éléments maximal souhaité. Ensuite, à travers le calcul du hessien (dérivées spatiales secondes), un nouveau champ de métrique défini en chacun des nœuds du maillage est construit. A l'aide de ce dernier, un nouveau maillage est généré (Fig. 3-8.b). Dans notre travail, dans les cas où nous avons choisi d'utiliser cette méthode, l'estimateur d'erreur a été appliqué à des fonctions auto-déterminantes. L'avantage de cette méthode réside dans le fait qu'elle permet de contrôler précisément le nombre d'éléments du maillage lors des opérations de remaillage. Cependant, cet estimateur d'erreur ne peut-être appliqué qu'à un seul champ scalaire. Ainsi, lors de son utilisation, il a été couplé à des opérations d'intersections de métriques afin de prendre en compte les différentes fonctions auto-déterminantes décrivant notre VER (outils fictifs, particules décrites par une ou plusieurs fonctions auto-déterminantes).

Dans ce qui suit, nous avons précisé pour chaque cas présenté la méthode utilisée pour générer et adapter le maillage.

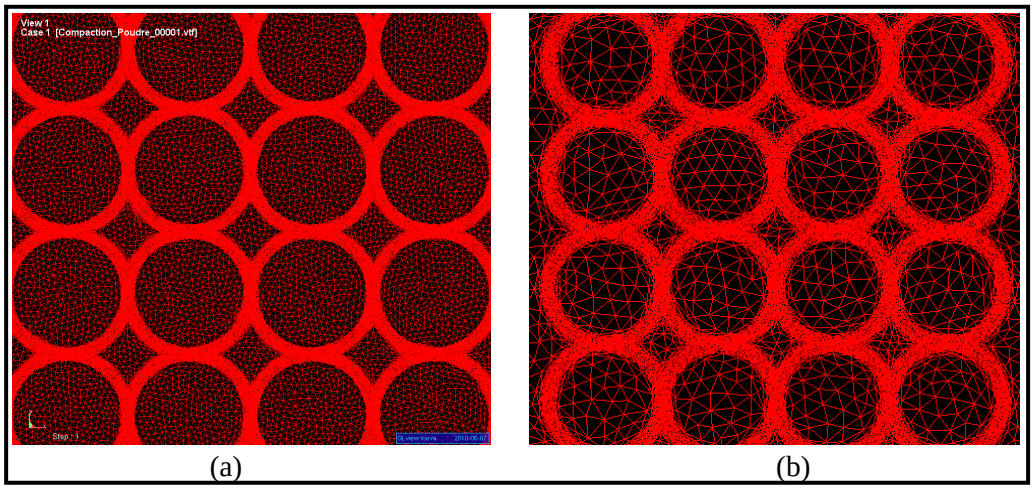


Figure 3 - 8. Zoom d'un maillage anisotrope adapté (a) maillage avec la méthode prédéterminée (b) maillage généré par estimateur d'erreur appliqué à la fonction auto-déterminante décrivant la réunion des particules.

4. Formulation du problème

4.1. Formulation forte

Comme présenté dans la section 2.2 de ce chapitre, deux types de problèmes mécaniques doivent être résolus. En effet, un comportement viscoplastique incompressible est considéré pour les particules et le ME selon les équations (3-14) et (3-15) issues des équations (3-3) et (3-4) tandis qu'un comportement newtonien compressible est adopté pour le MI selon l'équation (3-16) issue des équations (3-5) et (3-6).

- Pour les particules

$$\begin{cases} \nabla \cdot (2K^{Po}(\sqrt{3}\dot{\bar{\varepsilon}})^{m^{Po}-1}\dot{\varepsilon}) - \nabla p = 0 \\ \nabla \cdot v = 0 \end{cases} \tag{3-14}$$

- Pour le ME

$$\begin{cases} \nabla \cdot (2K^{ME}(\sqrt{3}\dot{\bar{\varepsilon}})^{m^{ME}-1}\dot{\varepsilon}) - \nabla p = 0 \\ \nabla \cdot v = 0 \end{cases} \tag{3-15}$$

- Pour le MI

$$\begin{cases} \nabla \cdot (2\eta dev(\dot{\varepsilon})) - \nabla p = 0 \\ \nabla \cdot v + C_k^{MI}\dot{p} = 0 \end{cases} \tag{3-16}$$

Cependant, notre approche est basée sur une formulation monolithique nécessitant la résolution d'un seul système aux dérivées partielles sur l'ensemble du domaine de calcul. Pour cela l'équation de continuité du système (3-14) (respectivement (3-15)) est modifiée par l'ajout d'un terme de compressibilité $C_k^{Po}\dot{p}$ (respectivement $C_k^{ME}\dot{p}$) avec une valeur de

C_k^{Po} (respectivement C_k^{ME}) extrêmement faible afin de conserver un comportement quasi-incompressible des particules (respectivement du ME). De même, le formalisme du système (3-16) peut être rapproché de celui des systèmes (3-14) et (3-15) en introduisant $K^{MI} = \eta$ et $m^{MI} = 1$. A noter également que toujours dans un souci d'uniformisation, le terme $\dot{\varepsilon}$ des équations de la quantité de mouvement des systèmes (3-14) et (3-15) peut être remplacé par *dev(* $\dot{\varepsilon}$ *)*sans modification du problème résolu par la présence, dans chacun de ces systèmes, de l'équation d'incompressibilité.

Finalement, en utilisant notre loi de mélange (Eq. (3-11)) sur les variables *K*, *m* et C_k de la manière suivante :

$$\begin{aligned}
\langle K \rangle &= [\chi(\alpha_{Po})K^{Po} + (1-\chi(\alpha_{Po}))\eta](1-\chi(\alpha_{ME})) + \chi(\alpha_{ME})K^{ME} \\
\langle m \rangle &= [\chi(\alpha_{Po})m^{Po} + (1-\chi(\alpha_{Po}))](1-\chi(\alpha_{ME})) + \chi(\alpha_{ME})m^{ME} \\
\langle C_K \rangle &= [\chi(\alpha_{Po})C_K^{Po} + (1-\chi(\alpha_{Po}))C_K^{MI}](1-\chi(\alpha_{ME})) + \chi(\alpha_{ME})C_K^{ME}
\end{aligned} \tag{3-17}$$

Les systèmes (3-14), (3-15) et (3-16) peuvent être regroupés en un seul problème de stokes compressible d'inconnues *v* et *p* :

$$\begin{cases}
\nabla \cdot (2\langle K \rangle (\sqrt{3}\dot{\varepsilon})^{\langle m \rangle - 1} dev(\dot{\varepsilon})) - \nabla p = 0 \\
\nabla \cdot v + \left\langle C_k \right\rangle \dot{p} = 0
\end{cases} \tag{3-18}$$

4.2. Formulation faible

La résolution par la méthode des éléments finis en formulation vitesse-pression nécessite l'obtention de la formulation faible du problème. Supposons que notre domaine de calcul soit Ω. Comme expliqué dans la partie 2-3 de ce chapitre, différents type de conditions aux limites ont été utilisées dans ce travail, commençons par les introduire de manière formelle :

- conditions aux limites en vitesse imposée : $v=v_{imp}$ sur Γ_v
- conditions aux limites en contrainte normale imposée : $\sigma.n=t_{imp}$ sur Γ_t

Afin d'obtenir la formulation faible, la première étape consiste à multiplier les équations du système (3-18), respectivement, par les fonctions tests $v^* \in V_0$ et p^* dans *P* avec V_0 , *V* et *P* les espaces fonctionnels:

$$\begin{cases}
V = \{v, v \in H^1(\Omega)^d \ / \ v = v_{imp} \ sur \ \Gamma_v\} \\
V_0 = \{v, v \in H^1(\Omega)^d \ / \ v = 0 \ \ sur \ \Gamma_v\} \\
P = \{p, p \in L^2(\Omega)\}
\end{cases} \tag{3-19}$$

L'intégration sur l'ensemble du domaine Ω et l'utilisation de la formule de Green permet d'obtenir le problème variationnel suivant :

Trouver $(v, p) \in V \times P / \forall (v^*, p^*) \in V_0 \times P$:

$$\int_\Omega \langle S \rangle : \dot{\varepsilon}(v^*) \; d\Omega - \int_\Omega p \nabla \cdot v^* \; d\Omega - \int_{\Gamma_t} t_{imp} \cdot v^* \; d\Gamma_t = 0 \tag{3-20}$$

$$\int_\Omega p^* \nabla \cdot v \; d\Omega + \int_\Omega \langle C_k \rangle \dot{p} p^* \; d\Omega = 0 \tag{3-21}$$

4.3. Formulation discrète

L'établissement de la formulation éléments finis discrète consiste à construire des espaces vectoriels P_h et V_h^0 de dimensions finies de façon à approcher les espaces P et V^0. Le domaine de calcul Ω est alors décomposé en un nombre de triangles en 2D et de tétraèdres en 3D. Dans le cadre de cette étude, une méthode élément fini mixte a été utilisée en introduisant le MINI-élément (P1+/P1). Les champs de vitesse et de pression sont interpolés linéairement à partir des valeurs aux sommets des éléments (interpolation continue de type P1). Le champ de vitesse est enrichi par l'ajout d'un degré de liberté supplémentaire (appelé fonction bulle) au centre des éléments [Coupez, 91]. Une sous-discrétisation est nécessaire pour que la fonction bulle soit linéaire et continue sur les sous-éléments et qu'elle s'annule sur les faces des éléments. Cette discrétisation est choisie pour avoir des inconnues interpolées de façon linéaire et continue, tout en gardant un élément compatible avec une méthode d'éléments finis mixtes. Les espaces d'approximation et le MINI-élément vérifient la condition de compatibilité de Brezzi-Babuška [Perchat, 00 ; Basset, 06] qui assure l'existence et l'unicité de la solution du problème étudié. Nous renvoyons le lecteur intéressé par ces différents aspects aux travaux de thèse d'E. Perchat [Perchat, 00] pour trouver une comparaison entre différentes formulations possibles pour ce problème en termes de précision, temps de calcul et qualité des résultats.

Finalement, nous notons que le code de calcul CimLib, dans lequel un solveur du problème de Stokes compressible est implémenté, fait appel à la bibliothèque PETSc (Portable, Extensible Toolkit for Scientific Computation) pour résoudre les systèmes linéaires (en 2D et 3D). C'est une bibliothèque composée d'un ensemble de procédures permettant de résoudre (en séquentiel et en parallèle) des équations aux dérivées partielles et des problèmes d'algèbre linéaire par des méthodes numériques itératives. La création des matrices locales est réalisée par CimLib, sous forme de solveur local. Ensuite, elles sont prises en charge par PETSc pour le préconditionnement et la résolution. De plus, afin de pouvoir simuler des cas à grand nombre de degrés de liberté, le solveur de Stokes utilise des méthodes numériques simples avec des interpolations linéaires pour les degrés de liberté. Il s'appuie sur la librairie MPI pour la parallélisation du code. En effet, le maillage éléments finis est partitionné selon le nombre de processeurs. Ensuite, chacun exécute sa part de calcul sur sa portion.

4.4. Identification des unités de calcul

Les VERs sujets de ce travail sont de l'ordre du mm^3. Ainsi, afin d'introduire les bons paramètres initiaux, un travail de vérification des unités et des facteurs multiplicatifs à appliquer a été effectué. A la suite de ce travail, les unités que nous avons considérées pour le travail sur un VER unitaire (1 mm * 1 mm) sont :

Viscosité	kPa.s
Masse volumique	$kg/(mm^3)$
Compressibilité	$(kPa)^{-1}$
Rayon des particules	mm
Vitesse	mm/s
Pression, Contrainte	kPa

Tableau 3 - 1. Unités de calcul numérique considérées pour les calculs sur VERs.

4.5. Schéma global utilisé

Le modèle développé suit un schéma bien déterminé pour aboutir à l'objectif fixé. Cette approche contient une étape d'initialisation et une boucle en fonction du temps (Fig. 3-9).

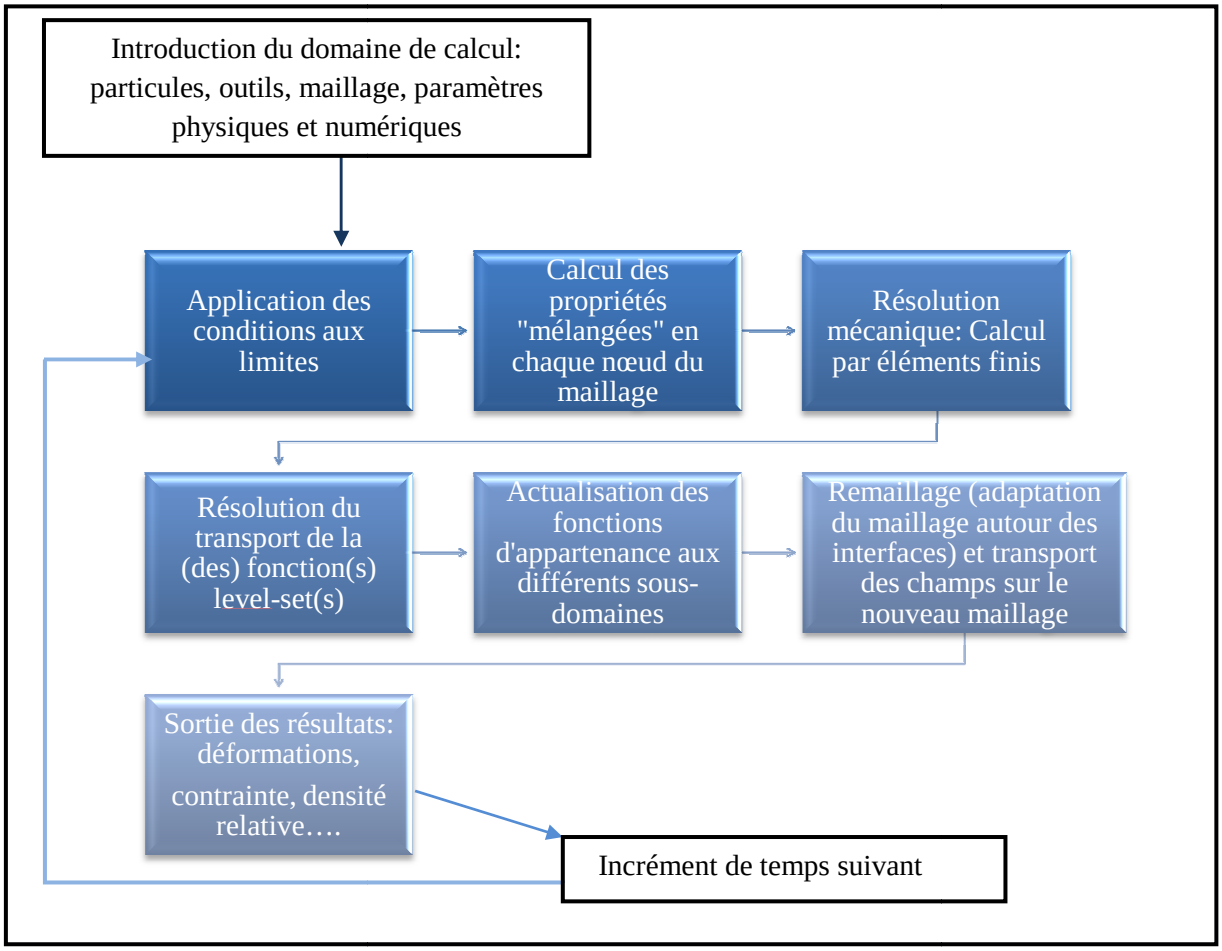


Figure 3 - 9. Approche utilisée sur CimLib.

5. Modélisation de la compaction avec comportement newtonien

Une première validation de l'ensemble du modèle numérique et mécanique a consisté en la simulation d'un ensemble de particules (en 2D et 3D) avec un comportement des particules le plus simple possible. C'est pourquoi, nous présentons dans cette partie du manuscrit un travail de compaction de VER avec la résolution des équations de Stokes et un comportement newtonien simple pour tous les sous-domaines ($<m>=1$ dans Eq.(3-18)).

Dans la première partie de cette section, nous discuterons des résultats des cas incompressibles effectués en 2D et 3D. La deuxième est dédiée au cas de résolution des équations de Stokes compressible avec un comportement des particules quasiment incompressible. A noter que tous les cas présentés dans cette section 5 de ce chapitre utilisent une adaptation de maillage basée sur la méthode prédéterminée (présentée dans la section 3.3 de ce chapitre) avec raffinement isotrope autour des interfaces.

5.1. Résolution de type Stokes incompressible

5.1.1. Cas tests

Le principal but de cette partie était de valider le formalisme eulérien mis en place sur la configuration mécanique la plus simple possible, c'est-à-dire pour comportement newtonien incompressible traduit par $<m>=1$ et $<C_K>=0$ dans l'équation (3-18).

Le cas test que nous avons choisi de présenter dans ce paragraphe est une modélisation de la compression de 16 particules par deux outils fictifs en 2D (les deux autres bords étant libres). A noter que les CLs sont de type vitesse homogène verticale imposée. Ainsi, les outils fictifs sont mis à jour à chaque incrément de manière analytique et non par le transport de la fonction α_{ME}. Les valeurs des propriétés physiques et numériques utilisées sont récapitulées dans le tableau 3-2. Pour le choix du pas de temps et afin d'assurer la convergence de la résolution des équations de transport, nous respectons dans toutes les simulations la condition CFL (Courant-Friedichs-Lewy [Courant et al., 67]), qui impose un pas de temps inférieur ou égal à la taille de maille aux interfaces divisée par la norme maximale de la vitesse aux interfaces.

La figure 3-10 représente les différentes configurations des particules obtenues à l'état initial, après 10 et 20 % de réduction de la hauteur ainsi que le maillage utilisé. A chaque pas de temps, les outils déforment les particules ainsi que le MI. Nous remarquons à travers ces différentes configurations que le milieu inter-particulaire n'a pas changé de volume. L'incompressibilité introduite pour le MI interdit la densification du VER et force les particules à s'élargir dans la direction horizontale jusqu'à la sortie du domaine après 25% de réduction de la hauteur. Ceci montre évidemment la nécessité de modéliser l'espace inter-particulaire avec un comportement compressible tout en conservant bien évidemment l'incompressibilité des particules mais illustre également le bon fonctionnement de notre approche monolithique eulérienne.

Dimension du VER	1 mm * 1 mm
Rayon des particules	0,1 mm
Viscosité du ME et des particules	$2\ 10^{6}$ kPa
Viscosité du MI	10 kPa
Vitesse appliquée	0,5 mm/s
Pas de temps	10^{-3}s
h_{min} (taille de maille aux interfaces)	10^{-3} mm
Période de remaillage	10 incréments de calcul

Tableau 3 - 2. Paramètres numériques et physiques utilisés.

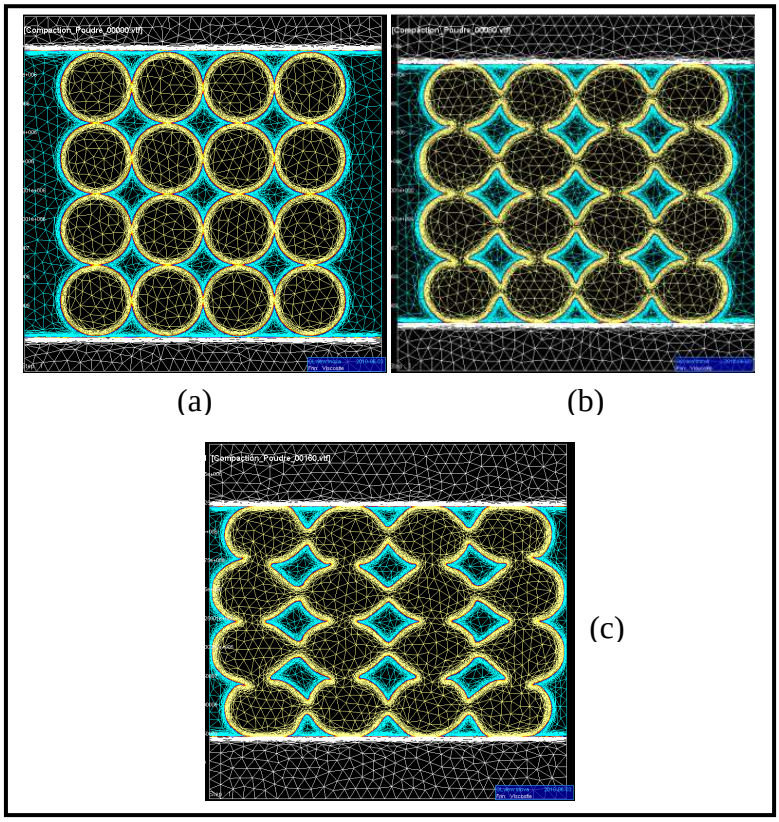


Figure 3 - 10. Evolution d'un VER contenant 16 particules en 2D (a) à l'état initial (b) après 10% (c) et après 20% de réduction de la hauteur.

Nous présentons parallèlement des résultats d'un cas test similaire mais cette fois pour un VER 3D cubique unitaire contenant 27 particules de rayon égal à 0,125 mm. Les autres valeurs des propriétés physiques et numériques utilisées sont les mêmes que celles du cas 2D présenté précédemment (Tab. 3-2). L'évolution des particules de poudre est représentée sur la figure 3-11 à l'état initial et après 10% et 20% de réduction de la hauteur.

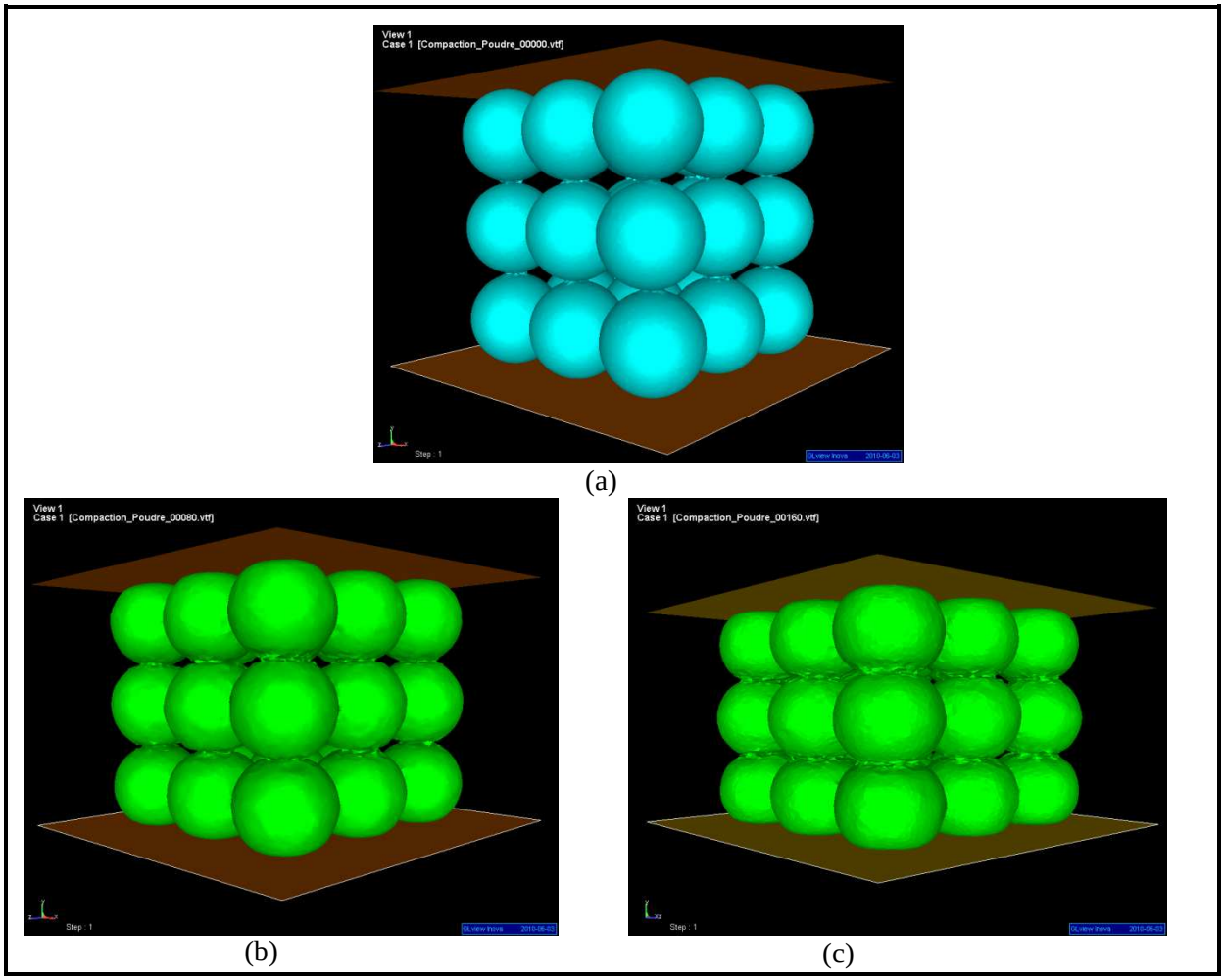


Figure 3 - 11. Evolution des particules de poudre (a) à l'état initial (b) après 10 et (c) 20 % de réduction de la hauteur.

A travers ces différentes configurations, nous remarquons que les particules se déforment et que la taille des cous entre les différentes particules au cours du temps augmente. Contrairement au cas 2D, l'incompressibilité de l'air n'a pas une grande influence étant donné que la représentation 3D rend compte de la porosité ouverte du VER étudié.

5.1.2. Influence des paramètres numériques et mécaniques

L'évolution de la densité relative et la conservation de la matière représentent deux observables très importants dans notre travail. Le premier caractérise la cinétique de densification et le second caractérise l'effet de la diffusion numérique sur nos résultats. Notre but est donc d'évaluer l'influence des paramètres numériques utilisés sur ces observables. Pour les deux cas présentés, bien que le comportement des particules soit supposé incompressible et la masse volumique constante, nous avons constaté une perte du volume (et donc de la masse) des particules. C'est pourquoi, nous avons essayé d'étudier l'influence des paramètres numériques sur cet observable.

Le calcul de la densité relative et de la conservation de matière nécessite le calcul du volume des particules de poudre. Ceci a été effectué à travers l'interpolation de la fonction

level-set aux nœuds. Cette dernière possède une valeur négative à l'extérieur de l'objet dont elle décrit le contour et une valeur positive à l'intérieur. Cela signifie qu'un élément dont la valeur de la level-set n'est pas du même signe pour tous ses nœuds est traversé par l'isovaleur zéro. A ce moment là dans un tel élément, il convient de calculer le volume (surface en 2D) partiel où la fonction distance est positive [Zaragoci, 12]. Concernant le calcul de la densité relative moyenne du VER, pour s'isoler des effets de bord, il est effectué à travers le calcul du volume (surface en 2D) des particules de poudre contenues dans un cube (carré en 2D) situé à l'intérieur du VER (illustré en 2D par la figure 3-12). En notant V_c le volume du cube (surface du carré en 2D) utilisé pour le calcul de la densité relative, V_{Po} le volume de poudre (surface en 2D) et T^e l'élément e, nous avons donc en considérant l'ensemble des éléments du maillage :

$$D = \frac{V_{Po}}{V_c} \qquad avec\ V_{Po} = \sum_e \int_{T^e} \chi(\alpha_c)\ \chi(\alpha_{Po})\ dV \tag{3-22}$$

avec $\chi(\alpha_{Po})$ (respectivement $\chi(\alpha_c)$) la fonction P1 de type Heaviside caractéristique des particules (respectivement du cube en 3D ou du carré en 2D).

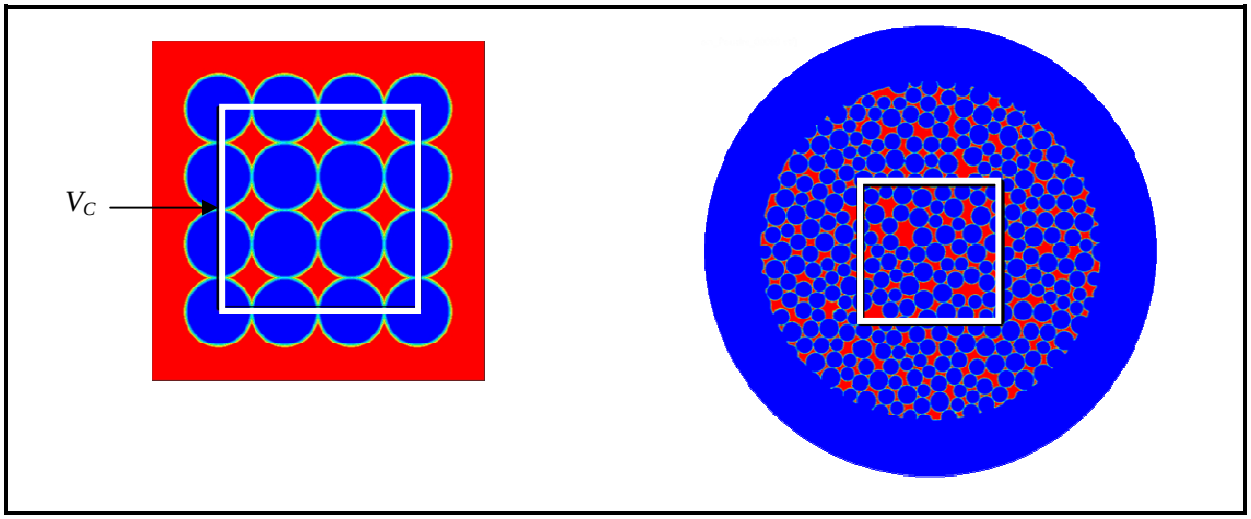


Figure 3 - 12. Calcul de la densité relative moyenne du VER sur un carré au centre du VER.

Sur la figure 3-13, nous représentons l'évolution du volume des particules pour quatre valeurs de la période de remaillage, exprimée en nombre d'incréments de calcul. Cette dernière représente le nombre d'incréments réalisés sans remaillage et suite auxquels une opération de remaillage adaptatif est appliquée pour suivre l'évolution de l'interface des particules. Ainsi, nous remarquons que quand cette période augmente (l'intervalle entre deux opérations de remaillage est alors plus long), le volume de matière est mieux conservé. En réalité, un meilleur choix de la période de remaillage est tel que le remaillage ne se fait que si l'interface des différents domaines est sur le point de sortir de la zone de remaillage adaptatif. Autrement, un excès de remaillage peut générer un phénomène de diffusion numérique important.

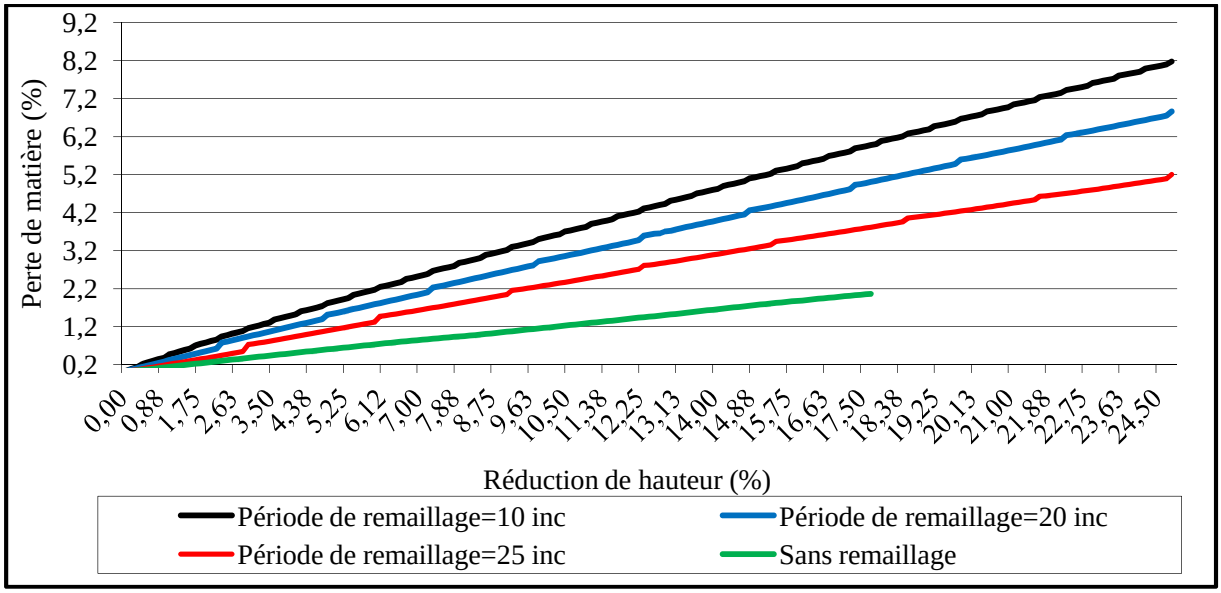


Figure 3 - 13. Evolution de la perte du volume des particules (en %) pour différentes valeurs de la période de remaillage (pour le cas 3D de la figure 3.11).

La qualité du maillage associé au domaine de calcul est également un paramètre très important. La précision des résultats dépend de la taille des éléments. Plus ces derniers sont petits, plus les calculs sont précis. Nous représentons dans la figure 3-14 l'influence du nombre de nœuds sur la conservation de la matière pour un cas 3D et pour une période de remaillage égale à un incrément.

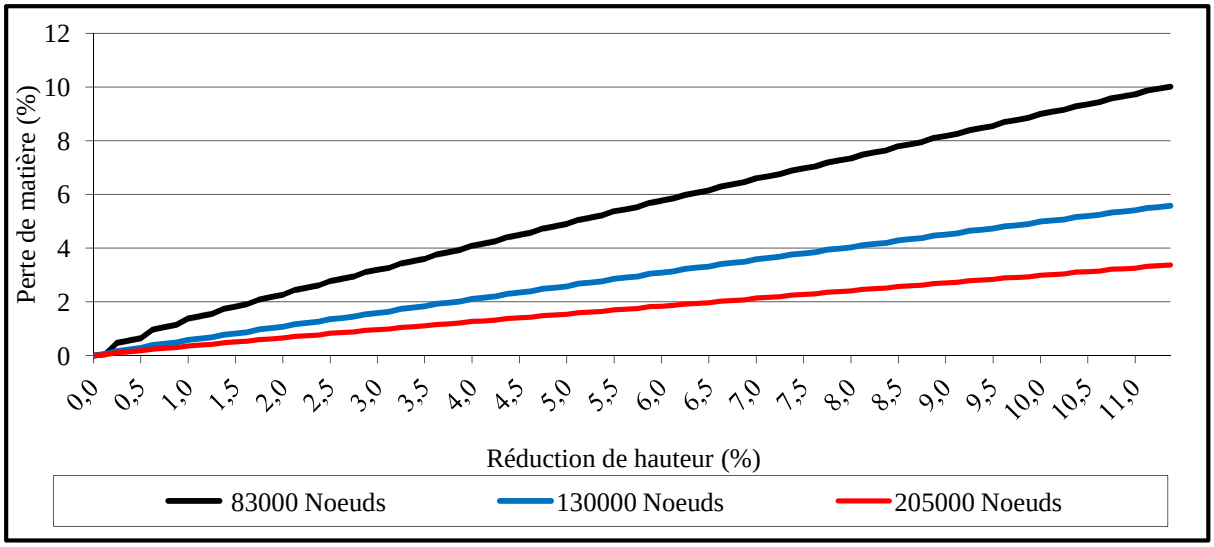


Figure 3 - 14. Evolution de la perte du volume des particules en fonction du nombre de nœuds (pour un cas 3D et pour une période de remaillage égale à 1 inc).

Nous remarquons que l'augmentation du nombre d'éléments (par un raffinement isotrope plus important aux interfaces) améliore considérablement la conservation du volume des particules de poudre. Pour un nombre de nœuds multiplié par deux, la perte de matière est réduite d'environ 50%. Ceci confirme l'importance du nombre de nœuds sur la précision des résultats. Ainsi si nous combinons par exemple l'effet de ces deux paramètres présentés, nous

obtenons, pour une période de remaillage égale à 20 incréments et un maillage contenant 205000 nœuds, une perte de volume de l'ordre de 1,5% après 10% de réduction de la hauteur.

Nous considérons simultanément l'influence d'un autre paramètre qui est la loi de mélange. De ce fait, nous comparons dans la figure 3-15 son influence sur l'évolution du volume de matière pour une période de remaillage égale à 1 (remaillage à chaque incrément) pour une loi de mélange de type Heaviside et une loi de mélange sinusoïdale (Fig. 3-5 et Eq. 3-12 et Eq. 3-13). Nous remarquons qu'une transition plus régulière des propriétés améliore légèrement la conservation de matière.

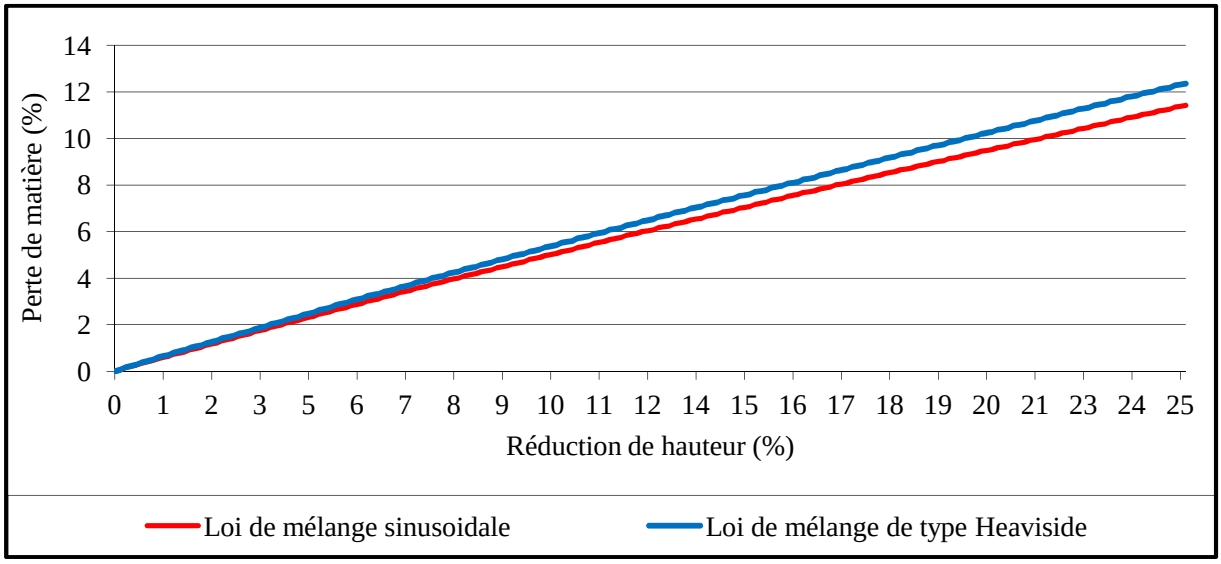


Figure 3 - 15. Evolution du volume des particules pour deux types de lois de mélange (jusqu'à 25% de réduction de la hauteur).

5.2. Résolution de type Stokes compressible

La résolution des équations de Stokes incompressible nous a permis de présenter des premiers cas test de modélisation de la compaction des particules. De plus, elle nous a permis d'étudier l'effet de trois paramètres numériques sur l'évolution de la conservation de matière. Cependant, l'hypothèse du comportement incompressible surtout en 2D n'est évidemment pas raisonnable surtout en 2D. Pour résoudre ce problème et dans une deuxième approche, nous avons résolu les équations de Stokes compressible. Le terme ($<C_k>\dot{p}$) de l'équation (3-18) est ainsi pris en compte pour modéliser le caractère compressible du MI tout en conservant la quasi-incompressibilité des particules et du ME. Pour cela nous avons adopté $C_K^{Po} = C_K^{ME} = \varepsilon'$ très proches de 0 et $C_K^{MI} = 10^{-2}$ (kPa)$^{-1}$ >>ε'. Une analyse du choix de ε' est présentée dans la suite.

Ainsi, afin d'étudier l'effet de l'utilisation d'un comportement compressible, nous présentons dans cette sous section la compaction du cas test 2D présenté précédemment. Les valeurs des autres propriétés physiques et numériques utilisées sont identiques à celles du tableau 3-2. Nous présentons, dans la figure 3-16, la disposition et la forme des particules à l'état initial et après 10% et 20% de réduction de la hauteur. Nous remarquons que le volume

du MI diminue et que la densité relative moyenne du VER augmente. Cette dernière évolue de 78% jusqu'à 87% après 25% de réduction de hauteur (Fig. 3-17).

Afin d'étudier l'hétérogénéité de la distribution de la pression à l'échelle des particules, nous présentons dans la figure 3-18 l'évolution de la cartographie de la pression à l'état initial et après 13% et 25% de réduction de la hauteur. Comme attendu, nous remarquons que les valeurs maximales se concentrent au niveau des intersections outils-particules ainsi qu'aux cous entre les particules. Nous remarquons que la valeur de la pression dans le MI est uniforme et très faible devant les valeurs obtenues dans les particules. Ceci est cohérent avec le fait que le MI n'offre aucune résistance artificielle à la densification du milieu.

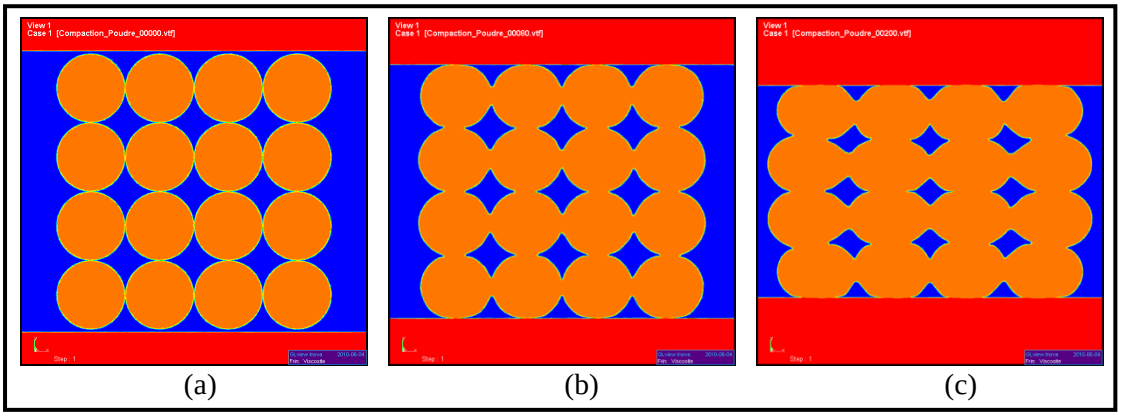


Figure 3 - 16. Evolution des particules (a) état initial (b) après 10% et (c) après 25% de réduction de la hauteur (domaine : 1 mm * 1 mm).

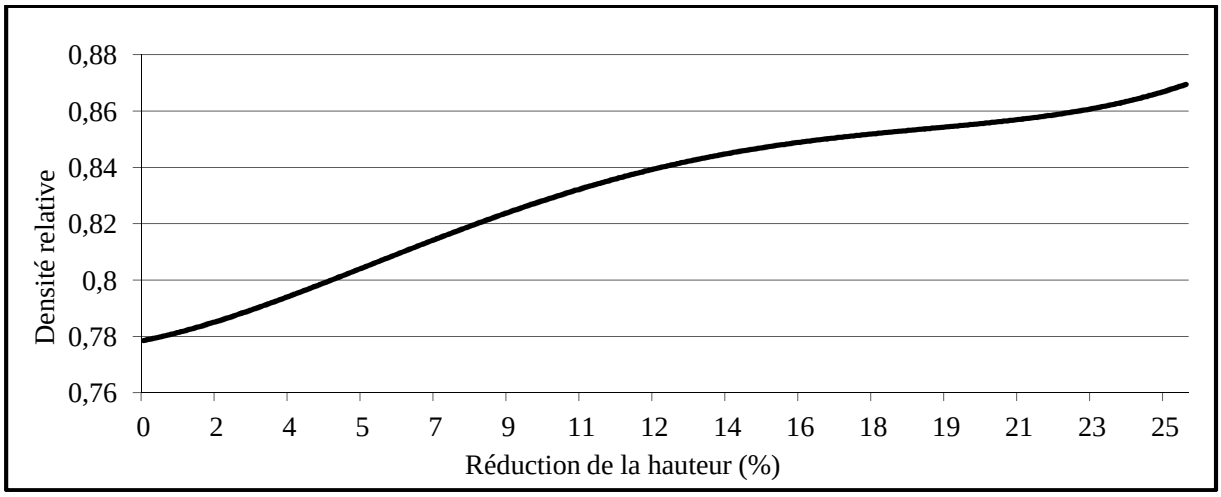


Figure 3 - 17. Evolution de la densité relative (jusqu'à 25% de réduction de la hauteur) (domaine : 1 mm * 1 mm).

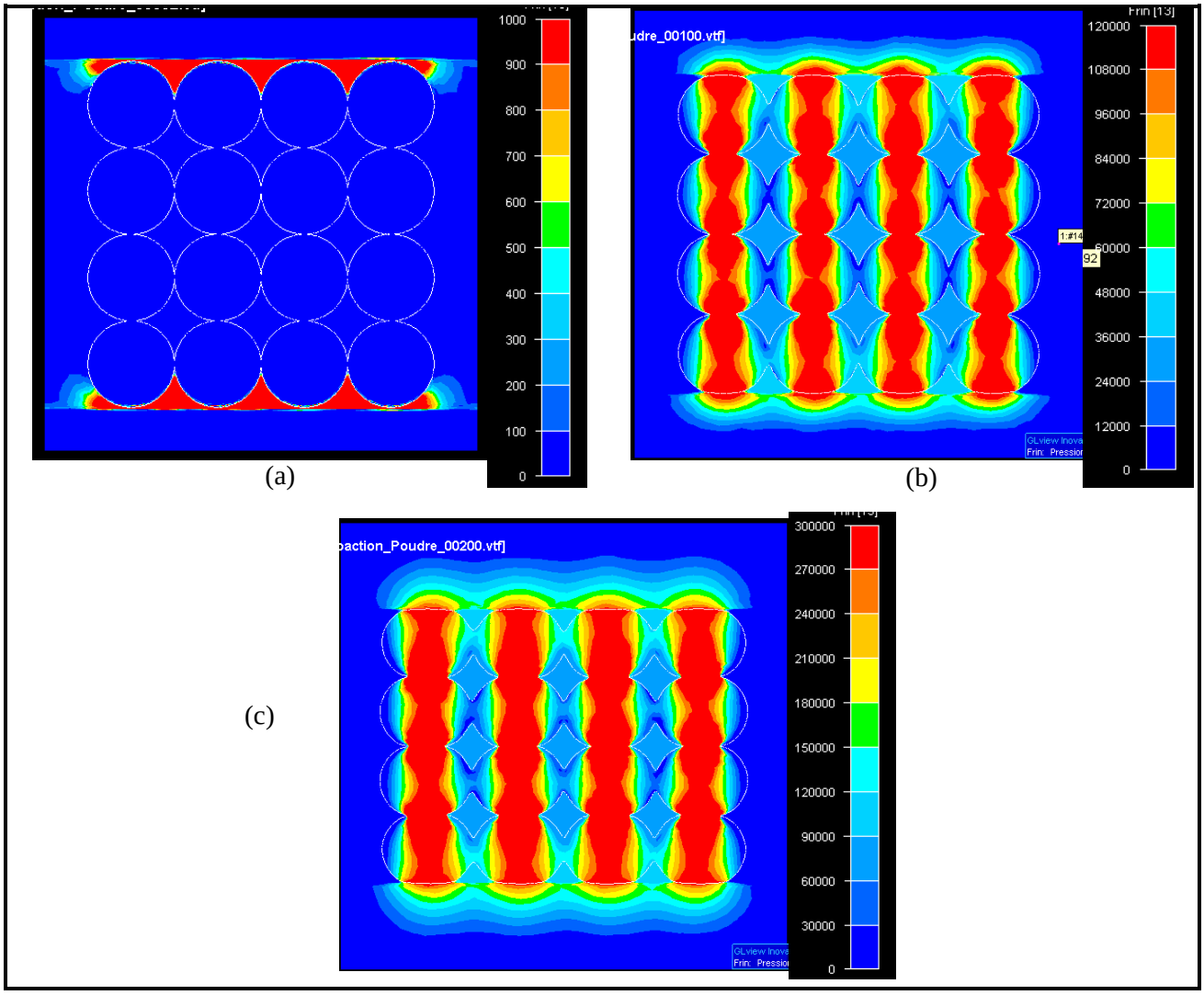


Figure 3 - 18. Evolution de la cartographie de la pression (kPa) (avec superposition de l'isovaleur 0 de toutes les particules) (a) état initial (b) après 13% et (c) 25% de réduction de la hauteur (domaine : 1 mm * 1 mm).

Pour prolonger l'étude de l'influence des paramètres numériques sur les résultats, nous avons étudié l'influence du choix de ε'. Nous présentons, dans la figure 3-19, les résultats pour six valeurs de ce coefficient. Pour rappel, le coefficient de compressibilité du MI est fixe et égal à 10^{-2} $(kPa)^{-1}$. Nous remarquons que, comme attendu, plus les particules sont incompressibles (coefficient de compressibilité très proche de 0) plus la perte de volume est faible. Nous observons qu'en dessous de la valeur 10^{-7} $(kPa)^{-1}$, le coefficient de compressibilité des particules et du ME n'influe plus sur le résultat.

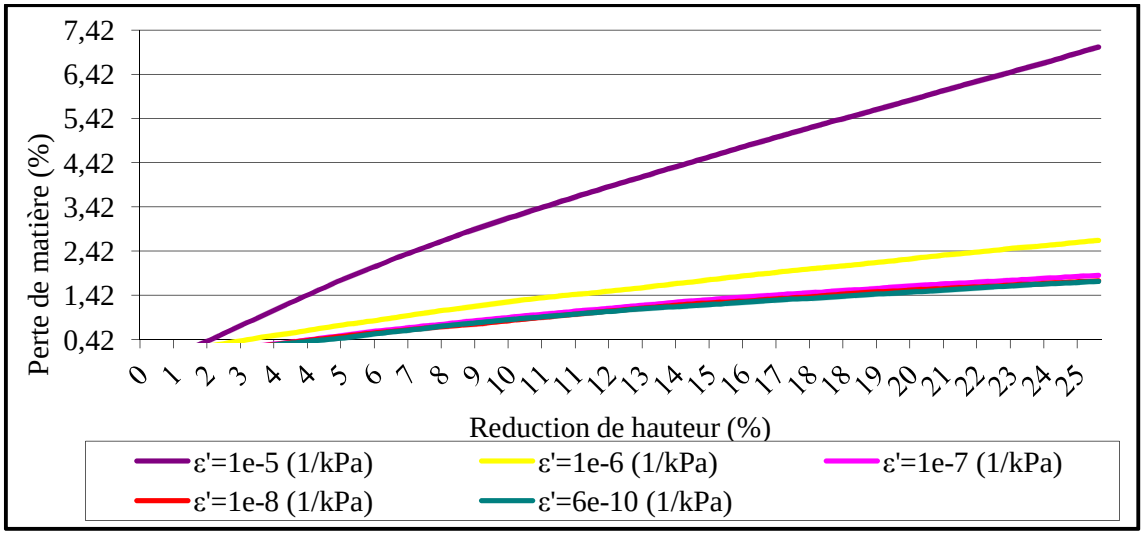


Figure 3 - 19. Evolution du volume des particules en fonction du coefficient de compressibilité des particules et du ME (jusqu'à 25% de réduction de la hauteur).

5.3. Synthèse

Pour résumer, avec ces premiers résultats, nous avons modélisé la compaction de quelques particules en 2D et 3D sur un VER de forme carrée (cubique en 3D) pour une température fixe et pour un comportement newtonien. Ce travail a permis de mettre en place une procédure de calcul afin de modéliser la compaction d'un ensemble de particules de poudre à une température constante soumis à une vitesse de compression. Nous avons travaillé pour différents nombres de particules et avec des arrangements mono-disperses structurés.

Nous avons étudié, pour ces premiers calculs, l'influence de différents paramètres numériques sur la conservation du volume des particules. Ces paramètres sont notamment : le coefficient de compressibilité, la période de remaillage, la loi de mélange utilisée et la finesse du maillage. Nous avons constaté que le coefficient de compressibilité a une grande influence sur la conservation de matière (Fig. 3-19). Un coefficient ε' égal à zéro serait idéal pour minimiser la perte de volume. Cependant, il est nécessaire de ne pas imposer une loi de mélange trop raide entre les particules et le MI pour améliorer le conditionnement du problème éléments finis résolu. Suite à l'étude effectuée sur le cas précédemment présenté, nous avons adopté pour les phases incompressibles (poudre et ME) et le MI respectivement des coefficients de l'ordre de 10^{-7} $(kPa)^{-1}$ et 10^{-2} $(kPa)^{-1}$. Concernant la période de remaillage, il est souhaitable d'augmenter autant que possible ce paramètre afin de ne remailler que si cela est vraiment nécessaire (lorsque les interfaces sont sur le point de sortir de l'épaisseur de la zone raffinée du maillage), afin de limiter le coût de calcul ainsi que la diffusion numérique due au transport des variables lors du remaillage. Le choix dépend principalement des conditions aux limites appliquées et du pas de temps. Finalement, un maillage fin adapté et une transition plus régulière des propriétés améliorent la conservation de matière.
En résumé, on constate clairement à la suite de ces premiers cas tests que la conservation de la masse (matière) reste un problème particulièrement difficile à résoudre car dépendant de nombreux paramètres du modèle numérique. Cependant, nous pouvons l'optimiser afin de limiter son influence sur les résultats obtenus.

6. Génération et compaction de poudre polydisperse

6.1. Génération de granulométrie réelle

On s'intéresse ici à la modélisation d'un volume élémentaire représentant statistiquement des microstructures réelles en termes de densité, taille et morphologie de particules. Ainsi, une étape plus complexe qui suit la modélisation des cas tests présentés précédemment, consiste à utiliser les développements réalisés sur des structures représentatives. Dans le cadre de la mécanique et de la physique des matériaux hétérogènes, une des étapes principales pour répondre à cette problématique est la génération de volumes élémentaires représentatifs. Un VER est habituellement considéré comme un volume de matériau hétérogène suffisamment grand pour être représentatif du milieu en englobant les hétérogénéités. Cependant, il doit rester assez petit pour être considéré comme soumis à des conditions aux limites homogènes.

Grâce à un générateur statistique de microstructures développé dans CimLib par K. Hitti dans un contexte de description des particules selon un formalisme leve-set [Hitti et al., 11 ; Hitti, 11 ; Hitti et Bernacki, 12], la génération des particules a été effectuée avec une méthode appelée "frontale" [Bagi, 05 ; Benabbou et al., 09 ; Benabbou et al., 10]. Cette méthode permet de générer des empilements polydisperses de grande densité. Elle consiste à remplir un domaine rectangulaire (cubique en 3D) par des cercles (sphères en 3D) en faisant propager vers son intérieur un front initialisé sur sa frontière (Fig. 3-20). Ce front initial est constitué de particules tangentes entre elles et à la frontière du domaine. Dans une deuxième étape, de nouveaux fronts sont générés en contrôlant les intersections avec les particules existantes. Cette méthode a l'inconvénient de présenter des vides et des particules en suspension qui n'ont pas de sens pour un empilement réel (Fig. 3-21.a).

Un enrichissement de cette méthode par une technique de "drop and roll" a été proposé [Shi et Zhang, 08 ; Hitti, 11, Hitti et Bernacki, 12] pour éliminer les vides et les particules en suspension (Fig. 3-21.b). Cette méthode ne crée pas de nouvelles particules pour combler ces vides. Ainsi, le vide est observé plutôt vers le sommet du VER ce qui permet d'augmenter la densité au centre du VER alors que la densité globale du VER reste constante. Ceci représente un algorithme d'optimisation utilisé pour que le réarrangement des particules s'approche le plus possible d'un réarrangement naturel avec la meilleure densité possible tout en respectant la granulométrie imposée. Cependant, bien que cette méthode améliore considérablement l'arrangement et la disposition des particules, nous pouvons remarquer parfois des endroits du VER non parfaitement optimisés principalement lors de l'utilisation de granulométrie très hétérogène, tel est le cas des particules observées dans le carré blanc de la figure 3-21.b. Cette faiblesse semble cependant avoir été récemment résolue par l'amélioration de l'optimisation de type « drop and roll » [Hitti et Bernacki, 12].

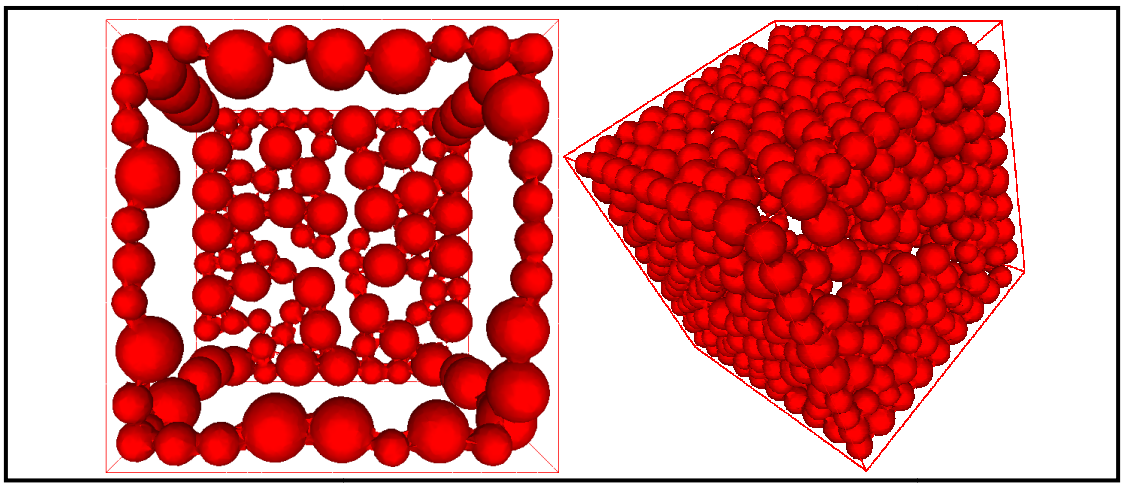


Figure 3 - 20. Génération du front initial [Hitti, 11].

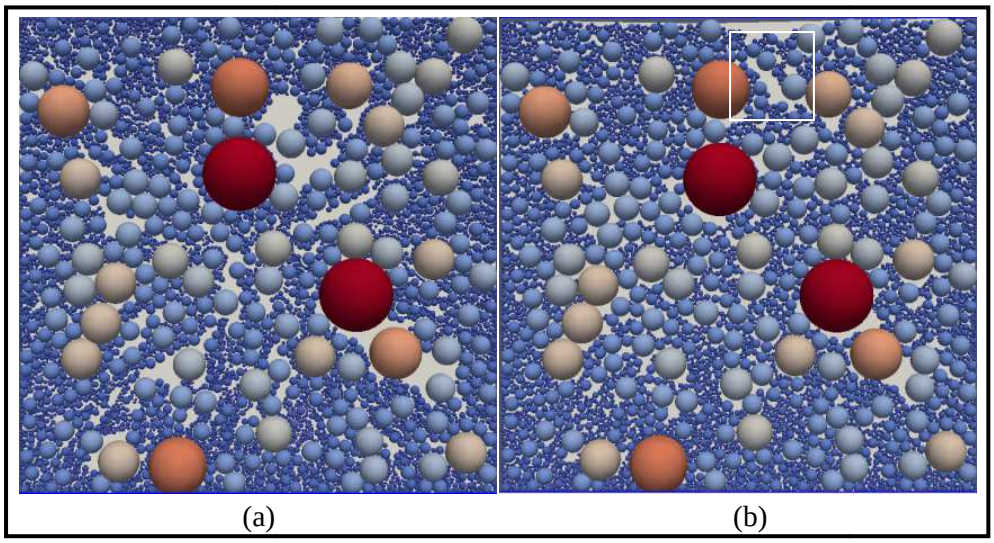


Figure 3 - 21. VER généré grâce à une approche de type « frontale » : (a) sans optimisation, (b) avec une optimisation de type « drop and roll » (cas de 5230 particules).

L'erreur entre la granulométrie introduite (Fig. 2-2) et générée a été le sujet de plusieurs comparaisons. Dans le tableau 3-3, nous présentons l'évolution du nombre de particules et de l'erreur L_2 entre la distribution expérimentale et la distribution numérique obtenue ($e_{L_2} = \frac{\left\| p_i^{obtenue} - p_i^{éxpérimentale} \right\|_{L_2}}{\left\| p_i^{éxpérimentale} \right\|_{L_2}} = \sqrt{\frac{\sum_{famille\ i} \left(p_i^{obtenue} - p_i^{éxpérimentale} \right)^2}{\sum_{famille\ i} \left(p_i^{éxpérimentale} \right)^2}}$) en fonction de la taille du VER. Ces résultats représentent une moyenne de dix générations aléatoires de VERs pour chaque taille de VER. L'erreur calculée varie entre 8.9% et 6.6%. Ceci est dû principalement au spectre très large des rayons des particules. Compte tenu des résultats obtenus, il semble adapté de considérer un domaine de taille 1 mm * 1 mm pour nos simulations. En effet, alors que le gain sur l'erreur L_2 resterait assez faible pour une augmentation de la taille du VER, nous serions confrontés à une explosion des temps de calcul vis-à-vis du nombre de particules à prendre en considération.

Taille du VER (mm)	Nombre de particules	Erreur en L_2 (%)
1 * 1	4038	8.9
2 * 2	14173	8.3
5 * 5	80246	6.6

Tableau 3 - 3. Nombre de particules et erreurs générées en fonction de la taille du VER.

Afin de réduire cette erreur en norme L_2 et compte tenu de la distribution granulométrique fine de la poudre 316L (Fig. 2-2), nous avons choisi de générer plutôt des VERs suivant des granulométries tronquées. En effet, vue la différence importante entre les diamètres des particules (le plus petit égal à 4.6 µm et le plus grand égal à 670 µm), nous avons pris comme hypothèse de ne tenir compte que des particules dont la probabilité d'apparition en nombre est supérieure à 0,01. La figure 3-22 présente la distribution de probabilité en nombre en fonction des diamètres des particules (précédemment présentée dans la figure 2-2). Le diamètre des particules à générer avec la distribution tronquée est ainsi compris entre 4,6 µm et 46 µm. Ceci est en accord avec les observations générales de la poudre. En effet, nous avons remarqué avec le M.O que le nombre de particules de diamètre inférieur à 40 µm est largement supérieur à celui des autres particules (section 2.1 du chapitre 2).

Nous comparons sur la figure 3-23, pour le cas d'un VER de taille 1 mm * 1 mm, la probabilité en nombre entre la distribution expérimentale tronquée et la distribution numérique obtenue à partir de celle-ci. Pour cette taille de VER, l'erreur en L_2 a diminué de 8,9% à 3,1%. A noter que nous avons utilisé la granulométrie expérimentale tronquée pour toute génération de granulométrie réelle pour les cas 3D (section 4 du chapitre 3) mais aussi 2D (section 7.2.2 de ce chapitre). Enfin, il peut paraître surprenant que les données 3D expérimentales tronquées aient été utilisées pour générer des microstructures 2D sans conversion de type Saltykov. Cependant il s'agissait ici d'illustrer la capacité de notre générateur à respecter des distributions complexes et non de prétendre générer en 2D une microstructure réaliste pour modéliser en 2D un cas de compaction qui n'a de sens, pour pouvoir être confronté aux résultats expérimentaux en terme de densification, que dans un formalisme 3D.

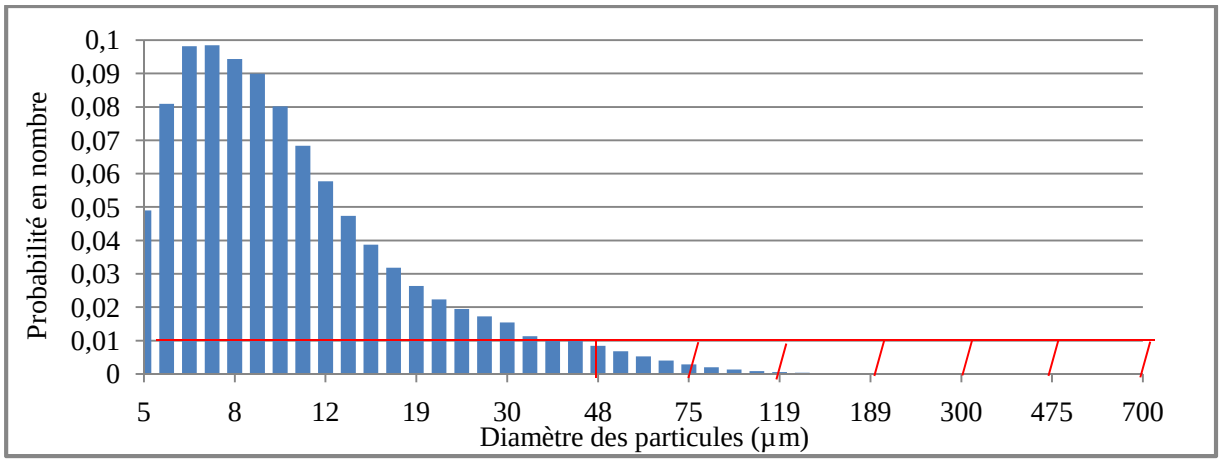


Figure 3 - 22. Distribution granulométrique de la poudre : probabilité en nombre en fonction des diamètres des particules.

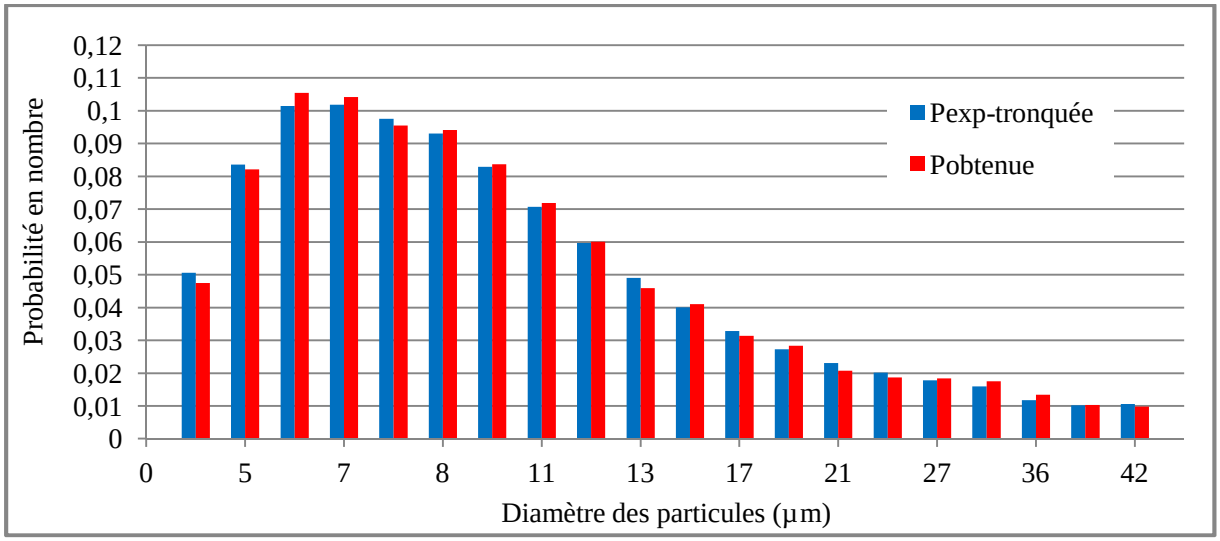


Figure 3 - 23. Comparaison entre la distribution granulométrique expérimentale tronquée et celle obtenue numériquement pour une taille de domaine égale à 1*1 mm (8357 particules).

6.2. Compaction d'un ensemble de particules polydisperse

Suite à la présentation du générateur de VER polydisperse, nous nous intéressons maintenant à la présentation d'un cas test de compaction de particules dans un VER composé de particules polydisperses afin de préparer le cas envisagé où nous respecterons à quelques pourcent près la granulométrie réelle tronquée. Le cas test que nous présentons est une modélisation d'un VER 2D carré de taille 1 mm * 1 mm avec 209 particules polydisperses (Fig. 3-24.a) dont la granulométrie générée est représentée dans le tableau 3-4.

Nous avons utilisé la méthode de remaillage adaptatif avec estimateur d'erreur pour ce cas test sur la fonction auto-déterminante α_p (Fig. 3.24.b et Fig. 3.24.c) représentant l'enveloppe de toutes les particules ($\alpha_p = Max_{1 \le i \le Np}(\alpha_i)$ avec i l'indice de chaque particule de poudre et N_p le nombre total de particules) et sur la fonction auto-déterminante représentant les MEs. Une intersection de métrique a été ensuite déterminée pour générer le maillage (voir section 3.3 de ce chapitre). Concernant l'influence du coefficient de compressibilité sur l'évolution du volume des particules, nous avons remarqué, comme pour les cas présentés dans les paragraphes précédents, que plus le coefficient de compressibilité des particules de poudre est proche de 0, mieux le volume de matière est conservé. Par exemple, nous passons de 3.4% de perte pour un coefficient de compressibilité égal à 10^{-4} $(kPa)^{-1}$ à 1% de perte pour un coefficient de compressibilité égale à 10^{-7} $(kPa)^{-1}$, et ce pour une réduction de la hauteur égale à 10%. Pour ce cas, la densité relative a évolué de 0.78 jusqu'à 0.845.

Dans la figure 3-25, nous remarquons que les cous entre les particules augmentent et que l'espace inter-particulaire diminue au cours du temps. Cependant, l'évolution des cous entre particules n'est pas bien décrite. La résolution de ce problème représentera l'objectif de la section suivante.

Rayon (mm)	0.04	0.035	0.03	0.025
Probabilité en nombre (%)	25	25	25	25

Tableau 3 - 4. Granulométrie des particules de poudre générée (taille du domaine 1 mm * 1 mm).

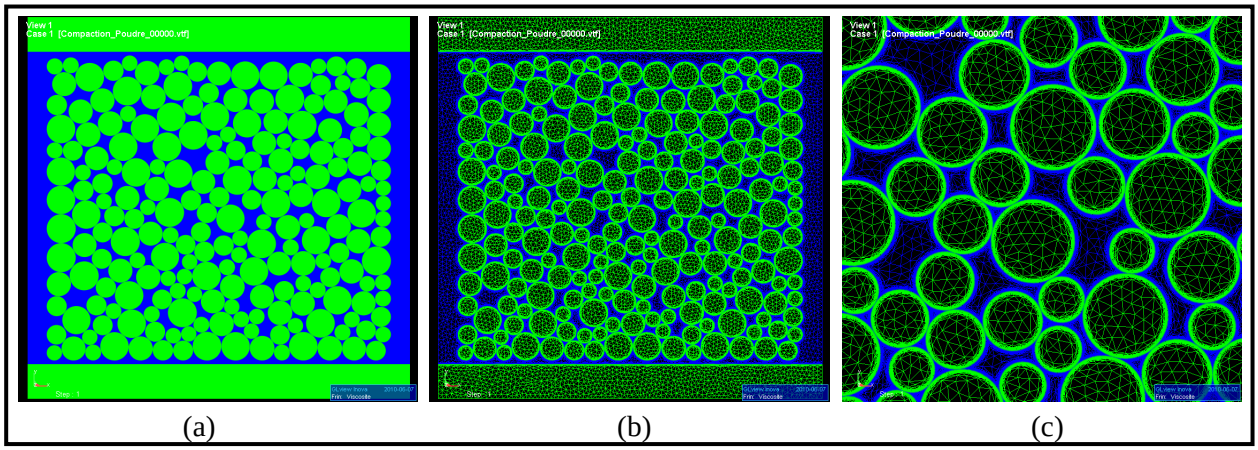


Figure 3 - 24. (a) Microstructure avec une distribution poly-disperse de 209 particules (densité initiale égale à 0.785) (b) maillage utilisé (469695 éléments) (c) zoom (taille du domaine : 1 mm * 1 mm).

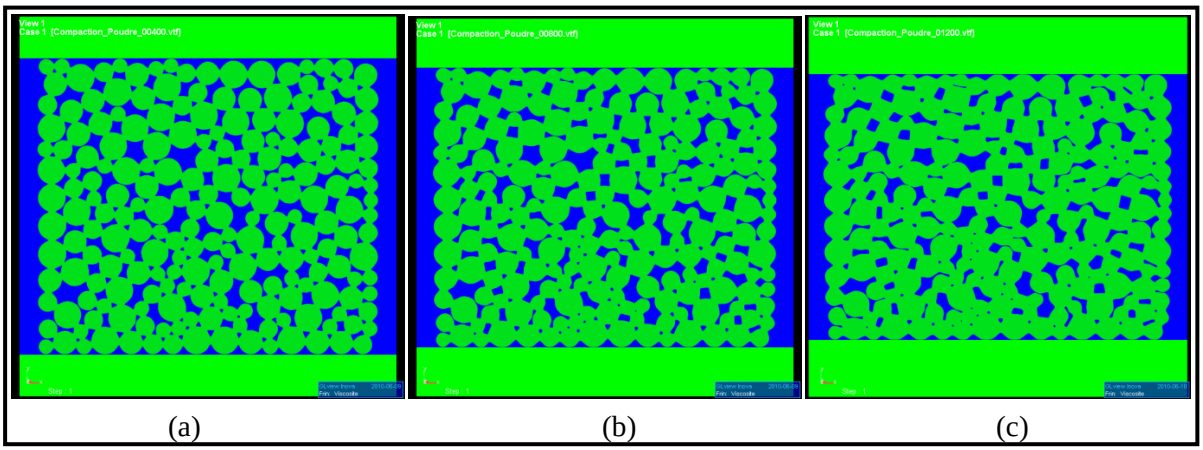


Figure 3 - 25. Evolution des particules après (a) 5%, (b) 10% et (c) 15% de réduction de hauteur (D= 0.84), la taille du domaine est 1 mm * 1 mm.

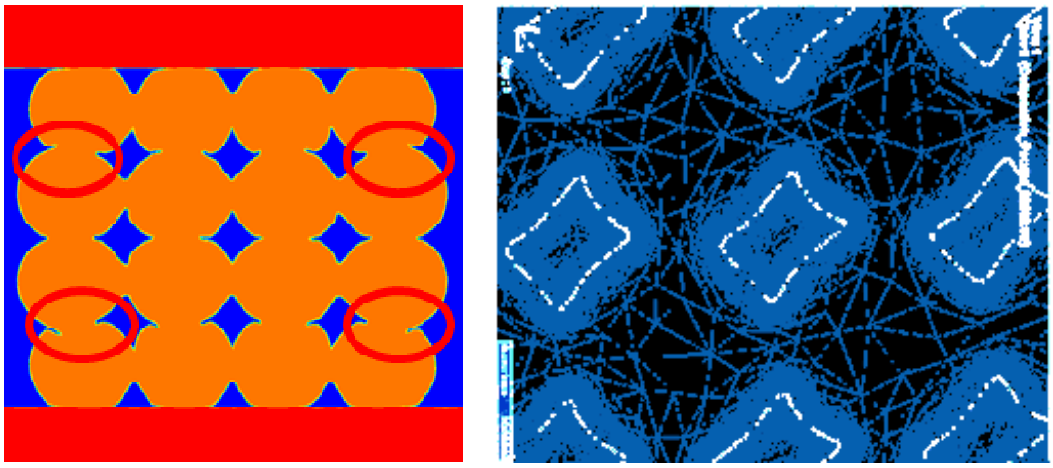
6.3. Méthode de coloration de graphe

En s'intéressant à l'évolution de la forme des particules et plus précisément les cous des particules sur les premiers cas test effectués (Fig. 3-25), nous pouvons remarquer des aberrations au niveau des cous entre particules (Fig. 3-26). Ce phénomène s'accentue au cours du temps et en fonction de la déformation. Ce problème est lié au déraffinement du maillage au niveau des cous entre particules. Ceci est dû au fait que seule la fonction auto-déterminante globale α_p représentant toutes les particules était considérée, jusqu'à présent, pour le calcul de la métrique autour des interfaces des particules (et cela pour les deux méthodes d'adaptation de maillage présentées dans la section 3.3 de ce chapitre). En effet, elle ne permet de décrire que l'enveloppe de la réunion des particules. Ainsi, au cours de la déformation, la

disparition de la zone de contact ponctuelle entre particules au profit d'un cou de plus en plus large entraîne le déraffinement du maillage dans ces zones et donc une mauvaise précision sur la description des cous mais également potentiellement des pertes de masse (par diffusion numérique).

Une alternative à cette difficulté pourrait consister à utiliser une fonction level-set par particule. En effet, la métrique prédéterminée, dont nous avons déjà discutée, présente la capacité de pouvoir prendre en compte plusieurs level-sets [Bernacki et al., 09]. De plus, l'autre méthode basée sur un estimateur d'erreur pourrait également être utilisée sur chacune des fonctions level-set et une métrique résultante obtenue par intersections successives de ces métriques [Gruau, 04] pourrait être utilisée pour l'adaptation du maillage. Cependant, si la nécessité de considérer une fonction level-set par grain pour un polycristal peut-être nécessaire pour la prise en compte d'un comportement différent par grain (cadre de la plasticité cristalline [Bernacki et al., 09]), ce choix serait beaucoup moins justifié dans le cadre qui nous intéresse puisque le comportement des particules est supposé homogène. De plus, il ne faut pas perdre de vue qu'une telle stratégie sous-entendrait la résolution d'un problème de transport pour chaque particule et non plus de manière globale comme proposé jusqu'à maintenant. Ainsi, cette stratégie multiplierait les temps de calculs. Finalement, pour éviter cette solution trop coûteuse tout en améliorant notre adaptation de maillage aux cous des particules pour nos deux méthodes de construction de métrique, une méthode de coloration de graphe a été utilisée afin de former des familles de particules de telle sorte que deux particules adjacentes dans la microstructure soient associées à deux familles distinctes (Fig. 3-27), chacune de ces familles étant ensuite décrite par une fonction level-set.

L'algorithme de coloration utilisé ne respecte pas nécessairement le nombre optimal de couleur à générer (quatre pour les cas 2D d'après le célèbre théorème des quatre couleurs) mais il cherche à optimiser le rapport entre coût de la coloration et nombre de couleurs obtenues. Cette approche permet donc de conserver une description implicite des cous entre particules (Fig. 3-28) en utilisant un nombre très restreint de fonctions level-sets pour décrire l'ensemble des particules. Une limitation actuelle de cette approche réside dans le fait qu'à partir d'un certain pourcentage de déformation, deux particules appartenant à une même famille peuvent devenir voisines même si elles ne l'étaient pas au début de la simulation (Fig. 3-29). Dans le cadre de l'approche actuelle, le seul moyen d'éviter ou de retarder ce problème consiste pour une particule d'une famille à exclure les voisines d'ordre 1 et d'ordre 2 de cette particule dans la dite famille, cela ayant pour effet d'augmenter le nombre de familles et donc de level-sets résultantes. Dans un travail futur, la coloration pourrait être réactualisée de manière optimum au cours de la compaction.



(a) (b)

Figure 3 - 26. (a) Aberrations au niveau des cous entre les particules, (b) déraffinement du maillage au niveau des cous.

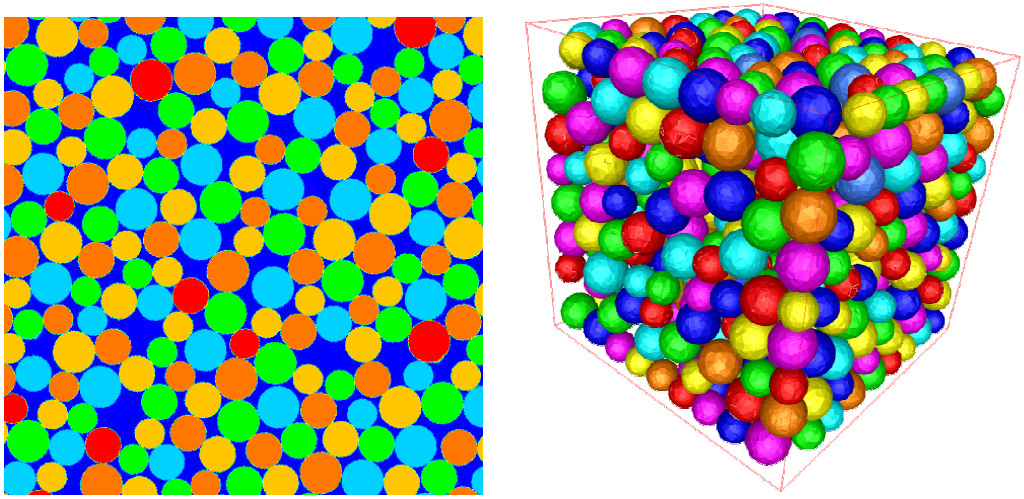


Figure 3 - 27. Utilisation de la méthode de coloration de graphe pour la génération des particules.

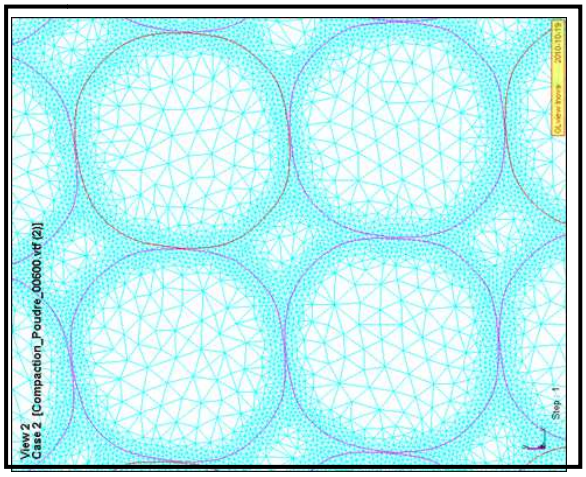


Figure 3 - 28. Maillage avec utilisation de la méthode de coloration de graphe.

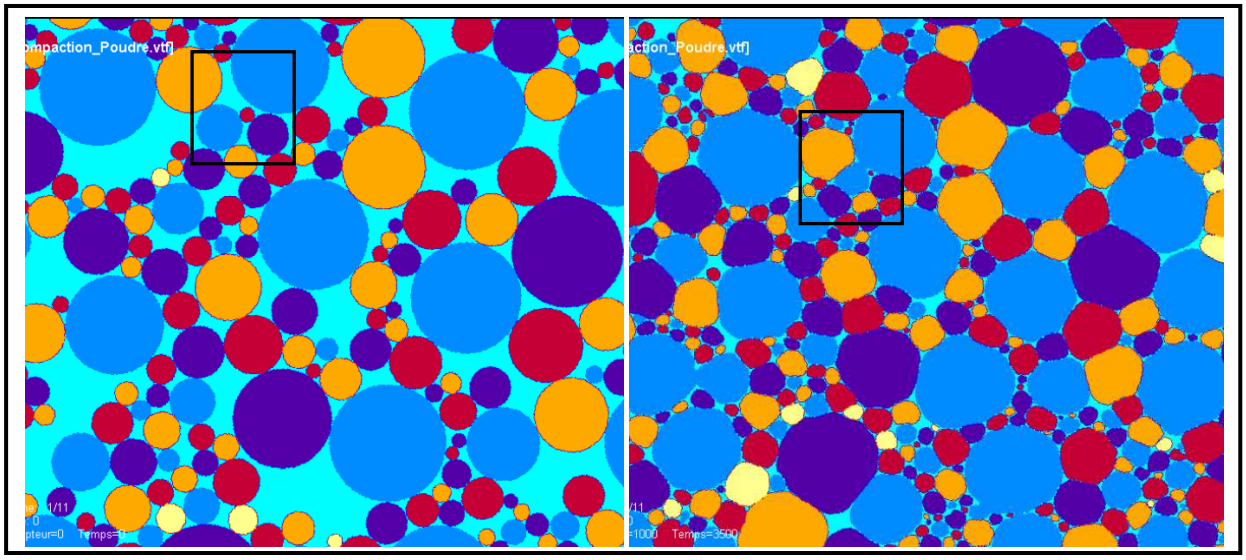


Figure 3 - 29. Cas où la méthode de coloration de graphe ne tenant compte que des particules initialement voisines n'est pas suffisante.

7. Compaction d'un VER 2D avec comportement viscoplastique de type puissance

Afin d'être plus réaliste, la simulation numérique du procédé CIC doit prendre en compte les non-linéarités réelles de la loi de comportement. C'est pourquoi, après avoir travaillé dans un cadre newtonien, nous avons étendu notre modèle à un comportement réel des particules, qui est le comportement viscoplastique de type puissance. A la différence du comportement newtonien, la valeur du coefficient <*m*> dans l'équation 3-18 n'est alors plus égale à 1.

Dans une première approche, nous avons appliqué ces modifications pour modéliser la compression de particules dans un VER de forme carrée soumis à des conditions aux limites en contraintes normales. Nous commençons alors cette partie par la présentation, d'une manière succincte, d'un premier cas test contenant une granulométrie simple dont le but est de présenter les résultats obtenus ainsi que les difficultés rencontrées pour le cas de la compaction d'un VER carré avec comportement réel des particules soumis à des CLs en contraintes normales.

Dans une deuxième approche, et suite à des difficultés rencontrées dans la première approche (que nous présenterons à la fin de la section 7.1), nous avons modélisé un cas de VER circulaire qui permet de les éviter. Pour mettre en valeur ce dernier choix, nous commencerons la présentation des résultats par une compaction avec granulométrie simple (section 7.2.1). Ce cas test va permettre d'étudier l'utilisation d'un VER circulaire mais aussi l'influence des paramètres numériques sur les résultats. Finalement, nous terminerons ce chapitre par la présentation de cas de compaction de particules avec granulométrie réelle. A noter que tous les cas présentés dans cette section 7 de ce chapitre utilisent, pour l'adaptation de maillage, la méthode prédéterminée sur plusieurs level-sets après coloration avec raffinement de type isotrope.

7.1. VER carré

L'objectif de cette sous section n'est pas de discuter d'une manière détaillée les résultats obtenus mais plutôt de présenter et discuter les problèmes rencontrés avec les VERs de forme carrée soumis à des CL en contraintes normales et de justifier notre choix de travailler avec des VERs circulaires en 2D (section 7.2). C'est pourquoi, la présentation des résultats dans cette sous section est effectuée d'une manière succincte en se focalisant principalement sur les problèmes rencontrés.

Vu la symétrie du problème, nous avons effectué le calcul sur un quart du VER (Fig. 3-30). La taille du VER modélisé est égale à 1 mm * 1 mm et le rayon des particules est égal à 0,05 mm. Les conditions aux limites en contraintes normales ont été appliquées de manière faible dans la formulation du problème mécanique (Eq. (3-20)).

Le choix de la configuration des deux milieux englobants au niveau du bord du domaine représente un des problèmes rencontrés avec ce choix de forme de VER (Fig. 3-31). En effet, les contraintes normales appliquées comme CL entraînent un déplacement complexe des outils fictifs. Nous rappelons que dans ce contexte les outils fictifs sont alors déplacés à chaque incrément temporel par la résolution du problème (3-10) sur α_{ME}. Ainsi, à partir d'une certaine déformation, un contact entre les deux MEs est créé et peut avoir une influence sur le calcul mécanique. Pour résoudre ces aberrations et limiter ces zones de contact, une translation tangentielle imposée en fonction du temps des deux milieux englobants a été introduite (Fig. 3-32). Ainsi, les MEs se déplacent dans la direction tangentielle d'une manière implicite suite à chaque itération avec une vitesse de déplacement égale à la vitesse maximale de déplacement des particules qui sont en contact avec les MEs.

Nous avons ainsi modélisé la compaction de particules sur un VER de forme carrée pour une température fixe. Les paramètres m et K de la loi de type puissance sont considérés constants avec m^{Po}= 0.5 et K^{Po}= 10^6 kPa pour les particules. De plus, concernant le ME, les valeurs suivantes ont été utilisées m^{ME}= 0.5 et K^{ME}= 10^8 kPa. La figure 3-30 représente les différentes configurations, initiale et obtenues après 20 et 40 % de ''déformation'' (réduction relative du volume apparent du VER).

Le travail avec un VER carré soumis à des CLs en contraintes normales a permis de mettre en place une deuxième procédure de calcul afin de modéliser la compaction d'un ensemble de particules ayant un comportement de type puissance soumis à une contrainte normale. Concernant la densification, nous remarquons que les particules évoluent d'une manière remarquable pour fermer les pores existants et tendent vers un milieu dense (Fig. 3-30). Nous remarquons sur la figure 3.31 (ligne blanche sur la première image) que le contact particules - ME n'est plus une ligne droite. En effet, la réaction d'une particule vis-à-vis du ME dépend de la position et de la rigidité des particules et donc de la déformation à laquelle elles sont soumises (loi de type puissance des particules). Ceci implique la nécessité d'appliquer un ME suffisamment rigide pour éviter une éventuelle déformation des MEs comme illustrée par la valeur de K^{ME} précisée dans le paragraphe précédent (une difficulté numérique de plus vu le

gradient de comportement important à imposer entre particules et MEs). Afin de limiter les effets de bord (phénomène du coin et déformation des outils (Fig. 3-31)), d'autres modélisations ont été réalisées avec des VER circulaires.

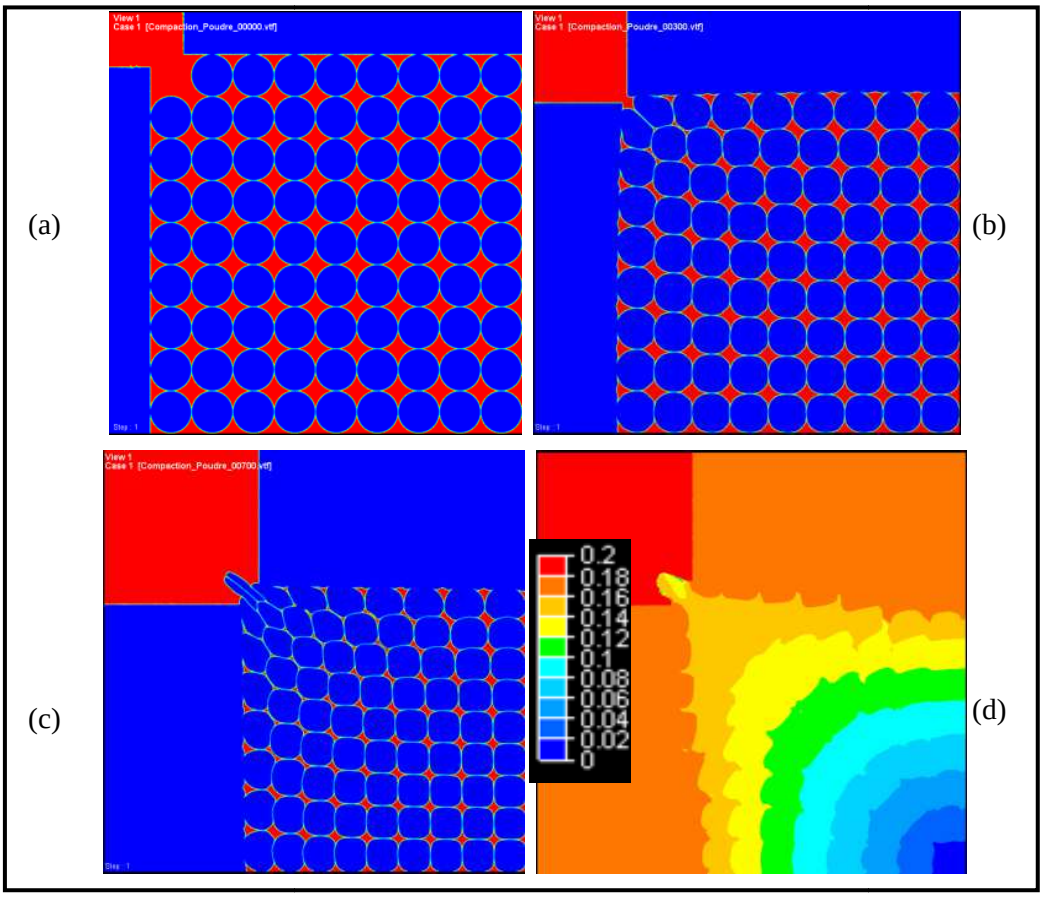


Figure 3 - 30. Evolution d'un VER carré en 2D (a) état initial (b) après 20% et (c) après 40% de réduction du volume apparent (d) norme de la vitesse (mm/s) après 40% de déformation.

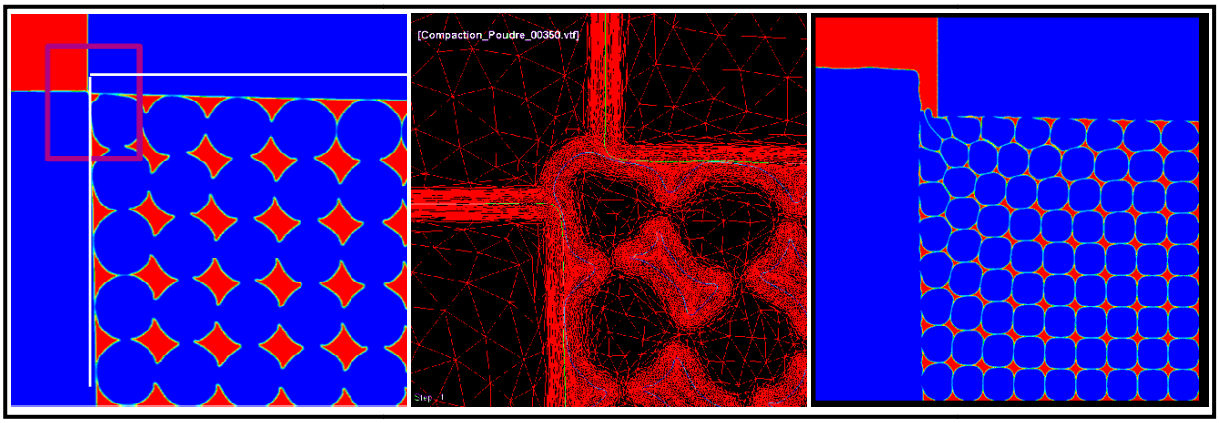


Figure 3 - 31. Problèmes rencontrés pour un VER carré.

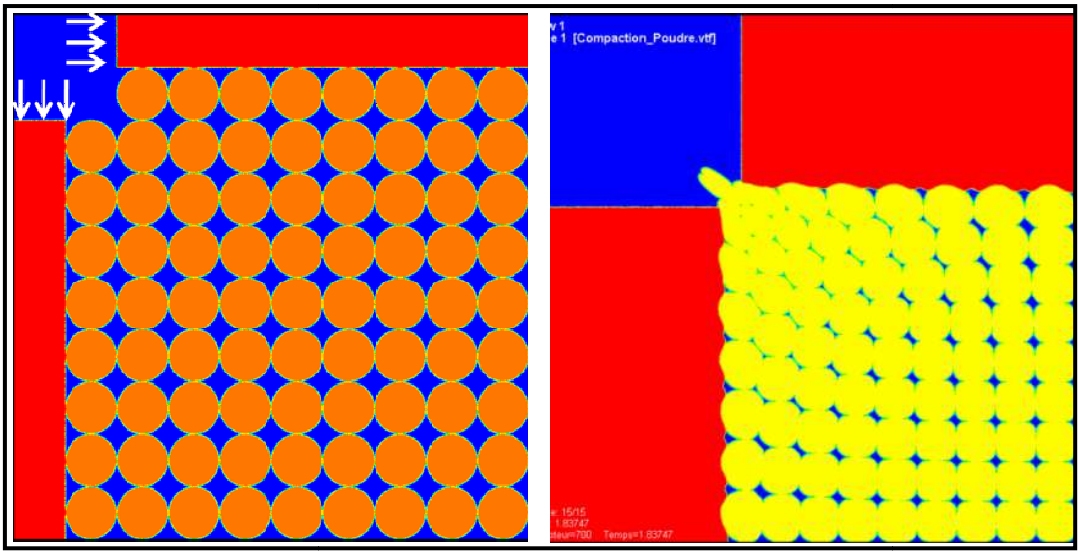


Figure 3 - 32. Mouvement de translation ajouté au mouvement naturel du ME.

7.2. VER circulaire

7.2.1. Granulométrie simple

Afin d'évaluer au mieux les résultats obtenus tout en limitant les effets de bord, nous avons modélisé, dans une deuxième approche, un VER de forme circulaire (cercle de rayon égal à 0,8 mm). Dans cette approche, nous utilisons des conditions aux limites en pression. Ceci consiste à imposer des degrés de liberté en pression dans la résolution (*v*,*p*) sur les nœuds de frontière du ME. Cette pression est transmise aux particules de poudre au moyen d'un milieu englobant (couronne d'épaisseur 0,2 mm) (Fig. 3-33). Ce cas représente la modélisation du mécanisme de déformation viscoplastique à chaud d'une poudre métallique durant la dernière heure de la montée en pression et température dans un cycle CIC. Ceci veut dire que la température évolue de 800 à 1150°C et la pression de 80 à 120 MPa en une heure (Fig. 3-34).

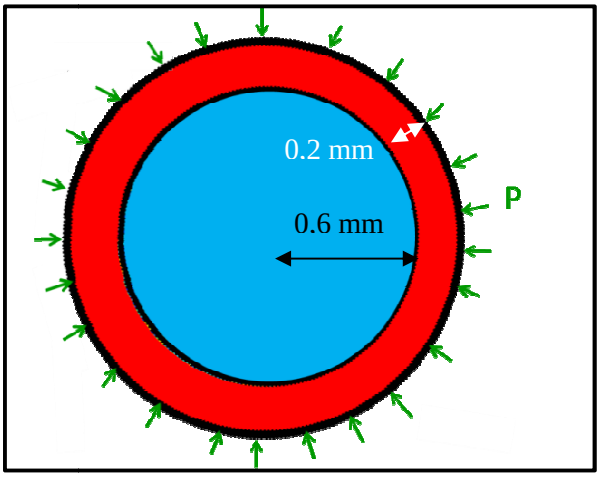


Figure 3 - 33. Application de CL en pression sur un VER circulaire.

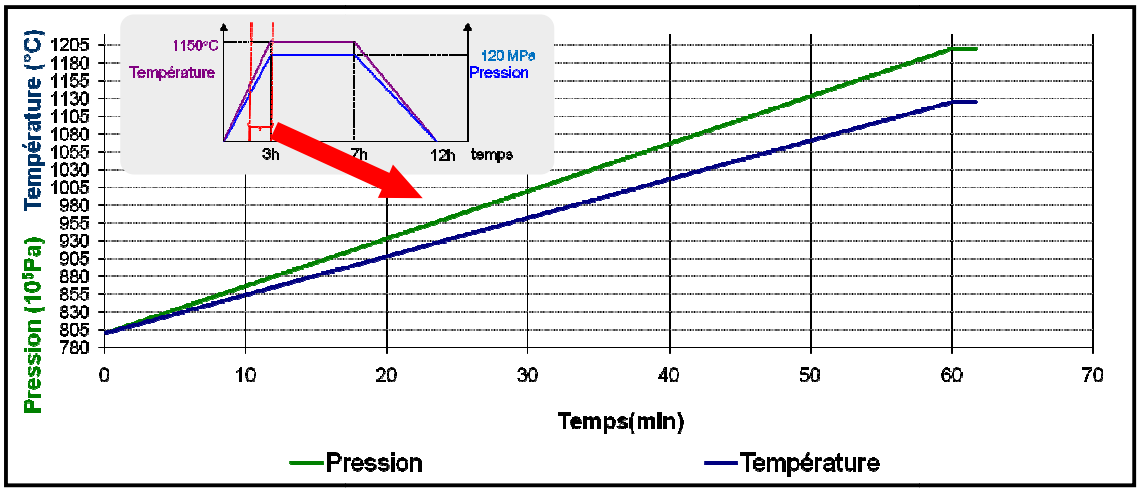


Figure 3 - 34. Cycle appliqué sur VER circulaire.

La granulométrie générée est une granulométrie discrète qui correspond au tableau 3-5. La méthode utilisée pour générer une granulométrie polydisperse dans le cadre de ce travail permet de générer l'ensemble des particules dans un VER carré en 2D ou cubique en 3D (section 6.1 de ce chapitre). Cependant, cette méthode ne permet pas de générer un ensemble de particules dans un VER circulaire. Pour cela et pour modéliser un cas de VER circulaire, nous avons généré les particules dans un carré de taille plus grande que la taille du VER à modéliser. Ensuite, une intersection entre le VER et le carré est effectuée. Ceci explique l'observation de particules non complètes au niveau du contact particules - ME. Il est à noter que le rapport pour ce cas entre le rayon de la plus petite particule générée et h_{min} est de l'ordre de 33.

Les paramètres numériques et physiques utilisés sont détaillés dans le tableau 3-6. Pour tenir compte de l'effet de la température sur la loi de comportement des particules, nous avons introduit un cycle de température *T(t)* fonction du temps du cycle *t* et une base de données des paramètres *K(T)* et *m(T)* (Fig. 3-2) fonction de *T(t)*. Ainsi, à chaque instant t de la simulation, le modèle détermine la température *T(t)* du VER (la température est uniforme à chaque incrément du calcul). Ensuite, les paramètres de la loi de comportement des particules seront identifiés avec une interpolation linéaire entre les différentes données de la figure 3-2.

Rayon (µm)	40	45	50
Probabilité en nombre	30%	40%	30%

Tableau 3 - 5. Granulométrie des particules de poudre générée.

Consistance	Milieu englobant	1 GPa
	Particules	De 371 MPa à 580 MPa (T évolue de 800 à 1150°C : Fig. 3-34)
	Milieu interparticulaire	10^{-3} MPa
Sensibilité	Milieu englobant	0.2
	Particules	De 0.198 à 0.495 (T évolue de 800 à 1150°C : Fig. 3-34)
	Milieu interparticulaire	1
Compressibilité	Milieu englobant	10^{-13} (kPa^{-1})
	Particules	10^{-13} (kPa^{-1})
	Milieu interparticulaire	10^{-5} (kPa^{-1})
h_{min}		0,0012 mm
Pas de temps		1.5 s
Période de remaillage		20 inc
Pression appliquée sur les particules		Evolue entre 80 MPa et 120 MPa
Nombre d'élément (Nombre de nœuds)		302159 éléments (152247 nœuds)

Tableau 3 - 6. Paramètres numériques et physiques utilisés.

A cause de la rigidité du ME, la pression appliquée à la frontière externe du VER n'est pas forcément égale à la pression appliquée sur les particules (pression appliquée sur une couronne). Pour répondre à cette problématique, une étude analytique a été établie pour déterminer une relation entre la pression appliquée à la frontière (CL) et la pression appliquée sur les particules (annexe 5).

Nous représentons, sur la figure 3-35, le VER à l'état initial, après 30 minutes et après une heure de compaction. Nous exposons aussi la cartographie de la norme de la vitesse et le vecteur vitesse sur la figure 3-36. Nous remarquons qu'ils ne sont pas vraiment homogènes dans le VER (poudre et ME) puisqu'ils dépendent principalement de l'arrangement des particules. Cependant, ils sont linéaires en fonction de r en moyenne dans le milieu poudre : ils sont plus importants sur les particules en contact avec le ME et négligeables sur l'élément du centre du VER.

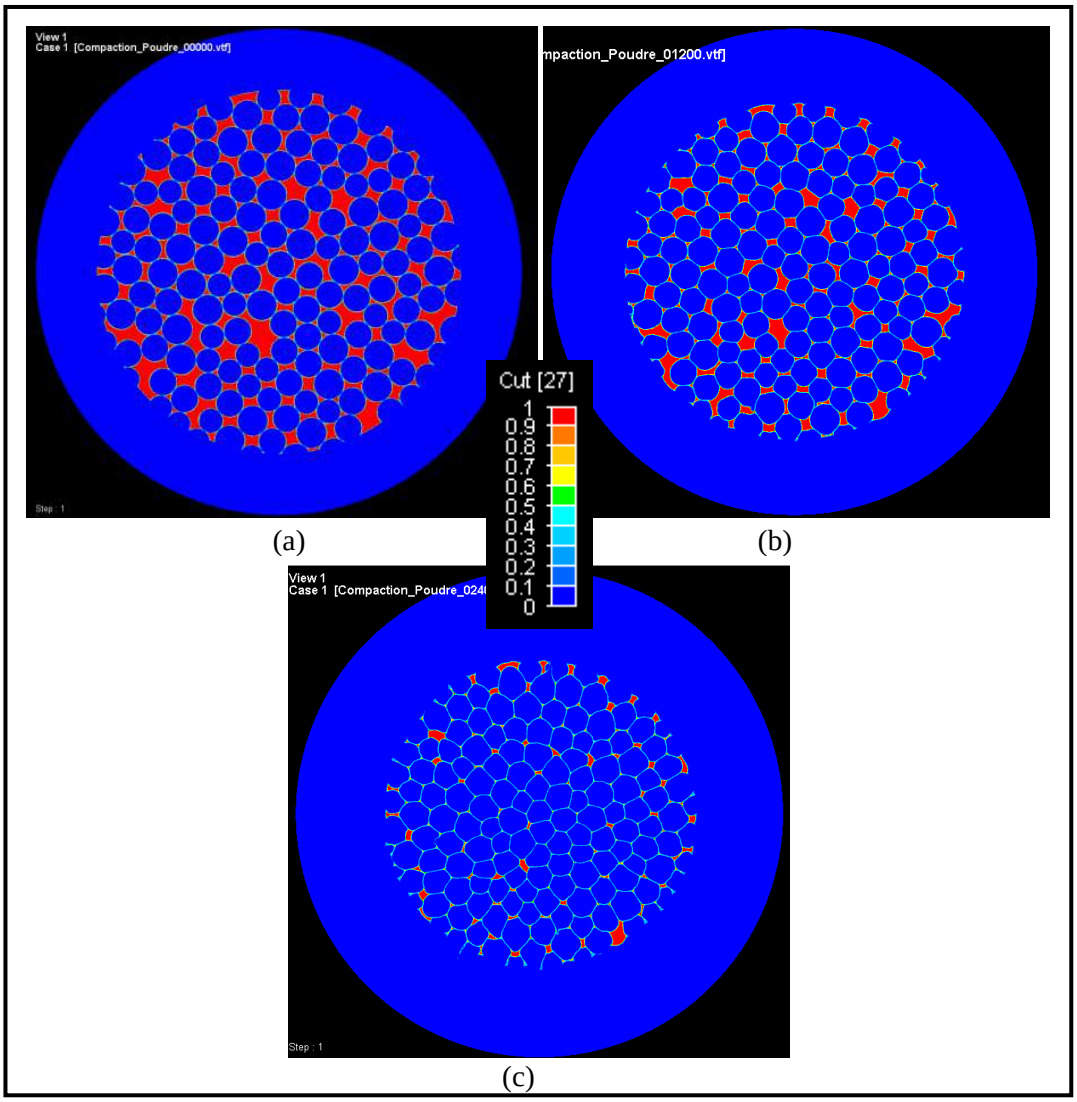


Figure 3 - 35. Distribution de la sensibilité à la vitesse de déformation (a) état initial (b) après 30 minutes et (c) après 60 minutes de compaction.

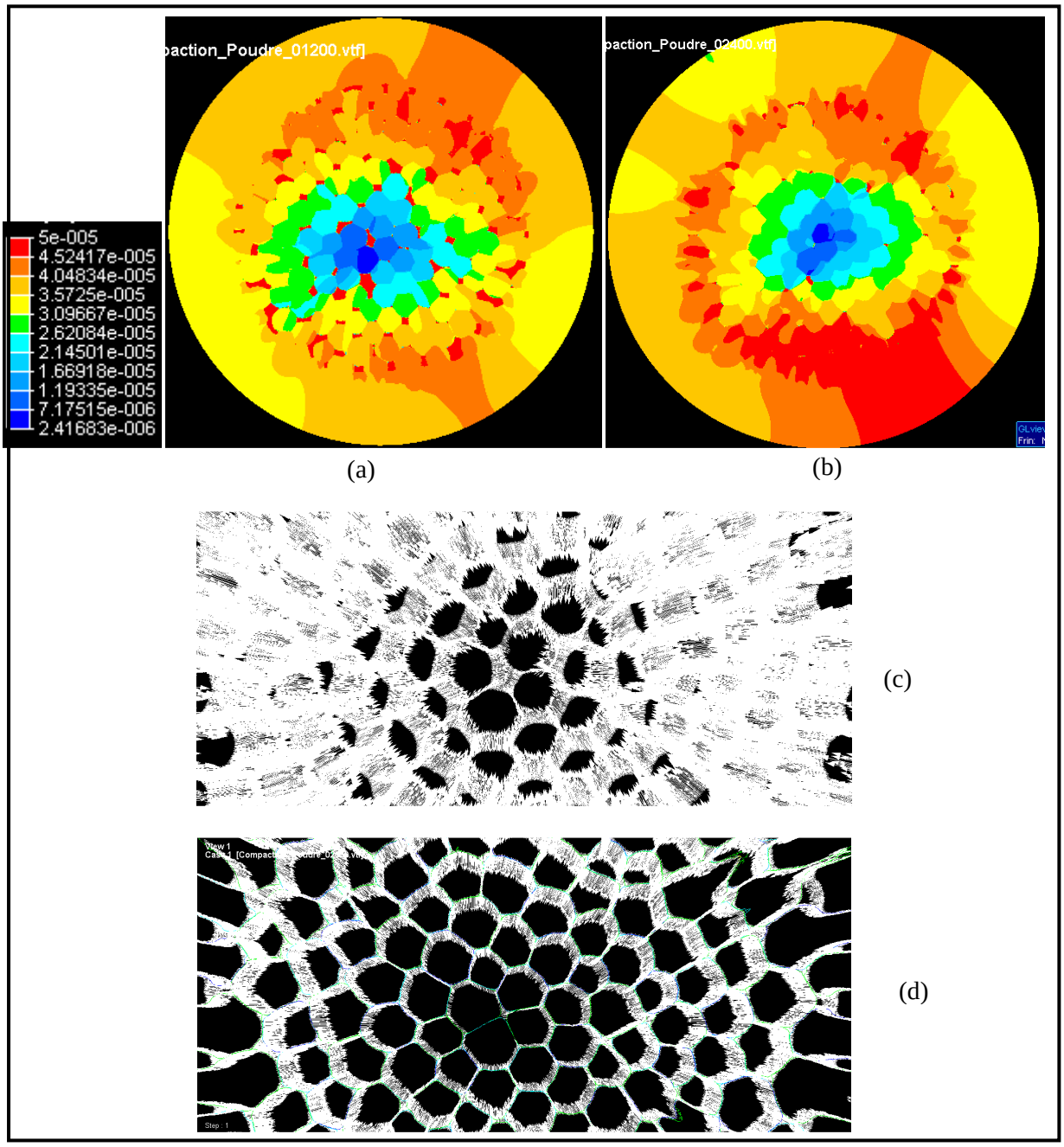


Figure 3 - 36. Cartographie de la norme de la vitesse (mm/s) (a) après 30 minutes et (b) après 60 minutes et du vecteur vitesse (mm/s) (c) après 30 minutes et (d) après 60 minutes de compaction.

Concernant l'évolution de la densité relative en fonction du temps, elle évolue de 0,75 à 0,94. Notons qu'en effectuant un zoom sur le VER à la fin de cette modélisation (Figure 3-37), nous remarquons bien l'évolution considérable de la forme des particules et la disparition des pores pour atteindre quasiment un matériau totalement dense. De plus, nous constatons que l'épaisseur du ME augmente en fonction du temps. Ceci est dû à la convection de sa fonction level-set. Afin de montrer la capacité de notre modèle à modéliser la compaction et le contact entre particules, nous exposons dans la figure 3-37 un zoom sur le contact entre particules.

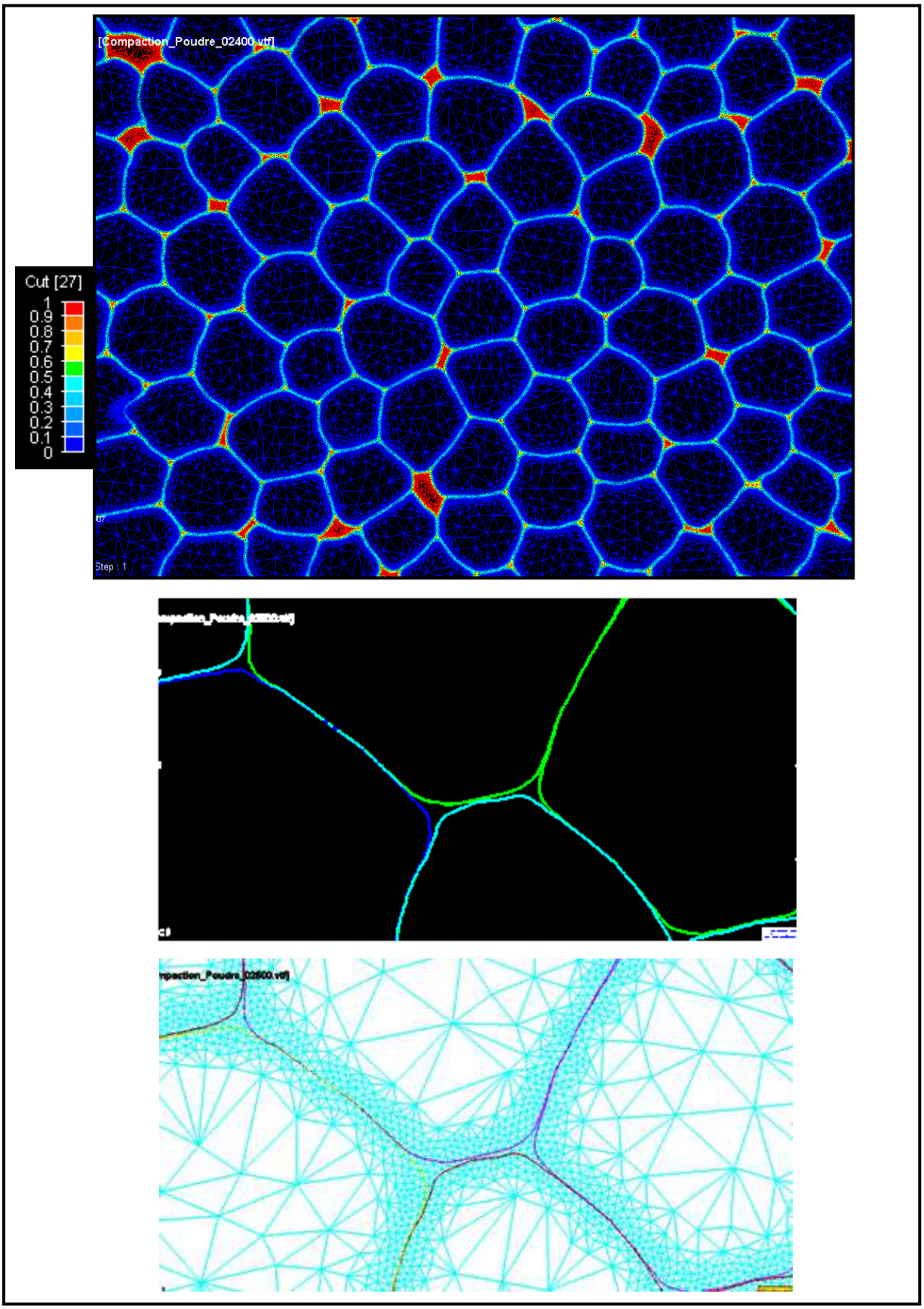


Figure 3 - 37. Zoom au centre du VER (a) distribution de la sensibilité à la vitesse de déformation (b) zoom sur le contact entre particules (isovaleur 0 des particules) et (c) zoom sur le contact entre particules avec superposition du maillage correspondant.

Sur les premiers essais en loi puissance et avec une granulométrie polydisperse, une difficulté supplémentaire a été constatée par rapport aux premiers cas newtoniens : une perte de masse beaucoup plus importante pour les mêmes paramètres de transport et de remaillage. L'optimisation du remaillage ayant été réalisée, et n'améliorant pas cette constatation, nous avons travaillé sur une étude de la sensibilité aux paramètres du solveur de transport définit par l'équation (3-10) pour la perte de masse. Nous représentons, dans la figure 3-38, l'influence du paramètre numérique (L_{min}) sur la conservation de matière. Nous remarquons que ce paramètre a une grande influence sur cet observable. Nous passons d'une perte de matière d'environ 19% à une valeur d'environ 1%, soit un rapport de 19 pour respectivement une valeur de L_{min}=10^{-3} mm et L_{min}=1.6 10^{-3} mm (avec h_{mesh}=10^{-3} mm).

L'analyse de ces résultats montre que le choix du paramètre L_{min} est très important pour la précision des calculs. En effet, L_{min} doit prendre la plus grande valeur possible entre h_{mesh} et 2*h_{mesh} tout en assurant la convergence du solveur de transport. Nous pouvons également remarquer que les résultats obtenus montrent qu'à partir d'une certaine valeur de L_{min}, la différence entre les courbes d'évolution de la densité relative devient de plus en plus faible. Etant donné que le bilan de masse est effectué sur l'ensemble du VER, mais que la densité relative moyenne est évaluée sur un carré situé à l'intérieur du VER (Fig. 3-12 : ici de côté 0.3 mm), cela semble indiquer que la diffusion numérique est beaucoup plus importante au niveau du bord du VER. On peut donc penser que les zones triples (Poudre – ME – MI) en sont la cause.

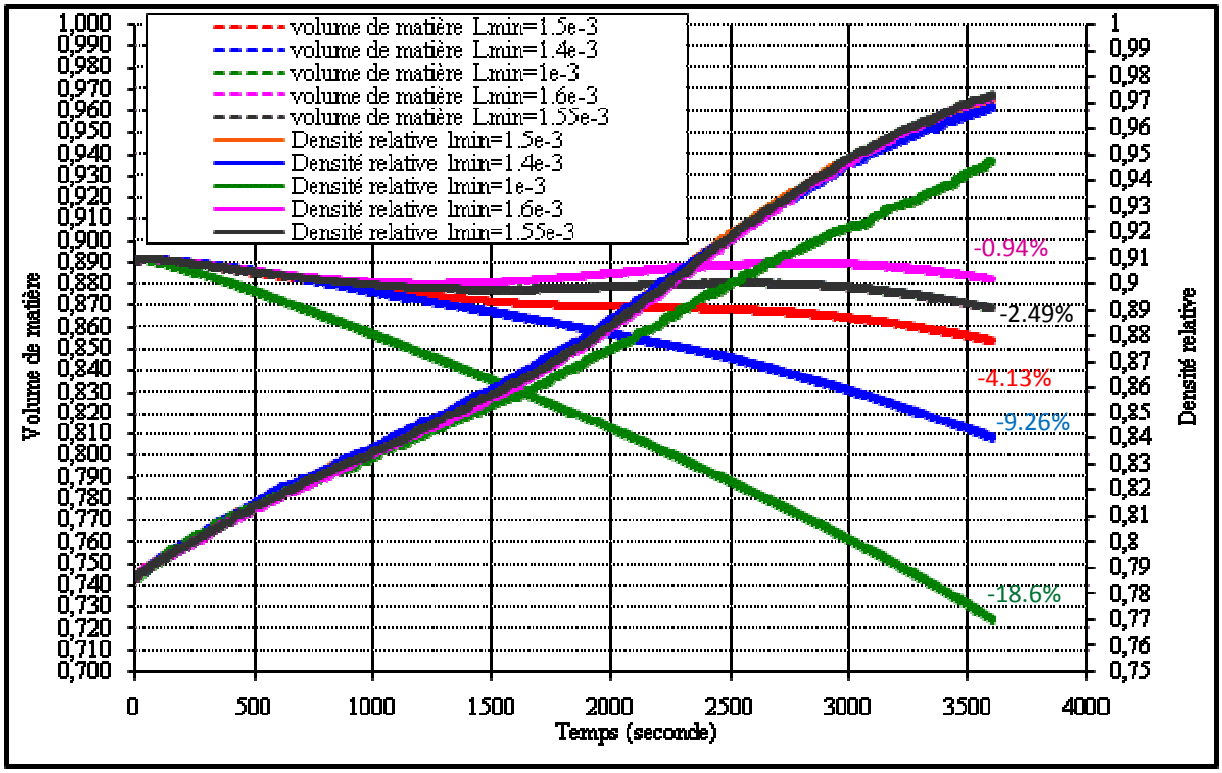


Figure 3 - 38. Evolution du volume de matière et de la densité relative pour différentes valeurs de L_{min} (jusqu'à 60 minutes).

L'influence de la période de remaillage a aussi été réétudiée. Dans la figure 3-39, nous représentons l'évolution du volume des particules pour trois valeurs différentes de la période de remaillage. Nous remarquons que, bien que la perte de masse observée ne soit pas comparable à celle émanant d'un choix inadapté de L_{min}, l'augmentation de la période de remaillage est synonyme d'une meilleure conservation du volume de matière. Cela confirme les résultats obtenus dans les précédents tests numériques et met en évidence un phénomène de diffusion numérique lors des opérations de remaillage, déjà présenté précédemment, qu'il est nécessaire de limiter en ne remaillant que lorsque cela est nécessaire. Là encore, nous remarquons que l'évolution de la densité relative est beaucoup moins sensible à la période de remaillage. Ceci veut dire que les régions périphériques (triples Poudre/MI/ME) seraient donc également plus sensibles aux erreurs de remaillage.

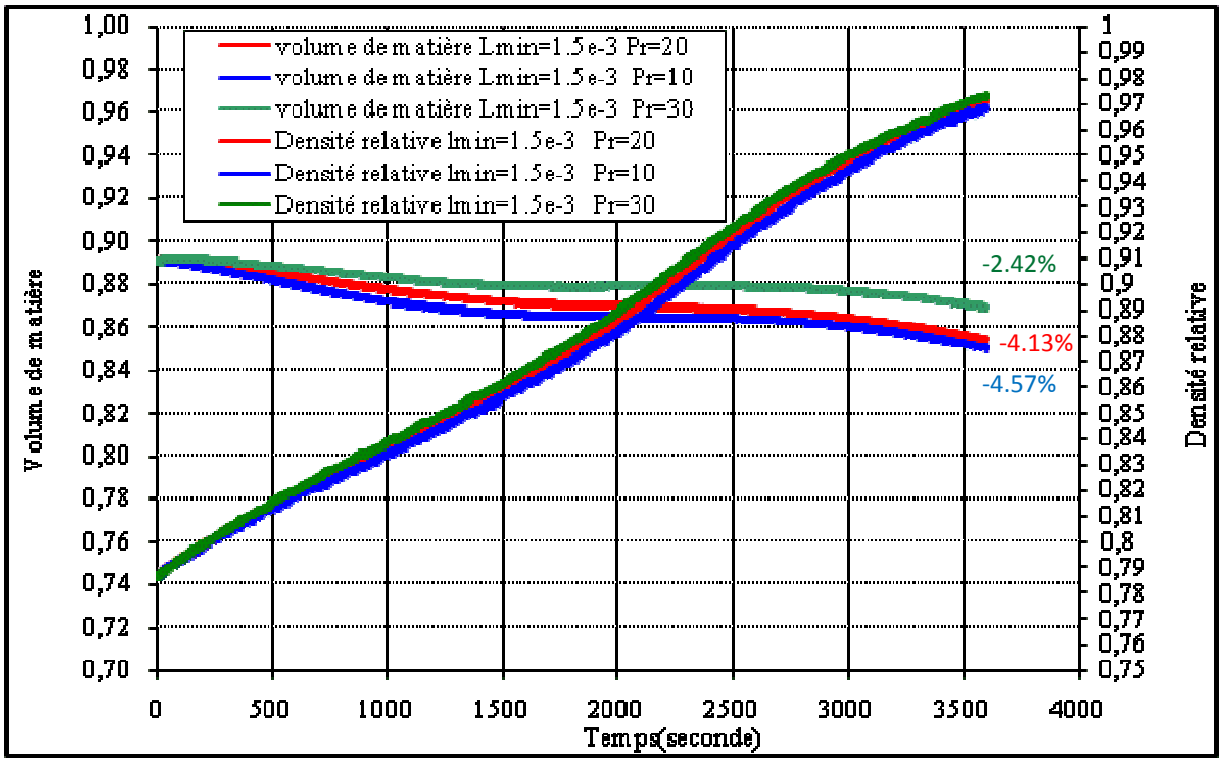


Figure 3 - 39. Evolution du volume de matière et de la densité relative pour différentes valeurs de la période de remaillage (jusqu'à 60 minutes, "Pr" indique la période de remaillage).

Conformément aux résultats avec un comportement newtonien pour les particules, les simulations des VERs élaborées nous ont montré qu'il était possible d'optimiser la perte de masse en choisissant des valeurs numériques optimisées. Cette optimisation repose essentiellement sur le choix d'une valeur optimale de L_{min} (la plus grande possible), la période de remaillage (la plus longue possible), la finesse du maillage et le coefficient de compressibilité (le plus proche possible de zéro).

7.2.2. Granulométrie réelle utilisée en 2D

Pour être plus réaliste, nous nous intéressons dans cette partie à la compaction d'une granulométrie réelle (Fig. 3-40). Ce VER circulaire, de rayon égal à 0.65 mm est composé d'à peu près 1500 particules. Il est généré avec une erreur L_2 entre la granulométrie expérimentale tronquée introduite et la granulométrie générée égale à 5,2% (section 6.1 de ce chapitre). Huit familles de level-set ont été générées pour ce cas avec la méthode de coloration de graphe (section 6.3). Les figures 3-40 et 3-41 présentent le VER modélisé ainsi que le maillage initial correspondant. Ce dernier est composé de 760917 nœuds et de 1516699 éléments. Les valeurs des propriétés physiques et numériques utilisées sont récapitulées dans le tableau 3-7. Notons que pour ce cas le rapport entre le rayon de la plus petite particule générée et h_{min} est de l'ordre de 4,6. De plus, pour des raisons de coût de calcul, le maillage utilisé n'était pas suffisamment fin pour pouvoir modéliser fidèlement le comportement des plus petites particules. La densité relative initiale calculée au centre du VER est égale à 0.8.

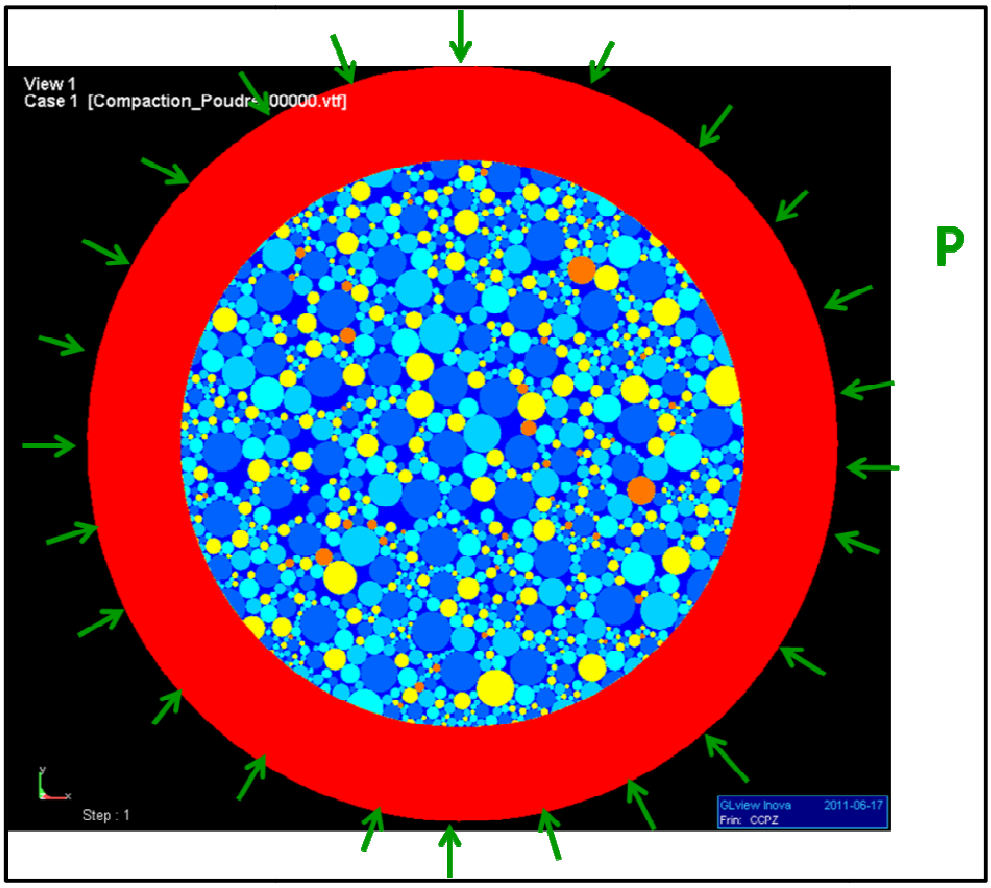


Figure 3 - 40. VER généré avec la granulométrie réelle (rayon de 0.8 mm).

K	MEnglobant	1 GPa
	Particules	De 371 MPa jusqu'à 580 MPa
	MI	10^{-3} MPa
m	MEnglobant	0.2
	Particules	De 0.198 jusqu'à 0.495
	MI	1
C_K	MEnglobant	10^{-7} (kPa^{-1})
	Particules	10^{-7} (kPa^{-1})
	MI	10^{-2} (kPa^{-1})
h_{min} (taille de maille aux interfaces)		0,5 µm
Période de remaillage		35s

Tableau 3 - 7. Paramètres numériques et physiques utilisés.

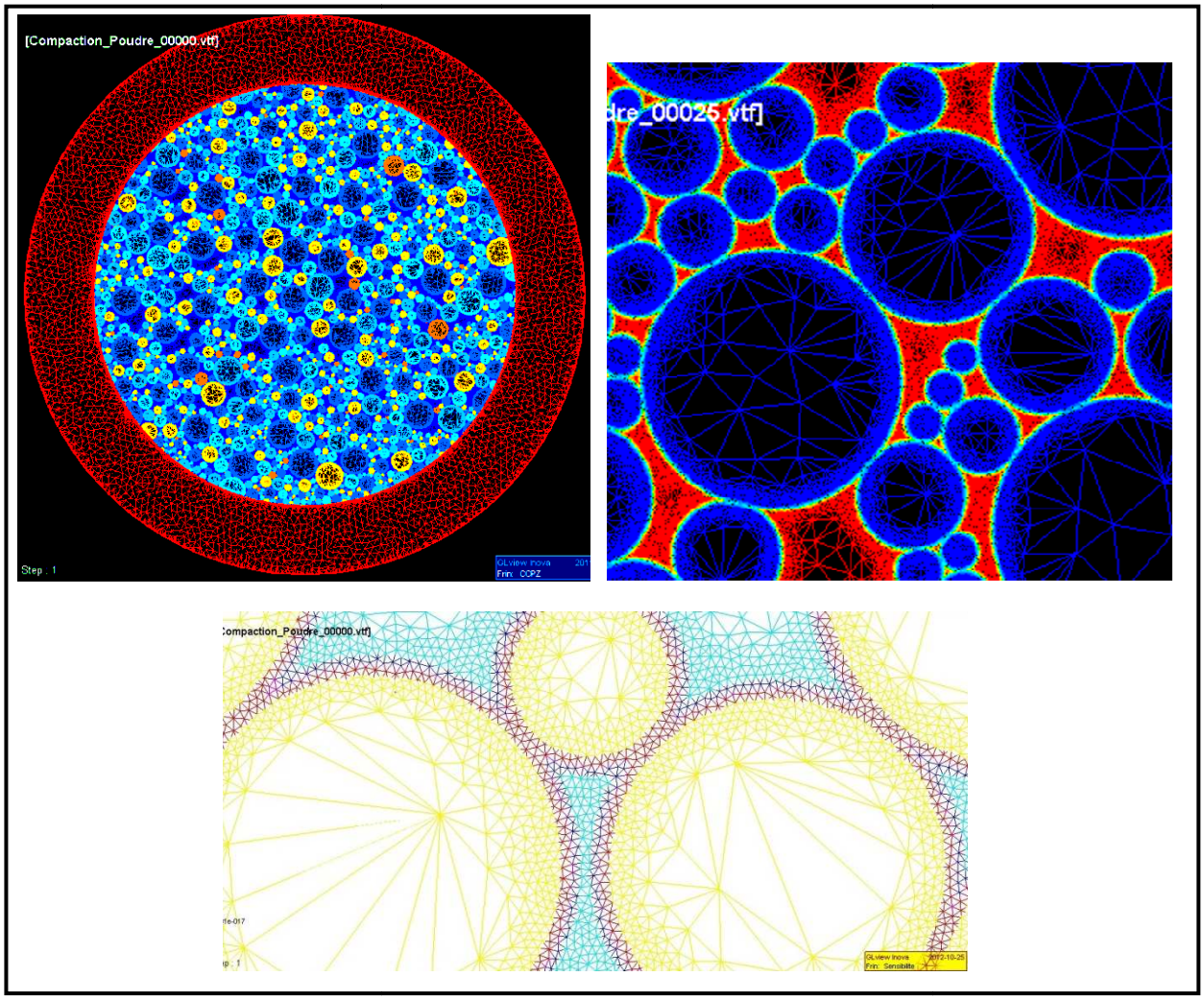


Figure 3 - 41. Maillage généré pour un VER contenant 1500 particules.

Nous représentons sur la figure 3-42 l'évolution des particules au centre du VER de l'état initial jusqu'à la fin de la montée en température et en pression (de 800°C jusqu'à 1150°C).

Le champ tracé est la sensibilité à la vitesse de déformation ce qui permet de visualiser les particules. Entre ces deux instants, nous remarquons une densification importante des particules (Fig. 3-43).

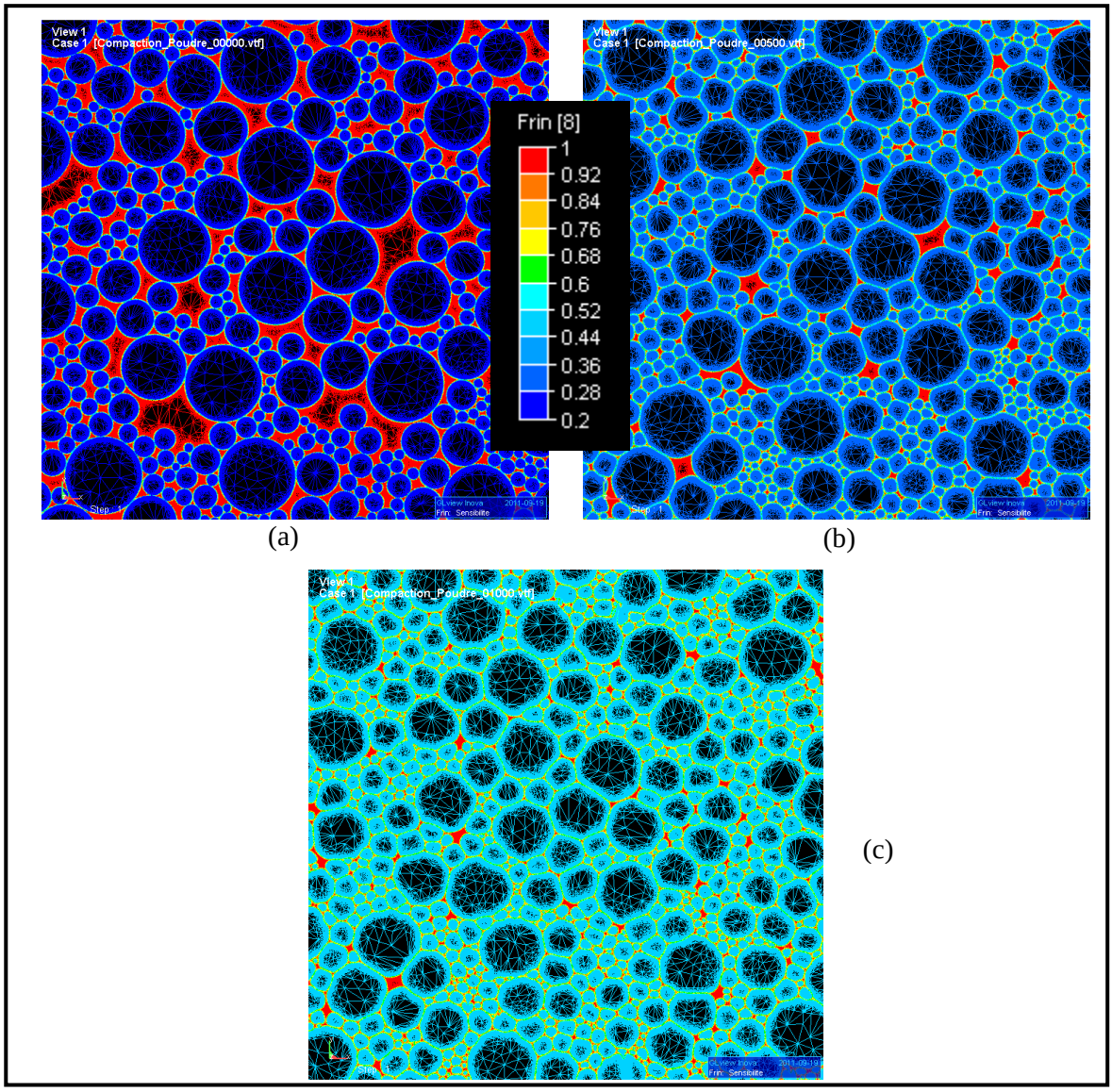


Figure 3 - 42. Cartographie de la sensibilité à la vitesse de déformation (a) configuration initiale des particules (*D*= 0.8 et *T*= 800°C) (b) configurations des particules après 35 min et 25 s (*D*= 0.91 et *T*= 1005°C) (c) et après une heure (*D*= 0.94 et *T*= 1150°C).

Sur la figure 3-43, nous représentons la cartographie de la sensibilité à la vitesse de déformation. Nous remarquons clairement l'effet de la loi de mélange au niveau du contact particule-particule. Au niveau du contact particule-particule, la sensibilité est plus élevée que celle à l'intérieur des particules tout au moins au début de la formation des cous. Ceci est dû principalement à la précision du calcul numérique et à la finesse du maillage au niveau du contact entre les particules (Fig. 3.44).

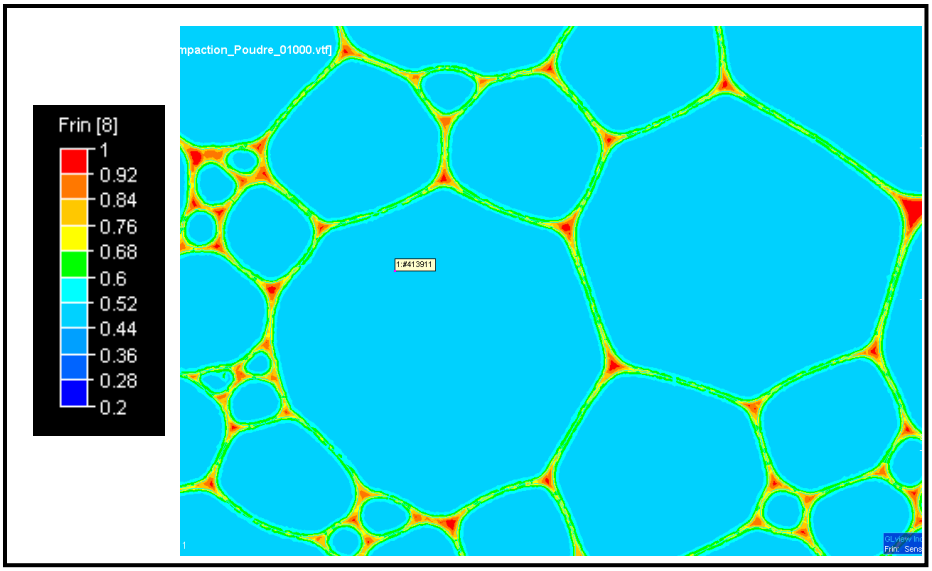


Figure 3 - 43. Zoom sur des contacts entre particules, cartographie de la sensibilité à la vitesse de déformation.

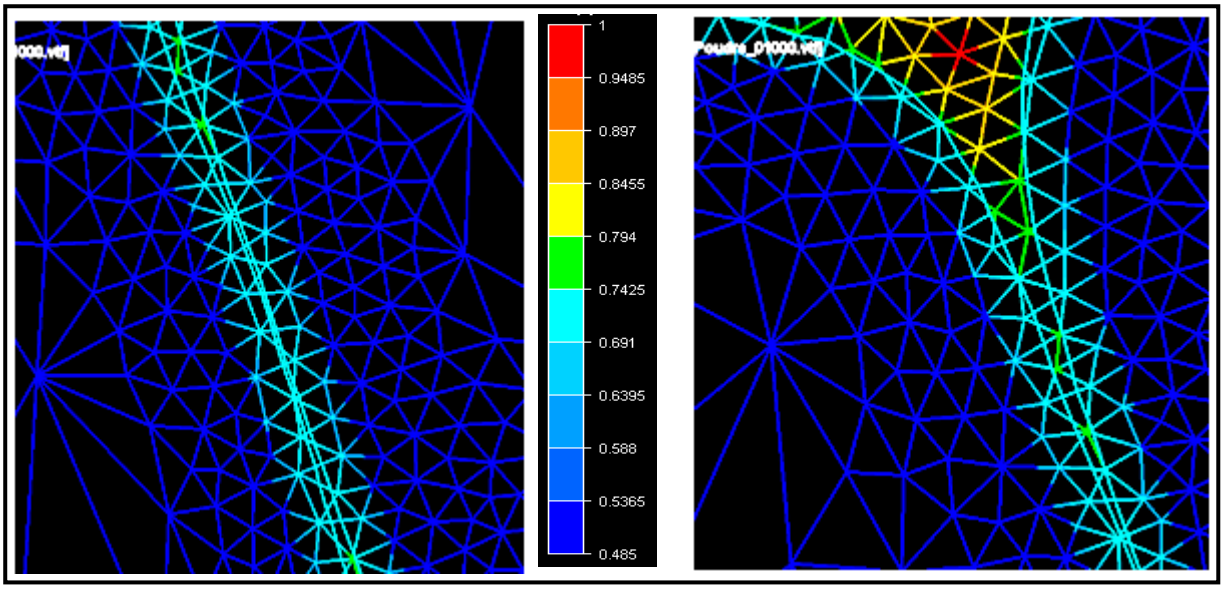


Figure 3 - 44. Cartographie de la sensibilité à la vitesse de déformation, zoom sur un contact entre deux particules.

La densité évolue de 0.8 à 0.945 durant cette simulation (Fig. 3-45). Pendant la densification, chaque particule change de forme en formant de nouvelles surfaces de contact avec les particules voisines. Ceci est bien visible sur la figure. 3-42, et permet de voir aussi certaines limitations sur le calcul de la déformation des particules les plus fines à la finesse du maillage utilisé.

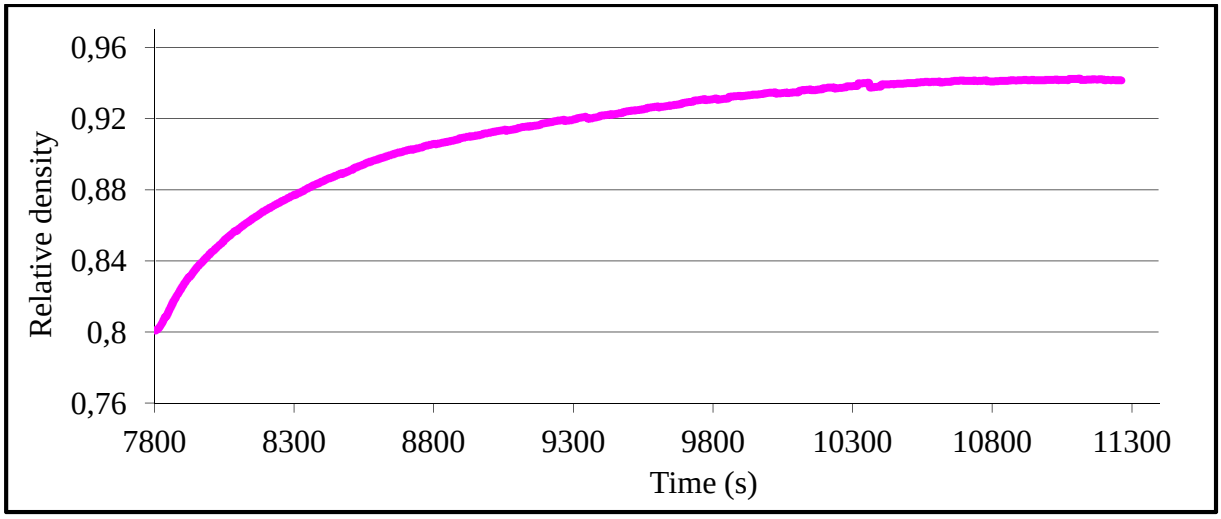


Figure 3 - 45. Evolution de la densité relative pour le cas d'un VER polydisperse.

Sur la figure 3-46, nous représentons la cartographie de la norme de vitesse et de la pression après 21 minutes et 15 secondes de déformation. Nous pouvons bien remarquer sur la cartographie de la pression un effet de voûte lié au choix de la forme du VER. En effet, le fait de travailler sur un VER circulaire entraîne l'assemblage des particules dans des voûtes et leurs déformations en arche. Ainsi les particules à l'intérieur du VER subissent seulement la pression des particules juste au dessus (les particules les plus proches du ME). Ce qui veut dire que l'évolution de la pression n'est pas bien transmise de l'extérieur vers l'intérieur. Ceci a certainement une influence sur l'évolution de la densité relative à l'intérieur du VER. Concernant l'évolution de la norme de la vitesse, et comme remarqué sur la figure 3.36, elle est linéaire en fonction de *r*, n'est pas homogène et dépend principalement de la distribution de la granulométrie de la poudre.

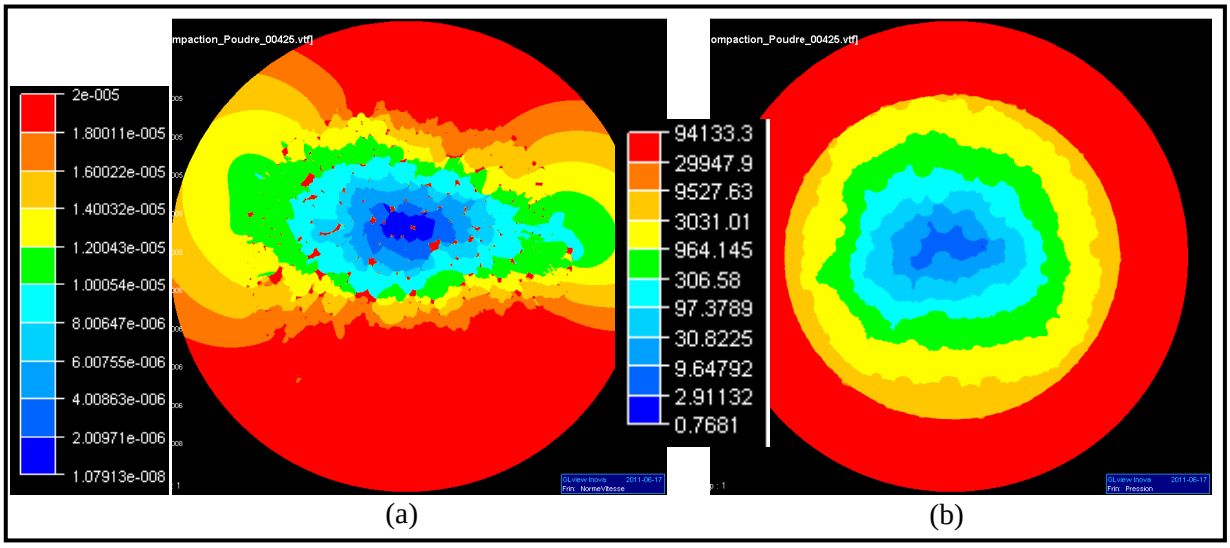


Figure 3 - 46. Cartographie de (a) la norme de vitesse en 2D (mm/s) et (b) la pression (kPa) après 1275 secondes.

Suite à cette étude 2D, plusieurs points peuvent être soulevés, à savoir:

- L'impact des CLs utilisées (imposition de la pression sur une couronne et donc effet d'arche) reste un sujet ouvert (section 7 de ce chapitre). Une priorité réside ainsi dans l'utilisation de VERs carrés avec utilisation d'outils fictifs mieux pilotés en contraintes ou en vitesse (définis selon les calculs à l'échelle macro réalisés).

- L'approche utilisée, consistant à considérer comme équivalent l'utilisation initiale d'une microstructure 2D de densité égale à 80% à celle d'une coupe d'une microstructure 3D après à peu près 10% de densification (la densité initiale de la poudre étant de l'ordre de 70%) tout en ne modélisant finalement que la dernière heure de densification (passage de 80% à 100% de densification), semble être très approximative. Afin d'étudier l'effet de cette approche sur les résultats obtenus mais aussi d'étudier et comparer l'évolution de la microstructure en regardant d'une manière générale l'aspect des particules et leurs déformations, nous avons essayé de comparer des observations des particules issues du calcul mésoscopique et des observations en M.O. Ainsi, sur les figures 3-47 et 3-48, nous présentons des observations de particules issues du travail numérique à l'échelle mésoscopique superposées à une sélection d'observations en M.O d'échantillons à densités égales (87% pour la figure 3-47 et 90% pour la figure 3-48) et à une même échelle. En termes d'évolution de la microstructure, aspect des particules et leurs déformations, nous remarquons que les particules sont beaucoup moins déformées dans les résultats numériques que celles du travail expérimental surtout au niveau contact et déformation entre particules.

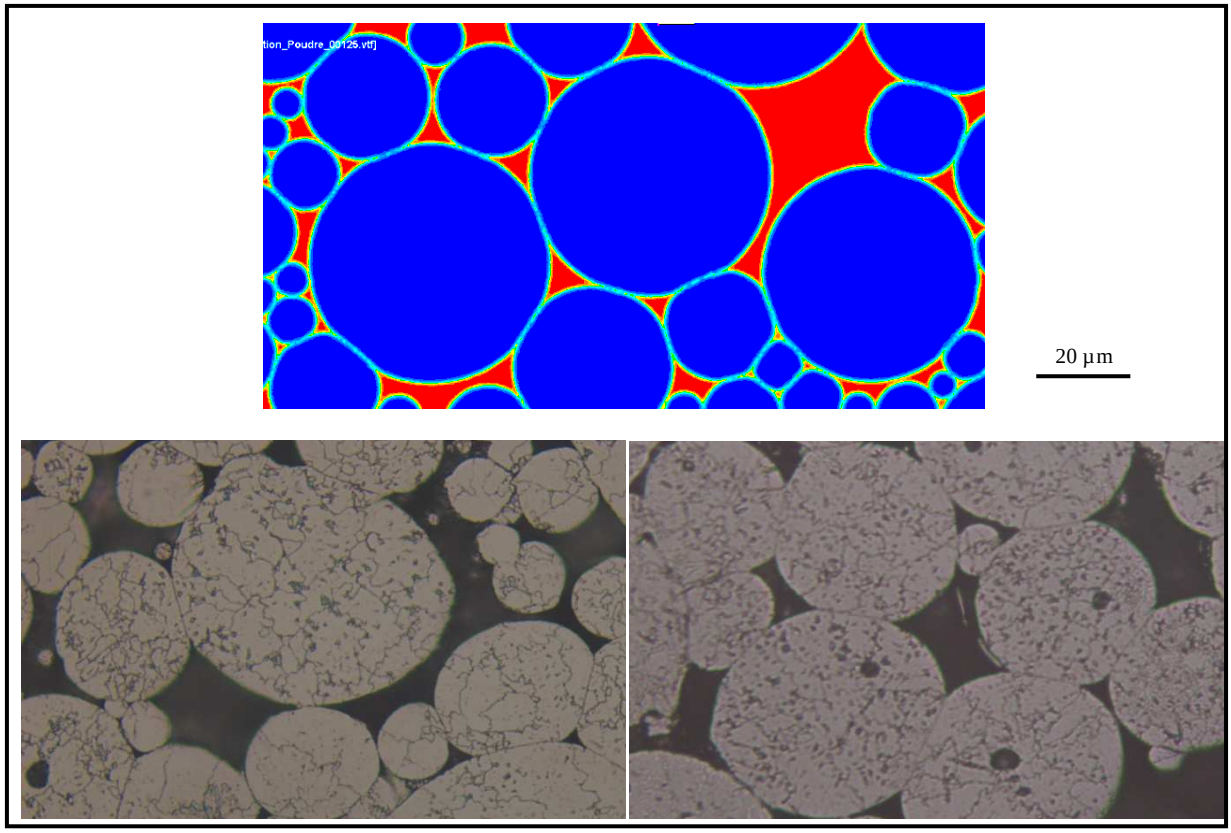


Figure 3 - 47. Visualisations de la configuration des particules issue du travail numérique méso et des observations d'échantillons en M.O à une densité égale à 87%.

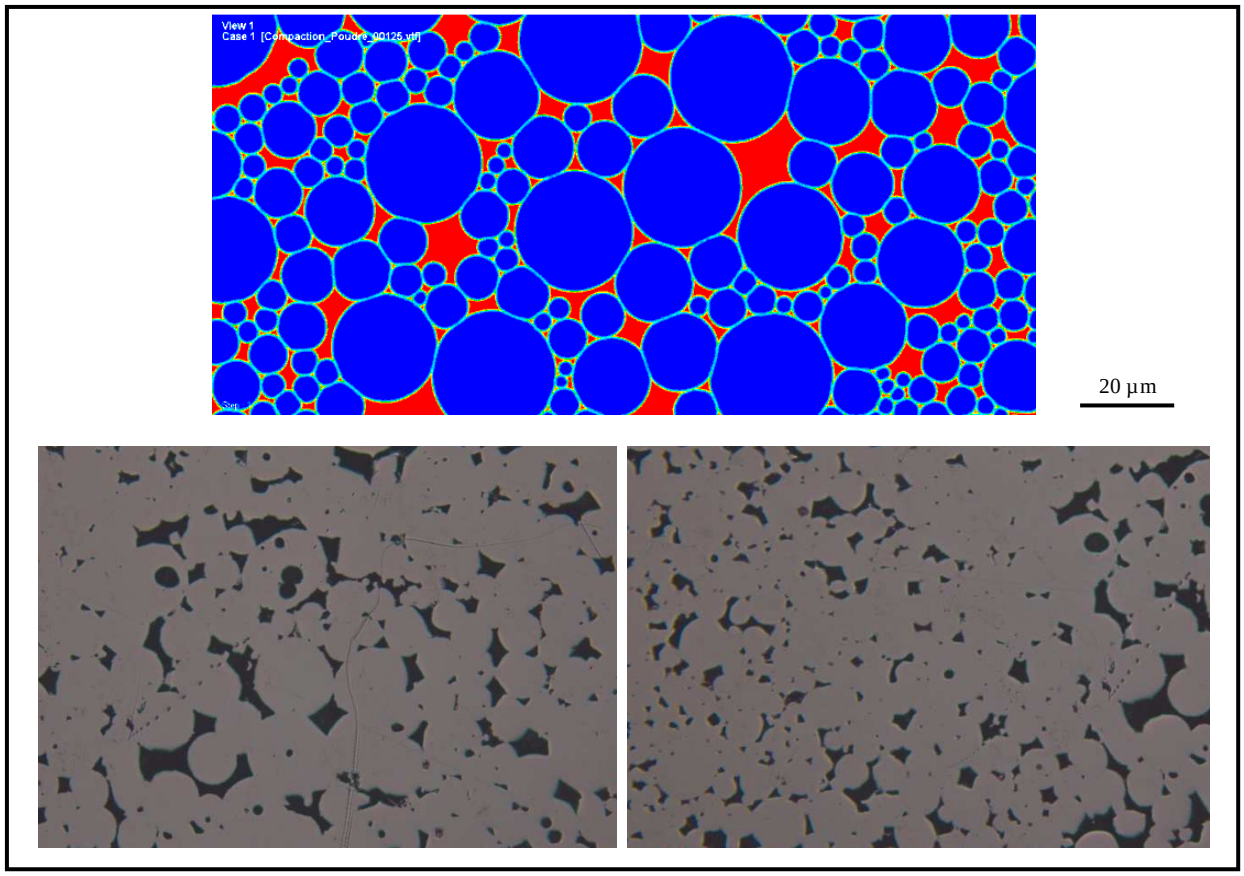


Figure 3 - 48. Visualisations de la configuration des particules issue du travail numérique méso et des observations d'échantillons en M.O à une densité égale à 90%.

8. Conclusion

Ce travail a permis de mettre en place une procédure de calcul pour modéliser la compaction d'un ensemble de particules de poudre en 2D et d'interpréter l'évolution de la densité relative résultante. Les travaux de modélisation des différents sous domaines du VER (particules, ME et MI) sont basés sur la prise en compte d'un comportement viscoplastique de type loi puissance et la résolution des équations de Stokes compressible. Le modèle numérique retenu est basé sur un domaine fixe dans lequel les interfaces entre les différents sous-domaines ne sont connues qu'implicitement à travers les valeurs de quelques fonctions distances définies sur l'ensemble du domaine de calcul (approche level-set couplée à une méthode de coloration de graphe). Les propriétés physiques des différents domaines ont été introduites à travers des lois de mélange.

Une modélisation de la déformation viscoplastique de VERs mono et poly-disperses a été effectuée pour des cas isothermes mais aussi pour des paramètres réels pendant la dernière heure d'un cycle CIC. Le problème de déraffinement du maillage au niveau des cous entre les particules a été résolu. Plusieurs points essentiels ressortent de l'ensemble de cette modélisation numérique à l'échelle mésoscopique du procédé CIC à l'échelle 2D : un bon profil d'évolution de la densité relative et une perte de masse optimisée. Nous avons étudié, dans cette partie, l'influence des paramètres numériques sur la conservation du volume des particules. Ces paramètres sont notamment : le coefficient de compressibilité, la période de remaillage, les lois de mélange et la finesse du maillage. Un bon choix de ces paramètres (L_{min} notamment) minimise fortement les pertes de matière. Dans les cas développés, les particules se déforment au cours du temps et les cous entre les différentes particules et la densité relative augmentent.

Les résultats de la compaction 2D d'une granulométrie réelle (section 7.2.2 notamment) mettent en évidence la nécessité de mener des simulations 3D afin d'obtenir des résultats plus réalistes. Ainsi, vu que les modèles numérique et mécanique établis peuvent être directement exploités pour des modélisations 3D, nous présenterons dans le chapitre 4 une exploitation du modèle en 3D et une discussion par rapport aux résultats obtenus.

Chapitre IV

Exploitation du modèle en 3D et discussions par rapport aux résultats expérimentaux

1. Introduction 159

2. Définition des conditions aux limites à partir d'un calcul « macroscopique » 159

3. Compaction de VER monodisperse 164

4. Génération de VER 3D respectant une granulométrie donnée 167

5. Compaction de VER 3D polydisperse 169

5.1. Pré-compaction 169

5.2. Evolution de la densité relative 171

5.3. Comparaison de la densité moyenne avec les résultats expérimentaux 176

5.4. Configuration des particules 177

5.5. Discussion de l'exploitation future du modèle (recalage de loi de comportement macroscopique) 184

6. Conclusion 185

1. Introduction

Dans les chapitres précédents, nous avons décrit notre stratégie de modélisation du mécanisme de déformation viscoplastique à chaud des particules de poudre et testé les modèles mécaniques et numériques établis sur des cas 2D. Suite à ces résultats 2D (chapitre 3), nous avons constaté que les points les plus sensibles pour le passage à la modélisation de VERs 3D sont principalement : le nombre de particules, la taille du VER, la densité relative initiale, le maillage (l'adaptation de maillage ne pouvant être aussi drastique en 3D qu'en 2D) et les conditions aux limites. Pour enrichir et terminer cette étude, nous nous intéresserons, dans ce dernier chapitre, à la présentation et la discussion des résultats de simulations de VERs 3D. De ce fait, nous étudierons et présenterons la modélisation de deux cas de VER : un cas avec une granulométrie simple représentant un premier cas test 3D et un cas avec granulométrie polydisperse réelle. Le premier représente une étape incontournable avant de se lancer sur des simulations 3D coûteuses avec granulométrie réelle. De plus, il permettra d'étudier la faisabilité de l'extension du modèle 2D à un modèle 3D. Concernant le deuxième, il permettra d'établir notamment une comparaison avec les données expérimentales présentées au chapitre 2.

Ainsi, dans ce chapitre, nous nous intéresserons tout d'abord à la présentation des conditions aux limites appliquées issues d'un calcul macroscopique. Les résultats numériques de la compaction d'un VER 3D mono et poly-disperse seront ensuite présentés, comparés et commentés. Ces analyses permettront enfin d'apporter une conclusion globale sur la pertinence et les limitations des résultats numériques obtenus.

2. Définition des conditions aux limites à partir d'un calcul « macroscopique »

Suite aux difficultés rencontrées avec les conditions aux limites en pression et contraintes normales présentées dans le chapitre précédent, nous avons choisi de travailler avec des conditions aux limites (CLs) exprimées en vitesse. Les CLs doivent être réalistes pour pouvoir comparer correctement les résultats numériques avec les résultats du travail expérimental et les simulations macroscopiques. Ceci veut dire que le choix de la source de ces CLs est très important. Nous ne possédons pas de valeurs expérimentales pour le cas modélisé. Cependant, dans le cadre de ce travail, le procédé a été modélisé à l'échelle macroscopique (section 2 du chapitre 2). Nous disposons donc de toutes les données et résultats macros. Nous avons ainsi choisi d'utiliser les résultats macros (déplacements) pour déterminer les CLs en vitesses appliquées sur le VER. Ceci peut être un peu différent des CLs réelles appliquées sur le VER mais représente l'hypothèse la plus réaliste dont nous disposons.

Les conditions aux limites en vitesse appliquées sont issues d'un calcul macroscopique effectué au CEA par Guilhem Roux à l'aide du logiciel CASTEM. Il s'agit du calcul évoqué au chapitre 2 et qui nous a permis de choisir les temps d'interruption dans le cycle de compaction expérimental. Vu l'axisymétrie du problème macroscopique (cylindre), le calcul a

été limité à la modélisation 2D d'un rectangle de largeur 100 mm et de hauteur 140 mm. Le cas modélisé et les paramètres utilisés sont identiques à ceux des cas de la section 3.3 du chapitre 2 (cas de la compaction d'un cylindre rempli de poudre d'acier inoxydable 316L avec une montée en température et pression de trois heures). La figure 4-1, décrit un exemple de résultat obtenu. Il représente la cartographie du déplacement selon z à l'instant 2 heures et 20 minutes. Dans le chapitre 2, nous avons mesuré la densité relative pour trois échantillons de taille 10*10*8 mm^3 et dont les positions sont rappelées dans la figure 4-2 par les rectangles rouges. Ainsi, dans chacune de ces positions, un VER carré de taille 0,2 mm * 0,2 mm a été identifié afin d'y mener les simulations à l'échelle mésoscopique. Malheureusement, par manque de temps, un seul de ces VERs a pu être simulé en compaction. Il s'agit du VER issu de l'échantillon 2 (voir Fig. 4-2). Nous ne discuterons donc que de ce VER dans la suite du chapitre.

Pour chaque VER, nous avons récupéré du calcul macroscopique les déplacements en coordonnées cylindriques au niveau de quatre capteurs situés aux sommets d'un carré de dimension 0,2 mm * 0,2 mm (Fig. 4-2). Nous en avons déduit ensuite les vitesses en coordonnées cylindriques V_z et V_r pour chaque sommet du VER. Dans notre modèle numérique à l'échelle du VER, le système cartésien est utilisé. Ainsi, pour le passage entre les deux systèmes de coordonnées (de cylindriques vers cartésiennes), nous avons pris comme hypothèse simplificatrice, pour le cas du VER de la position 2, que les faces du VER restaient parallèles et que ΔV_x était égale à ΔV_y. Ces hypothèses nous ont permis de définir les vitesses V_x, V_y et V_z en coordonnées cartésiennes pour chaque sommet du VER considéré. Notons que dans nos simulations à l'échelle du VER, la loi de comportement des particules est viscoplastique. Les simulations numériques à l'échelle macroscopique utilisant cette loi de comportement ont une densité relative de 78% à l'instant où nous commençons la simulation ($t_{physique}$ = 4600 s du procédé). Les conditions aux limites dont nous disposons sont issues du calcul élasto-viscoplastique dont la densité à l'instant t = 4600 s est égale à 70%. Ainsi, pour adapter ces conditions à notre cas, la multiplication des données macros par un coefficient adaptatif a été nécessaire. Suite à cette modification, le taux de déformation imposé sur le VER correspond à un gradient de densification de 22% au lieu d'un gradient de densification de 30%. Cette hypothèse a été nécessaire vu que nous ne possédons que les détails du calcul macroscopique utilisant une loi élasto-viscoplastique.

Par ailleurs, afin d'appliquer les CLs sur le VER et plus précisément sur le milieu englobant, nous avons cherché à calculer la différence de vitesse de chaque direction (x, y et z). Chaque vitesse calculée sera appliquée sur un des trois milieux englobants correspondant (Fig. 4-3). Les trois autres plans du cube représentent des plans de symétrie.

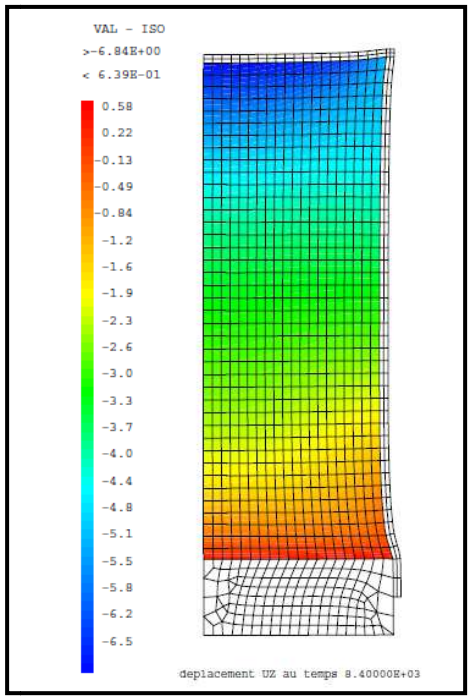


Figure 4 - 1. Cartographie du déplacement Uz (en mm) à l'instant 2 heures et 20 minutes du cycle CIC (simulation numérique macroscopique, Guilhem Roux, CEA).

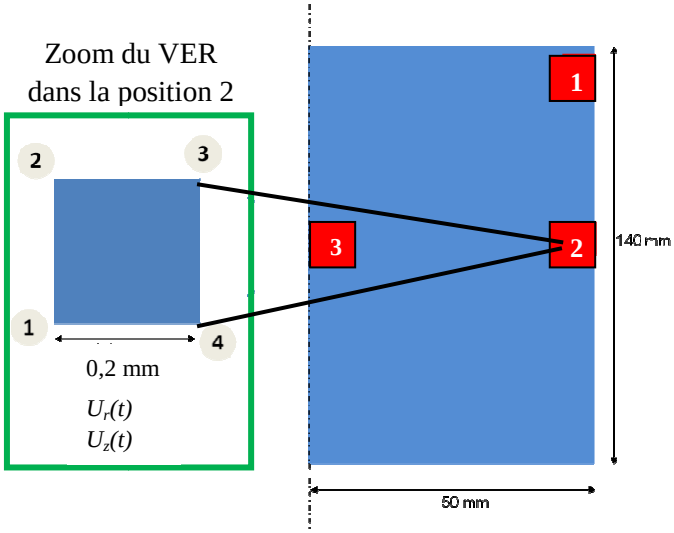


Figure 4 - 2. VER choisit pour une étude 3D.

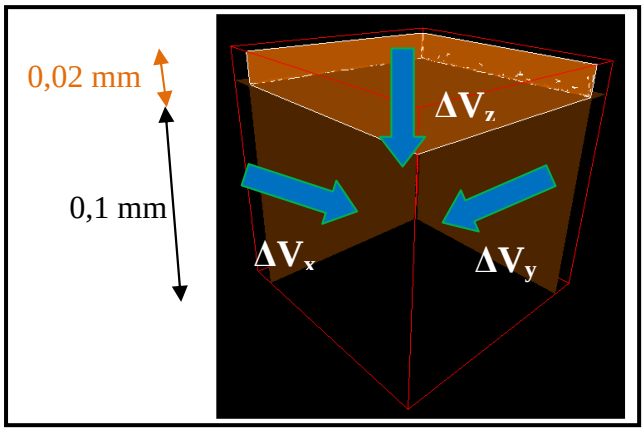


Figure 4 - 3. Trois milieux englobants utilisés pour appliquer les CLs (exprimées en vitesse) sur le VER 3D.

Nous superposons, sur la figure 4-4, l'évolution de ΔV_z et de ΔV_x (= ΔV_y) en fonction du temps appliquées sur le VER de la figure 4-2. Nous remarquons que la vitesse jusqu'à 4600 secondes est négligeable. Afin de confirmer ceci, nous avons superposé à l'évolution des vitesses l'évolution de la vitesse de densification $\dot{D}$ (Fig. 4-5). Nous remarquons que ces trois courbes ont la même allure jusqu'à l'instant 4600 secondes notamment. Ainsi, comme annoncé, nos calculs sur VERs se sont limités à la simulation des dernières 6200 secondes de montée en température et pression. Ce qui signifie que l'instant initial t_0 utilisé dans la simulation du VER est $t_{physique}$= 4600 secondes par rapport au cycle CIC considéré. Ceci veut dire que nous commencerons la modélisation à une température supérieure à 600°C. Ainsi, comme déjà expliqué, l'effet de l'extrapolation des paramètres de la loi de comportement à basse température est négligeable pour le cas de la modélisation à l'échelle mésoscopique (section 3 du chapitre 2).

Sur un autre plan, nous remarquons que les courbes des figures 4-4 et 4-5 possèdent deux extremas locaux. Nous n'avons pas pu physiquement interpréter formellement leurs origines. Cependant, nous supposons que ceci est dû principalement à un pas de temps macro choisi trop important (200 secondes).

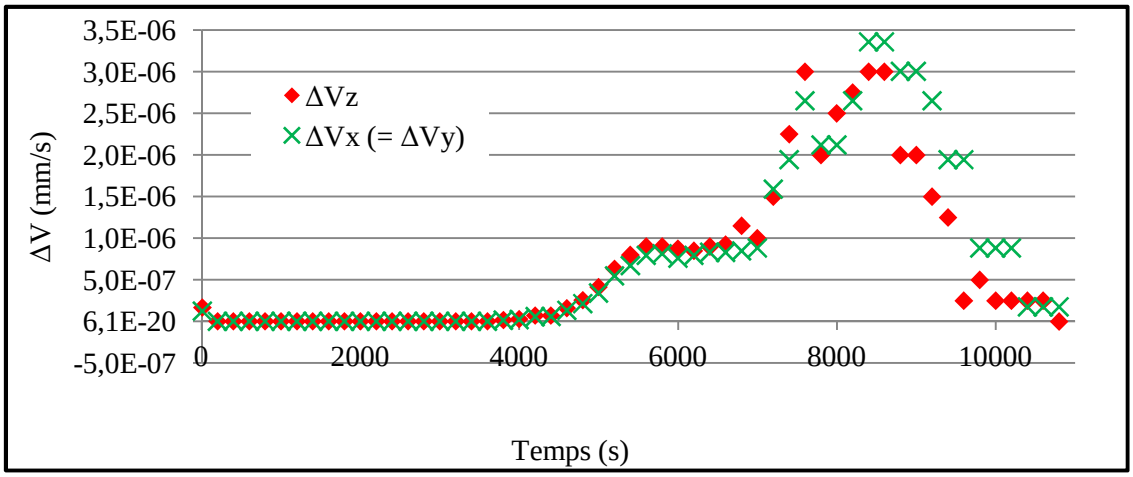


Figure 4 - 4. En provenance du calcul CEA, une évolution de la vitesse ΔV_z et ΔV_x (= ΔV_y) en fonction du temps du cycle pour le VER de la figure 4-2.

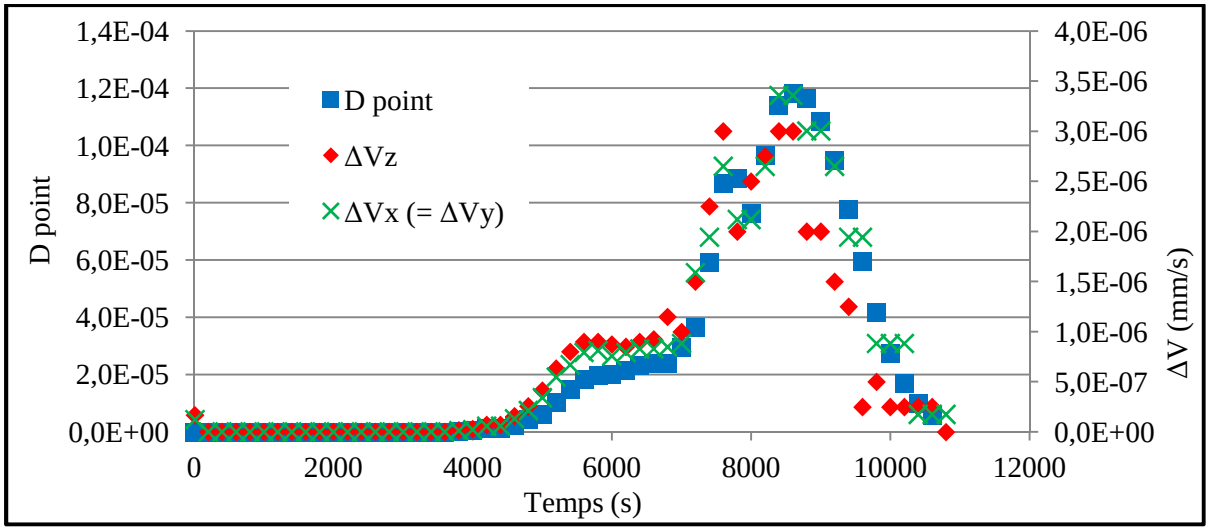


Figure 4 - 5. En provenance du calcul CEA, une évolution de la vitesse de densification, de ΔV_z et de ΔV_x (= ΔV_y) en fonction du temps du cycle pour le VER de la figure 4-2.

Pour les cas de compaction que nous présenterons dans ce chapitre, la densité relative peut être calculée avec deux méthodes :

- la première a été exposée dans la section 5.1 du chapitre 3. Cette méthode permet de mesurer la valeur de la densité relative sur un cube interne au VER de coté 0,05 mm et qui n'évolue pas au cours de la simulation.
- la deuxième méthode permet de calculer la densité relative sur tout le VER. En effet, vu que les conditions aux limites sont exprimées en vitesse, les MEs se déplacent conformément aux vitesses macros déterminées (Fig. 4-4). Ceci veut dire que les positions des trois MEs ainsi que le volume du cube V_{VER}^{t} contenant les particules à l'instant *t* sont bien connus quelque soit *t*. Ainsi, il suffit de calculer à chaque instant *t* le volume total des particules pour en déduire la densité relative sur tout le VER :

$$D_t^{VER} = \frac{V_{po}^{t}}{V_{VER}^{t}}, \tag{4-1}$$

En outre, cette méthode permet aussi de mesurer la densité relative théorique. En effet, en supposant que les particules soient incompressibles ($\forall t \; V_{po}^{t} = V_{po}^{0}$ = constante), nous pouvons déduire une évaluation de la densité relative théorique $D_t^{théo}$ du VER à chaque instant t :

$$D_t^{théo} = \frac{V_{po}^{0}}{V_{VER}^{t}}, \tag{4-2}$$

A noter que vu la granulométrie polydisperse des particules, les mesures de la densité relative effectuées avec ces deux méthodes ne seront pas forcément égales bien évidemment. La valeur de la densité relative de tout le VER (méthode 2) est représentative de tout le VER.

C'est pourquoi, nous discuterons et présenterons principalement son évolution au cours du temps pour les deux exemples de compaction que nous présenterons dans ce chapitre. Cependant, pour le cas de compaction de granulométrie réelle, nous comparerons la valeur de la densité relative initiale et finale issues de ces deux méthodes.

3. Compaction de VER monodisperse

Nous avons appliqué les CLs, déterminées dans la section précédente, sur un cas test composé de particules monodisperses dans un arrangement cubique. L'étude de ce cas permet d'étudier la faisabilité de l'extension du modèle 2D à un modèle 3D et d'analyser les résultats obtenus avant de passer à un cas plus réaliste.

Compte tenu de la symétrie de la géométrie du problème à l'échelle du VER, nous avons modélisé uniquement un quart d'un VER cubique. Le domaine modélisé (contenant les particules et le ME) est de taille $(0.12\ \text{mm})^3$ et composé de 64 particules monodisperses. Le rayon des particules est égal à 12,5 µm. Elles sont arrangées d'une manière uniforme selon une distribution cubique (Fig. 4-6.a). La taille du domaine contenant uniquement les particules est de $(0.1\ \text{mm})^3$. Nous avons appliqué les conditions aux limites macroscopiques présentées dans la figure 4-4. Le comportement des particules est un comportement non linéaire de type puissance (Eq. 3-3). Le maillage a été généré avec l'approche par estimateur d'erreur. Il est composé de 571880 nœuds et 3323653 éléments (Fig. 4-7). La densité relative numérique initiale de cet arrangement cubique est égale à 52%. Nous pouvons vérifier cette densité initiale à travers un petit calcul analytique en divisant le volume des 64 particules présentes dans le VER sur le volume du VER : $D^{théo} = \frac{(64 * \frac{4}{3}\pi r^3)}{(4 * 2r)^3} = \frac{\pi}{6} \approx 0{,}52$. Nous représentons dans le tableau 4-1 les paramètres numériques et physiques utilisés.

La figure 4-6.b représente la configuration 3D déformée des particules après 60 min de compaction. La figure 4-8 représente les différentes configurations des particules sur un plan de coupe (z = 0,0625 mm) à l'état initial, après 40 minutes, 80 minutes et 103 minutes. Les particules se déforment d'une manière symétrique (par rapport au plan x=y). Nous remarquons que l'espace interparticulaire ne change pas de forme et que les particules n'ont pas subi une déformation très importante mais elles ne sont plus sphériques.

Sur la figure 4-9, nous traçons la cartographie de la pression. Nous remarquons que la pression s'homogénéise en fonction du temps. A chaque pas de temps, les MEs déforment les particules ainsi que le MI. Le VER n'atteint qu'une densité finale égale à 65%. Ceci est dû principalement à la granulométrie étudiée, à la disposition des particules et aux CLs appliquées. Nous pourrions aller plus loin dans la densification de ce VER, mais nous nous sommes limités aux cas de l'application des CLs macros décrites par la Fig. 4-5. Concernant la densification, la différence entre la densité initiale et finale est de l'ordre de 13%. Analytiquement, cette valeur doit être de l'ordre de 16% puisque la densité relative théorique finale de ce cas est égale à 68% (voir section précédente). La différence entre ces deux

dernières valeurs est due principalement à la diffusion numérique que nous avons estimée égale à 3% pour ce cas. Nous n'essayerons pas d'optimiser ni d'approfondir l'analyse de l'évolution de la densité pour ce cas d'étude puisqu'il représente principalement un cas d'étude de la faisabilité de l'extension du modèle 2D à un modèle 3D.

A travers ce cas test 3D, nous avons pu mettre en place une procédure de calcul afin de modéliser et suivre la densification d'un ensemble de particules en 3D avec des hypothèses simplificatrices (particules monodisperses, arrangement uniforme et nombre de particules faible). Cependant, l'évolution de la densité relative met en évidence l'obligation de modéliser des cas de VERs de granulométrie réelle. Ceci représente l'objectif des deux dernières parties de ce chapitre.

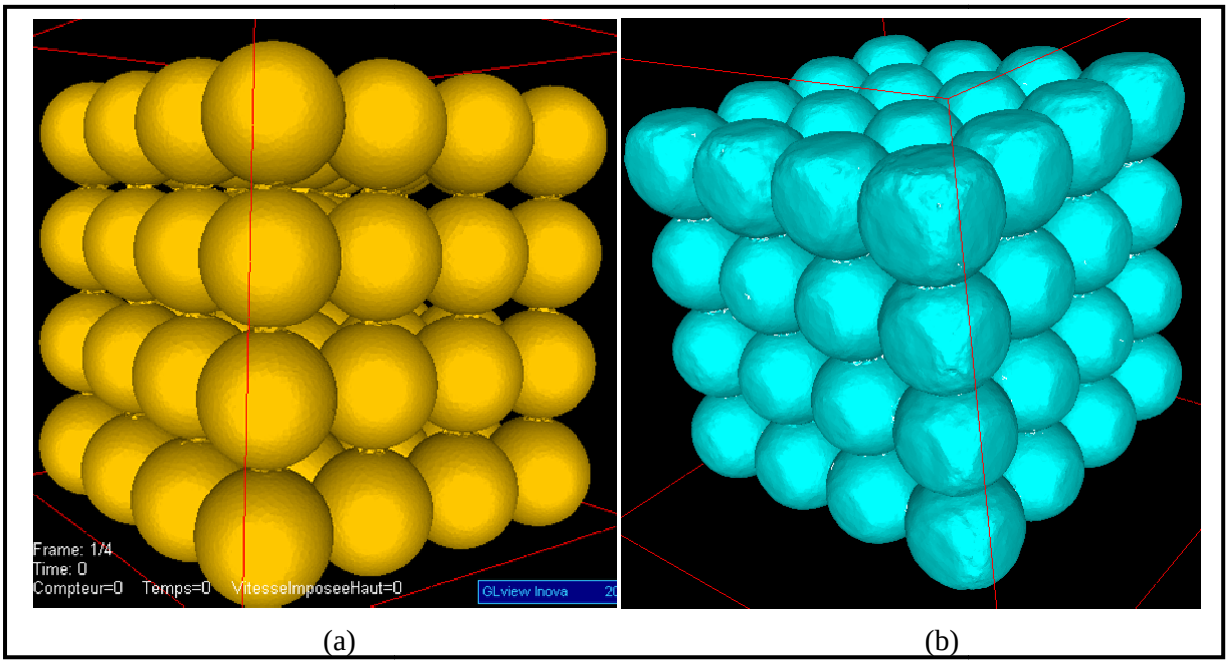


Figure 4 - 6. (a) Etat initial des particules (b) état déformé des particules après 60 min de compaction.

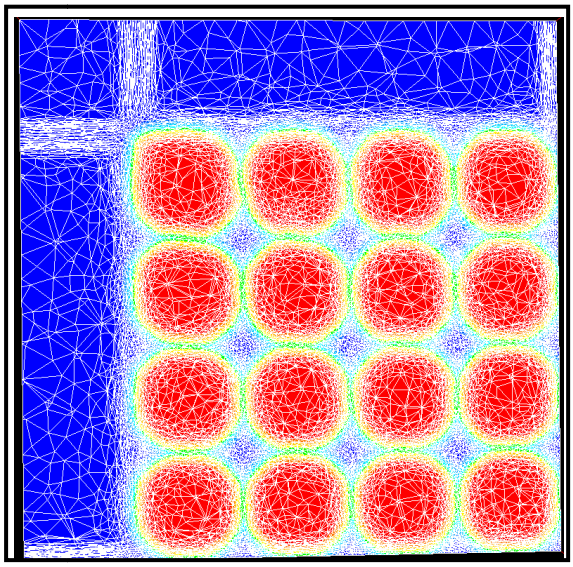


Figure 4 - 7. Projection du maillage utilisé sur un plan de coupe (z= 0,0625 mm) après 60 min de compaction.

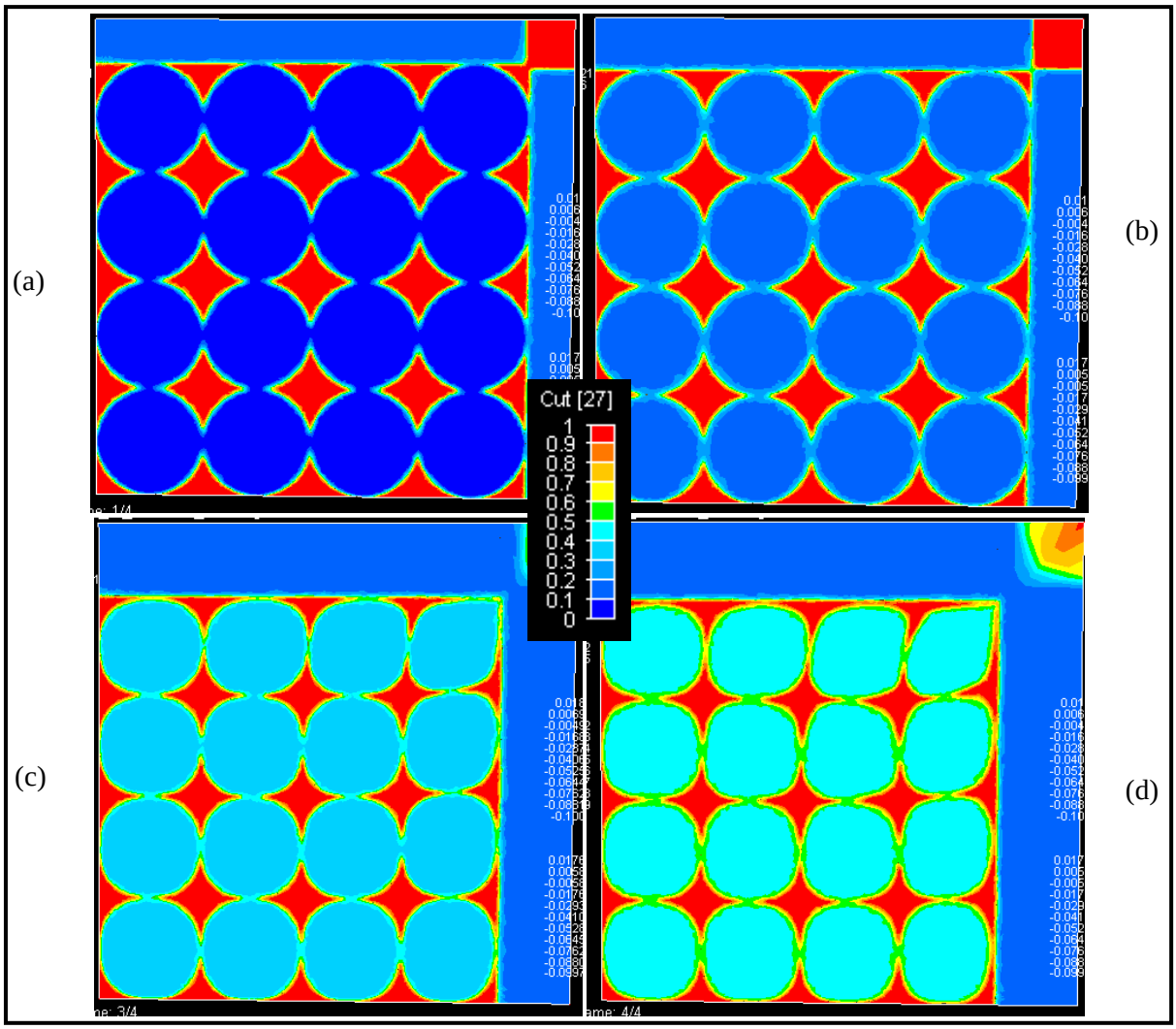


Figure 4 - 8. Distribution de la sensibilité à la vitesse de déformation sur un plan de coupe (z = 0, 0625 mm) (a) à l'état initial, (b) après 40 min (2400 secondes), (c) 80 min (4800 secondes) (d) et 106 minutes (6360 secondes) de compaction.

K	MEnglobants	5.5 GPa
	Particules	de 152 MPa jusqu'à 580 MPa (entre 600°C et 1150°C)
	MI	10 MPa
m	MEnglobants	0.2
	Particules	de 0.122 jusqu'à 0.495 (entre 600°C et 1150°C)
	MI	1
C_K	MEnglobants	10^{-7} (kPa^{-1})
	Particules	10^{-7} (kPa^{-1})
	MI	10^{-2} (kPa^{-1})
Nbre Nœuds / éléments		597260 / 3466046
Pas de temps		40 s
Période de remaillage		120 s
Densité relative initiale / finale		52% / 65%

Tableau 4 - 1. Paramètres numériques et physiques utilisés.

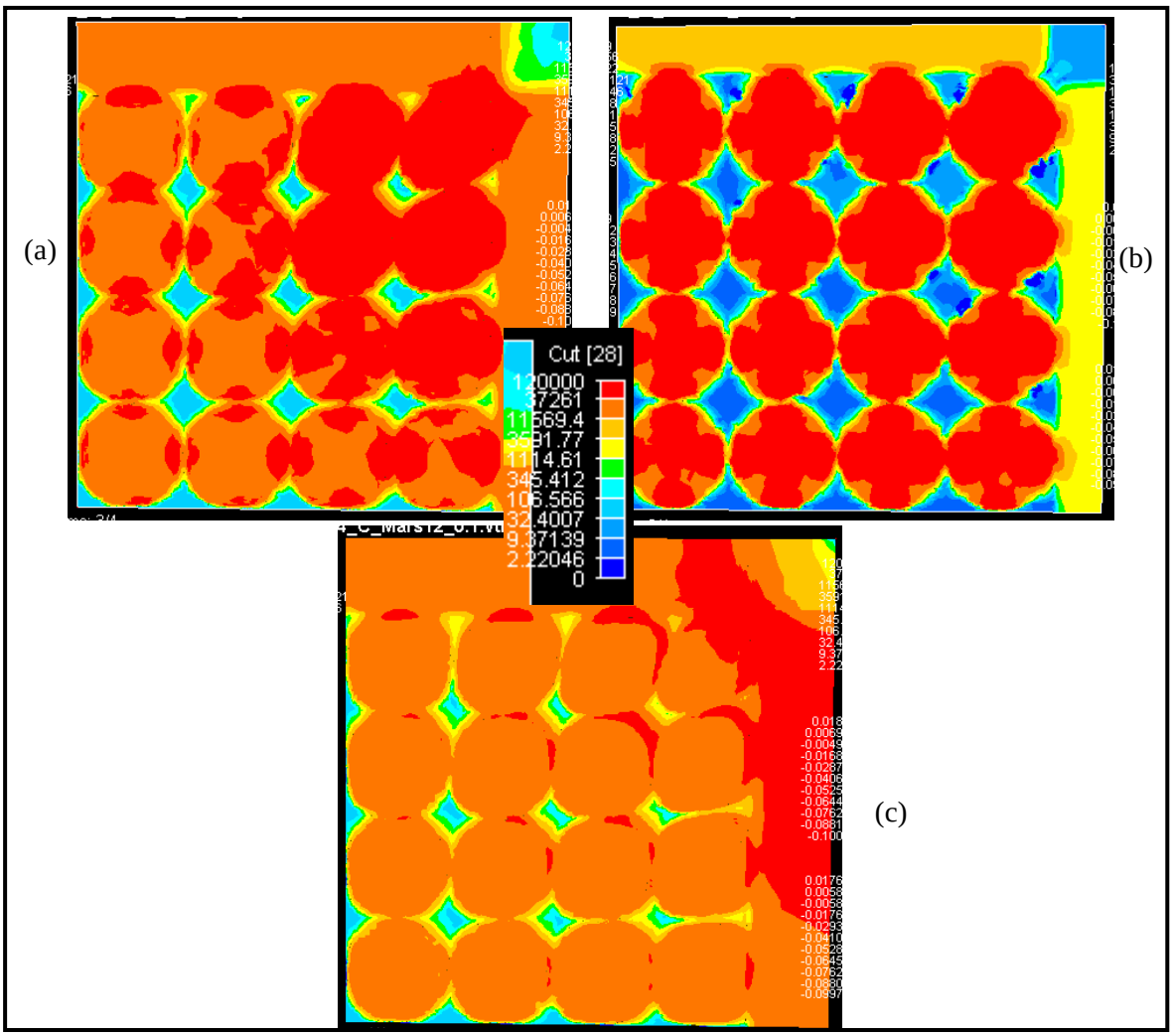


Figure 4 - 9. Cartographie de la pression (kPa) sur un plan de coupe z = 0, 0625 mm (a) après 40 min, (b) 80 min (c) et 103 minutes de compaction.

4. Génération de VER 3D respectant une granulométrie donnée

Afin de modéliser un VER effectivement représentatif du milieu poudre, nous devons tout d'abord le générer en respectant la distribution granulométrique réelle. Dans la section 6.1 du chapitre 3, nous avons présenté la méthode utilisée pour la génération de VER respectant une distribution granulométrique réelle développée au Cemef par K. Hitti [Hitti, 11 ; Hitti et al., 11 ; Hitti et Bernacki, 12]. Nous nous sommes intéressés, dans la même section, à la présentation des cas de VER 2D en présentant l'erreur entre granulométrie générée et granulométrie réelle. Dans ce chapitre, nous nous intéressons à la compaction de VER 3D respectant une granulométrie réelle composé de 807 particules avec trois MEs et trois plans de symétrie (Fig. 4-10). Le domaine modélisé (contenant les particules et les MEs) est de taille $(0.12\ \text{mm})^3$. Celui contenant uniquement les particules est de taille $(0.1\ \text{mm})^3$.

Si le maximum de densité initiale pour une distribution monodisperse est obtenu avec un empilement hexagonal et est égal à approximativement 74% [Ferguson, 97, Hales, 05], il

n'existe pas de résultat général pour une population polydisperse. La densité relative initiale obtenue avec notre générateur est de l'ordre de 63% avec une erreur L_2 sur la granulométrie inférieure à 20% (Fig.4-11), ce qui est très bon comparativement à la littérature [Hitti, 11]. Sur la figure 4-12, nous présentons pour le VER généré, la distribution de la sensibilité à la vitesse de déformation sur deux plans de coupe horizontaux (z = 0,0825 mm et z = 0,076 mm) faisant ainsi apparaître les sections des particules dans ce plan. Nous remarquons que l'hétérogénéité du rayon entre les particules est importante (rapport supérieur à 10) et que le nombre des petites particules est beaucoup plus important que les grosses.

Par ailleurs, dans le travail expérimental présenté dans le chapitre 2, le lopin est soumis à une vibration sur une table vibrante pendant le remplissage afin d'augmenter la densité initiale. Pour notre application, la densité relative initiale à partir de laquelle nous commencerons la densification est égale à 78%. Ainsi, la densité initiale du VER généré doit être augmentée en vue d'une éventuelle comparaison avec les résultats macroscopiques et expérimentaux. Ceci représente l'objectif de la section suivante.

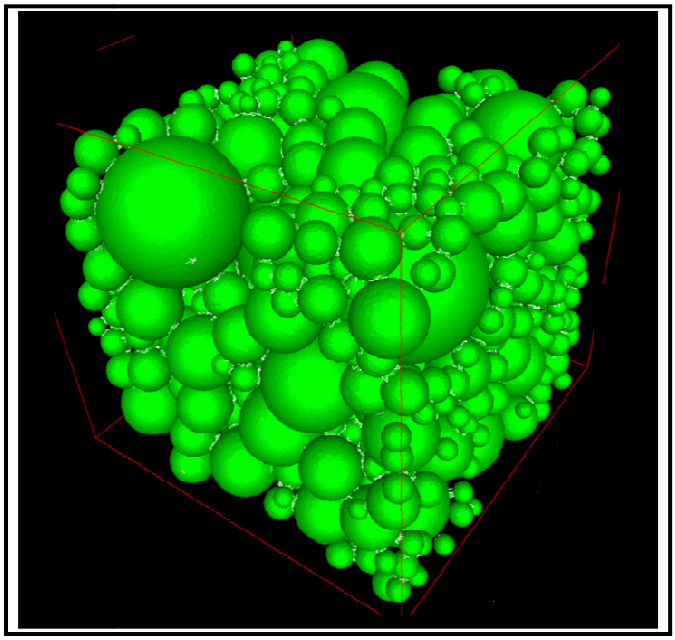


Figure 4 - 10. Configuration initiale générée.

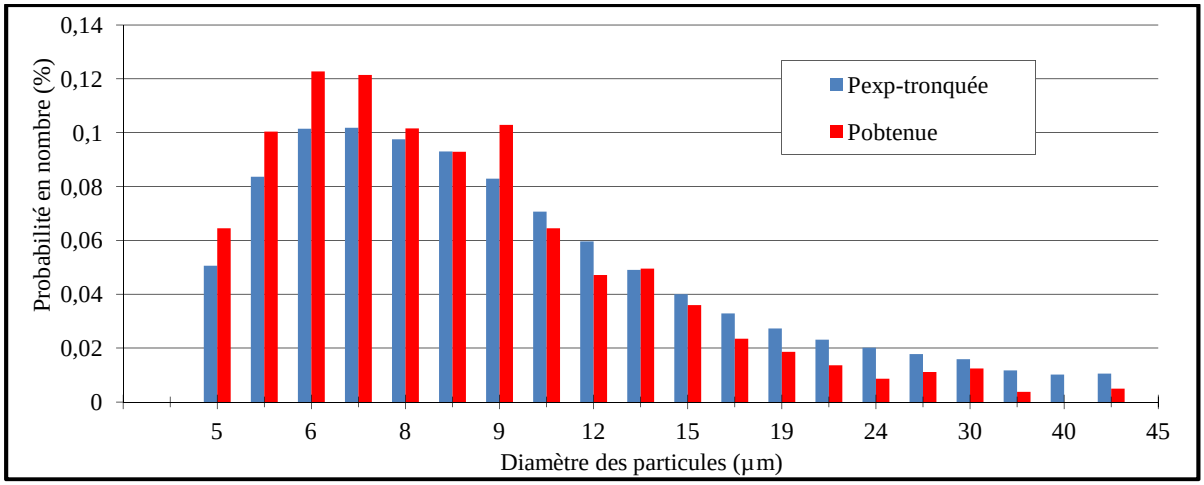


Figure 4 - 11. Comparaison entre la distribution granulométrique à respecter (distribution mesurée expérimentalement, mais tronquée) et celle obtenue numériquement.

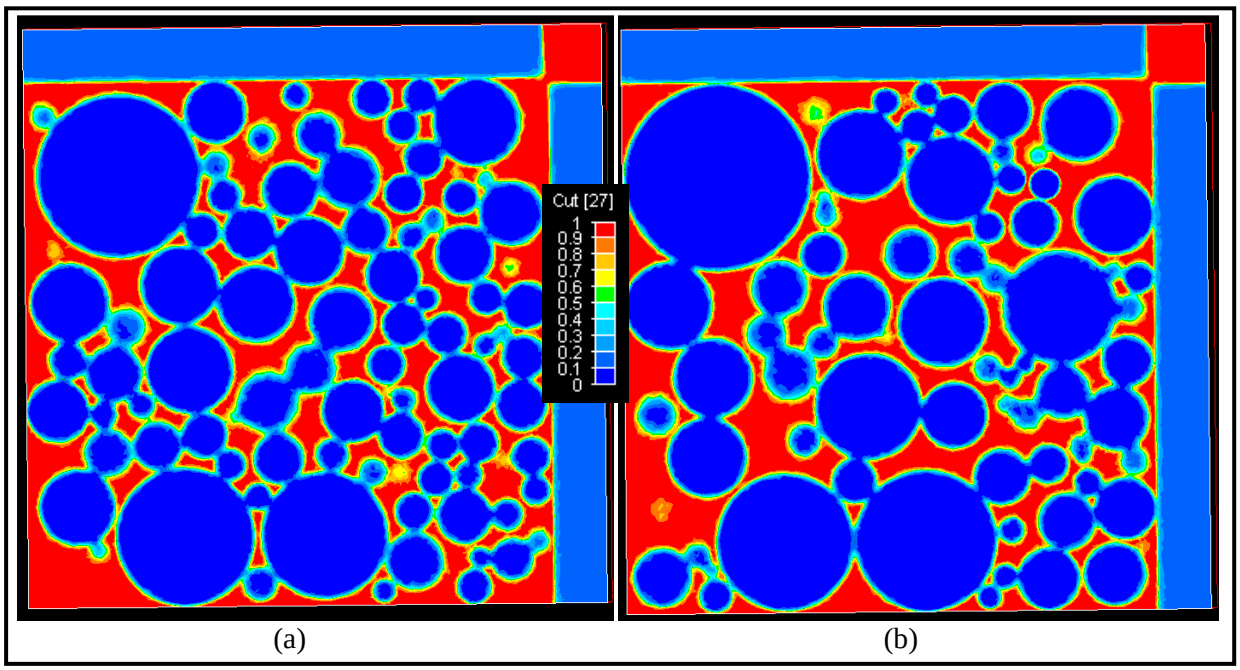


Figure 4 - 12. Distribution de la sensibilité à la vitesse de déformation sur deux plans de coupe (a) z = 0, 0825 mm et (b) z = 0,076 mm à l'état initial.

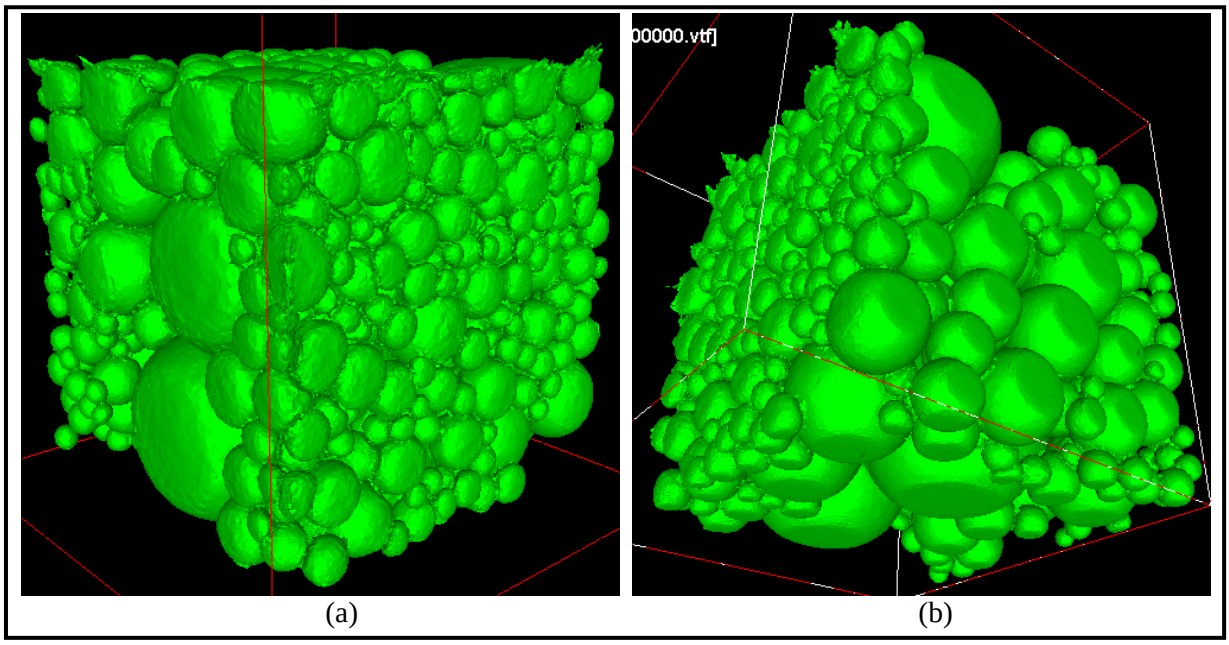
5. Compaction de VER 3D polydisperse

5.1. Pré-compaction

Comme discuté précédemment, la densité relative initiale du VER généré n'est pas égale à la densité initiale du conteneur (*D*= 70%) mais est surtout différente de la densité à l'instant 76 minutes du cycle CIC ($t_{physique}$ = 4600 s), c'est-à-dire à l'instant à partir duquel nous avons décidé de commencer la modélisation (*D*= 78%). Ainsi, afin d'ajuster la densité relative initiale du VER, nous avons effectué une pré-compaction des particules (Fig. 4-13). Il s'agit d'appliquer des conditions aux limites en vitesse sur le VER polydisperse généré afin d'atteindre une densité égale à 78%. A noter qu'expérimentalement les particules sont déjà

compactées à l'instant du procédé où nous commencerons la modélisation ($t_{physique}$ = 4600 s du procédé). Ceci rend cette hypothèse plus réaliste que de pendre un VER rempli de particules non déformées avec une densité initiale de 78% (par exemple en comblant les vides de la distribution initialement générée par des particules de faible rayon). Les figures 4-14 et 4-15 représentent respectivement la configuration des particules sur deux plans de coupe différents (y = 0.05 mm et y = 0.04 mm) et le maillage utilisé à l'état initial. Ce dernier a été généré avec la méthode de remaillage adaptatif avec contrôle des degrés de liberté.

Sur un autre plan, la densité relative initiale mesurée sur un cube de côté 0,05 mm à l'intérieur du VER est égale à 85%. Ceci explique bien l'hétérogénéité de la densification due principalement à la distribution polydisperse des particules.



(a) (b)

Figure 4 - 13. Configuration du VER pré-compacté ($D_{moyenne}$= 78%).

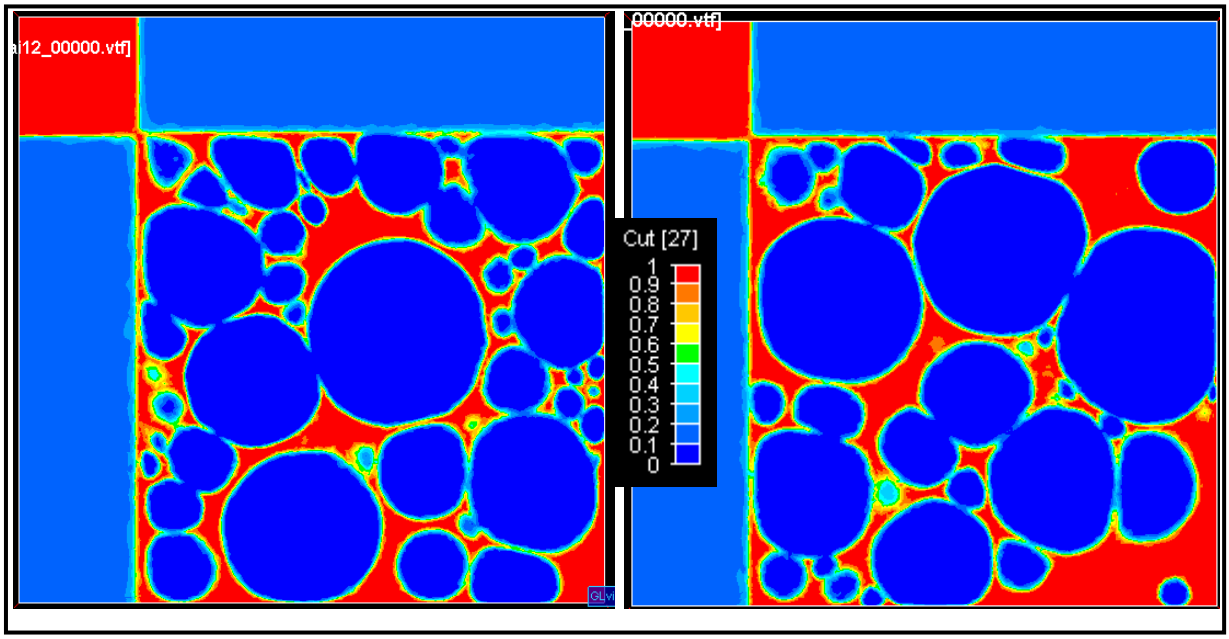


Figure 4 - 14. Distribution de la sensibilité à la vitesse de déformation sur deux plans de coupe (y = 0.05 mm et y = 0.04 mm) à l'état initial.

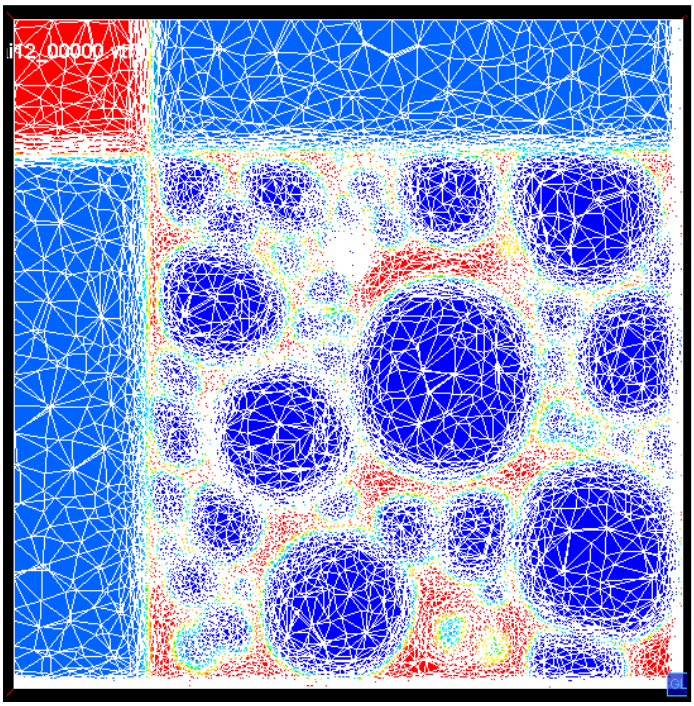


Figure 4 - 15. Maillage associé à un plan de coupe à l'état initial.

5.2. Evolution de la densité relative

Suite à cette pré-compaction, nous avons appliqué sur les particules déformées des CLs en vitesse correspondant aux 104 dernières minutes (6200 secondes) de la montée en température et en pression (Fig. 4-4). Nous représentons sur la figure 4-16 la configuration 3D des particules à la fin du cycle à travers la représentation d'un champ « distance » représentant le maximum des huit fonctions distances de toutes les particules. Sur les figures 4-17 et 4-18, nous représentons, sur deux plans de coupe (y = 0.05 mm et y = 0.04 mm), la configuration des particules après compaction ainsi que le maillage utilisé. Pendant la densification, chaque particule se déforme en formant une nouvelle surface de contact avec les particules voisines.

A la fin du cycle appliqué, le VER n'est pas totalement dense (cas des lopins soumis à un procédé CIC) et des porosités sont encore détectées (Fig. 4-17 et Fig. 4-18). La courbe rouge de la figure 4-19 présente l'évolution numérique de la densité relative à l'échelle du VER. Elle évolue de 0,78 jusqu'à 0,95. Cependant, la densité relative finale mesurée sur un cube à l'intérieur du VER de taille $(0{,}05)^3$ est égale à 0,97. Ceci est dû principalement à la densité relative initiale du cube (85%) largement supérieure à celle de tout le VER (78%).

Afin d'étudier l'évolution de la densité relative au cours du temps, nous avons superposé sur la figure 4-19 la courbe de l'évolution de la densité relative avec la courbe de l'évolution de la vitesse de densification macro. Nous remarquons une corrélation au niveau de l'évolution de ces deux courbes. En effet, l'évolution la plus importante de la densité a été mesurée pour $t \in [2500s - 5000s]$.

Nous remarquons que cet intervalle correspond à l'intervalle contenant les valeurs les plus importantes de la vitesse de densification macro. De plus, il est à noter que les faibles

changements de pente remarqués sur la figure 4-19 sont dûs principalement aux CLs appliquées (non lissées : Fig. 4-4).

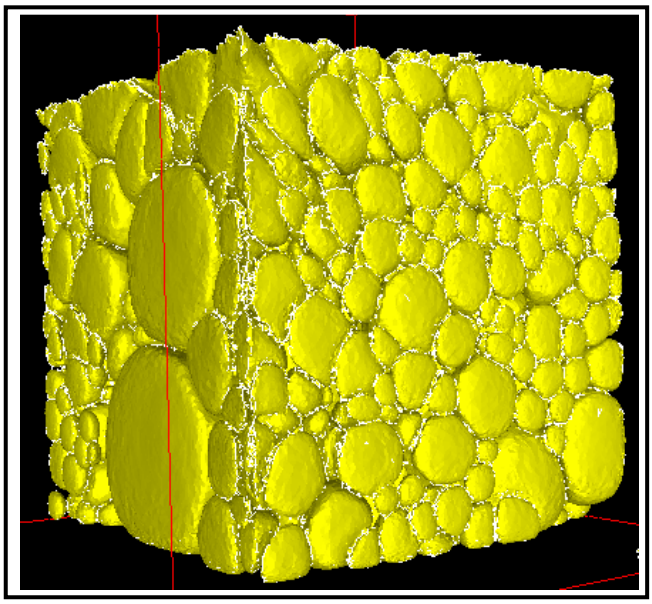


Figure 4 - 16. Configuration des particules après 104 minutes de compaction : le champ « distance » représentant le maximum des huit fonctions distances de toutes les particules.

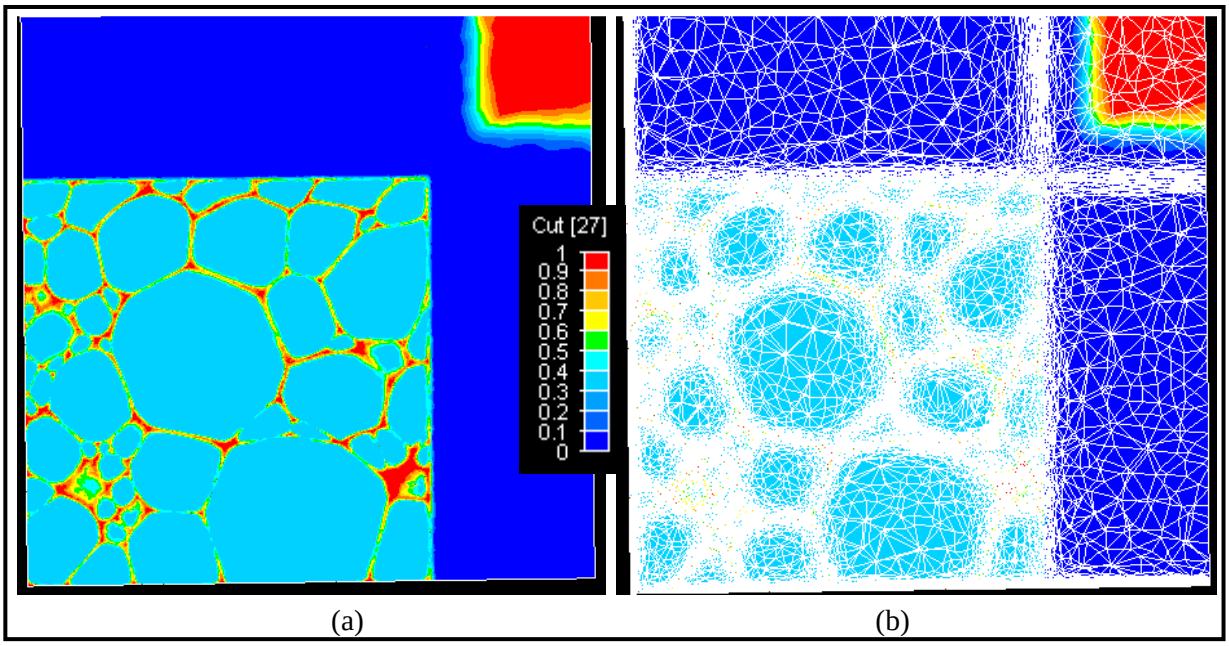


Figure 4 - 17. Distribution de la sensibilité à la vitesse de déformation sur le plan de coupe y = 0.05 mm (a) configuration des particules (b) maillage des particules après compaction.

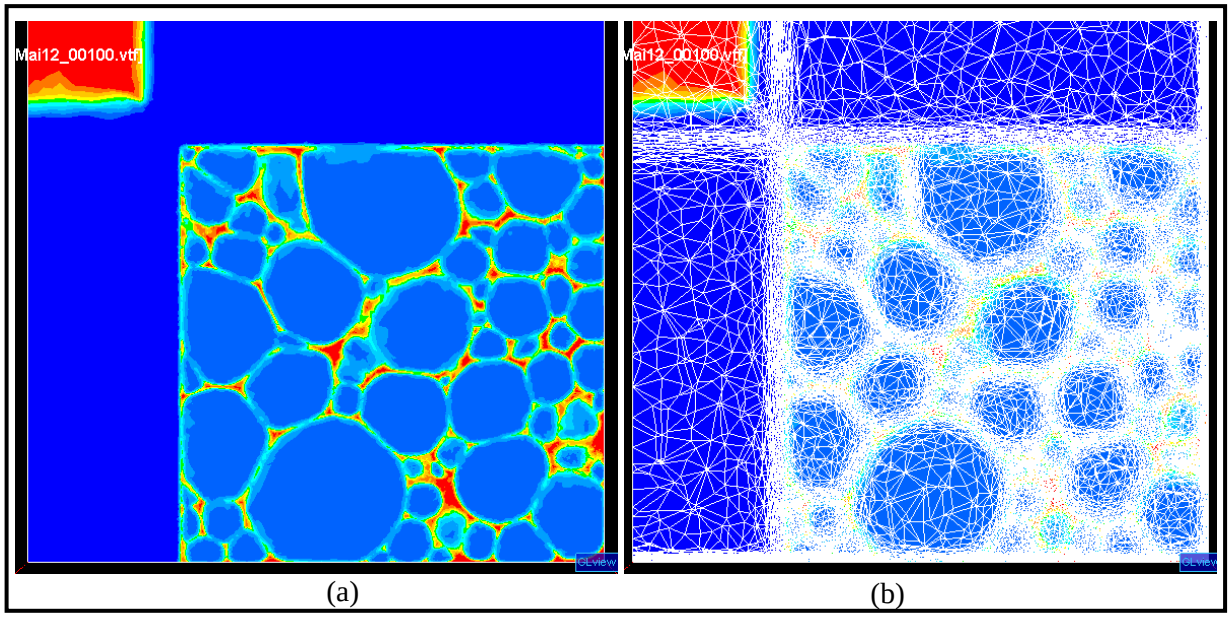


Figure 4 - 18. Distribution de la sensibilité à la vitesse de déformation sur le plan de coupe y = 0.04 mm (a) configuration des particules (b) maillage des particules après compaction.

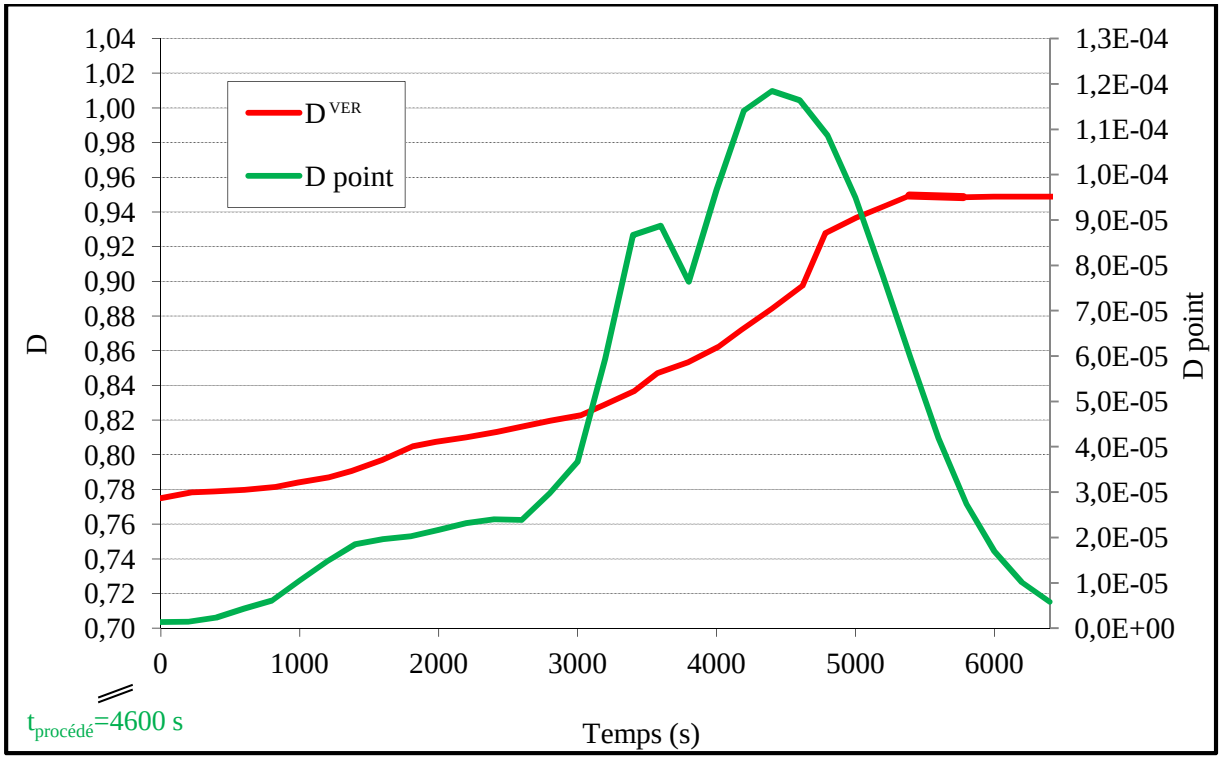


Figure 4 - 19. Evolution de la densité relative et de la vitesse de densification pour le cas d'un VER 3D polydisperse.

Afin de mieux comprendre la stabilisation de la densité relative du VER à une valeur égale à 95%, nous avons superposé sur la figure 4-20 deux courbes de l'évolution de la densité relative. La première est celle obtenue avec l'équation 4-1 (rouge). La deuxième (bleue) représente une mesure théorique de la densité (Eq. 4-2).

Au début de la simulation, nous remarquons que les deux courbes sont en parfaite corrélation. Ceci veut dire qu'au début de la simulation, la déformation des particules n'est pas très importante. Ainsi, le modèle numérique suit bien les interfaces des particules et la diffusion numérique est limitée. Ensuite, à partir de 3000 secondes de temps de simulation, les deux courbes commencent à diverger. En effet, à partir de cet instant, la vitesse de densification augmente (Fig. 4-19). Ainsi, la déformation des particules devient importante et la diffusion numérique augmente (maillage non adapté aux petites particules) d'où la divergence entre les deux courbes.

En outre, nous remarquons que la courbe théorique atteint 100% de densification quelques minutes avant la fin de la montée en température et en pression. La différence entre les deux courbes est due principalement à la diffusion numérique. Ce problème a été déjà présenté et discuté au chapitre 3. La perte de matière pour le cas présenté est de l'ordre de 5%. Cette valeur a déjà été le fruit d'un travail d'optimisation concernant le choix des paramètres numériques précédemment présentés et étudiés. La principale limite de cette étude est la finesse du maillage élément finis (surtout pour les petites particules) : ainsi nous réduisons la perte de masse de 13.5% à 5% en passant d'un maillage composé de 2.5 millions de nœuds à un maillage contenant 7 millions de nœuds. Finalement, nous soulignons que le coût de calcul étant déjà très important (7 millions de nœuds et 43 millions d'éléments), raffiner d'avantage le maillage deviendrait incompatible avec le fait de conserver des temps de calcul raisonnables. Pour être plus précis, il est important de souligner que le calcul présenté a été réalisé sur 320 cœurs en 4 jours. Les cœurs utilisés étant de type AMD Opteron 6134 2,36hz.

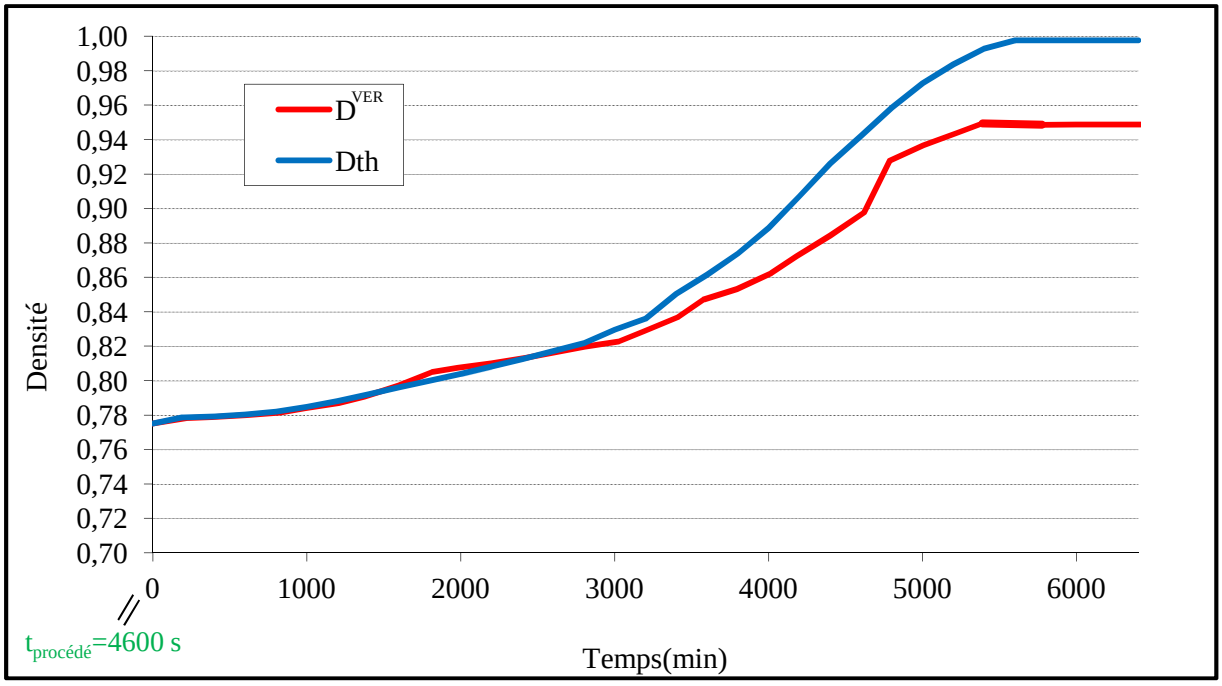


Figure 4 - 20. Evolution de la densité relative théorique (Eq. 4-2) et numérique (Eq. 4-1) pour le cas d'un VER 3D polydisperse.

Pour terminer, nous visualisons le champ de pression sur la figure 4-21. Nous remarquons, comme déjà discuté précédemment, que la pression s'homogénéise en fonction du temps. Une des raisons de cette homogénéisation est évidemment la diminution du volume des pores entre particules.

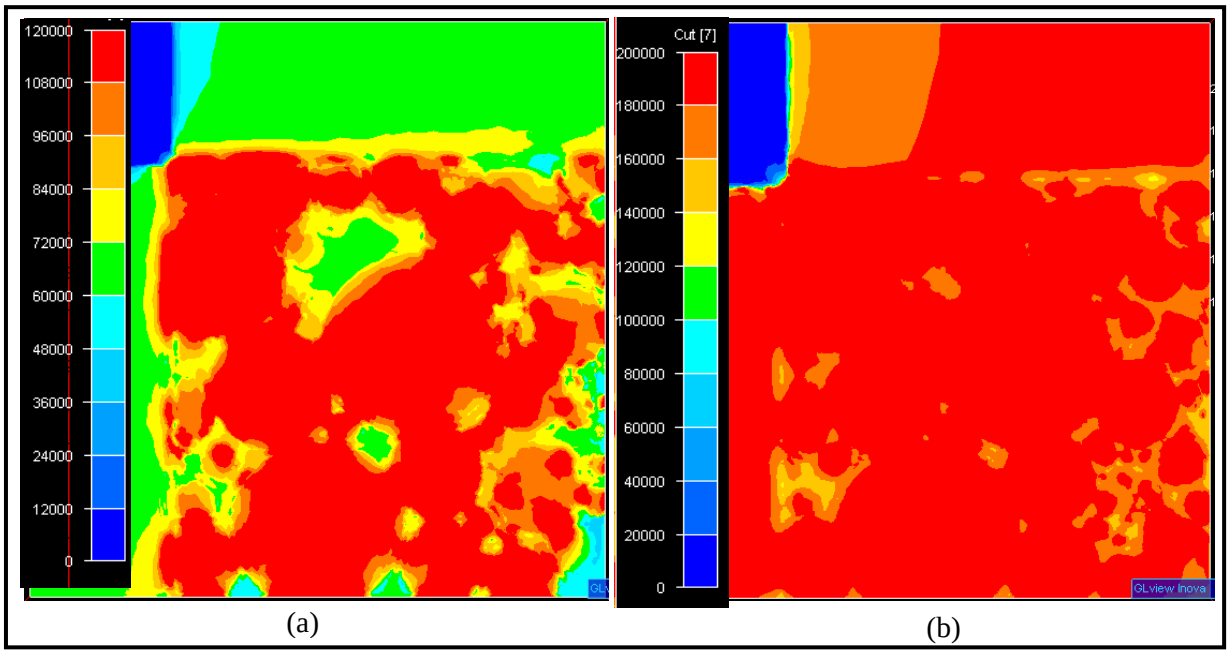


Figure 4 - 21. Cartographie de la pression (kPa) (a) après 42 minutes et (b) 92 minutes de compaction.

5.3. Comparaison de la densité moyenne avec les résultats expérimentaux

Nous avons comparé l'évolution de la densité relative moyenne numérique obtenue avec celle mesurée expérimentalement au niveau du VER étudié. Nous avons superposé alors, sur la figure 4-22, trois courbes d'évolution de la densité relative. La courbe rouge est le fruit du travail numérique à l'échelle « méso ». Les quatre points en vert représentent le résultat des essais interrompus (Chapitre 2, section 4.4). La dernière courbe (bleue) représente une évaluation de la densité théorique (section 2 de ce chapitre) en fonctions des CLs imposées au VER.

Une première remarque positive de la comparaison des courbes obtenues est que les courbes possèdent à peu près la même allure. De plus, nous remarquons une bonne corrélation entre la courbe théorique (bleue) et les points issus du travail expérimental. Cependant, l'évolution de la densité relative est différente d'une courbe à une autre (une différence maximale de 10%). Les interprétations de la différence entre la courbe méso (rouge) et la courbe théorique (bleue) ont été déjà engagées dans la section précédente. Concernant la diffusion numérique, elle doit être encore optimisée avec un maillage plus fin mais ceci demande bien évidemment soit des ressources numériques très importantes soit une méthode de remaillage adaptatif meilleure que celle utilisée maintenant. En effet, la méthode de coloration de graphe utilisée (section 6.3 du chapitre 3) ne tient pas compte de la taille des particules dans la construction des familles level-set. Ce qui veut dire que l'opération d'adaptation de maillage se fait sur les grandes et petites particules exactement de la même manière. Imaginons maintenant que nous puissions regrouper les particules dans des familles de level-set en respectant un spectre de rayon bien défini et limité. Ceci permettrait une meilleure adaptation du maillage d'où une meilleure conservation du volume des particules. Ce travail représente une perspective à court terme.

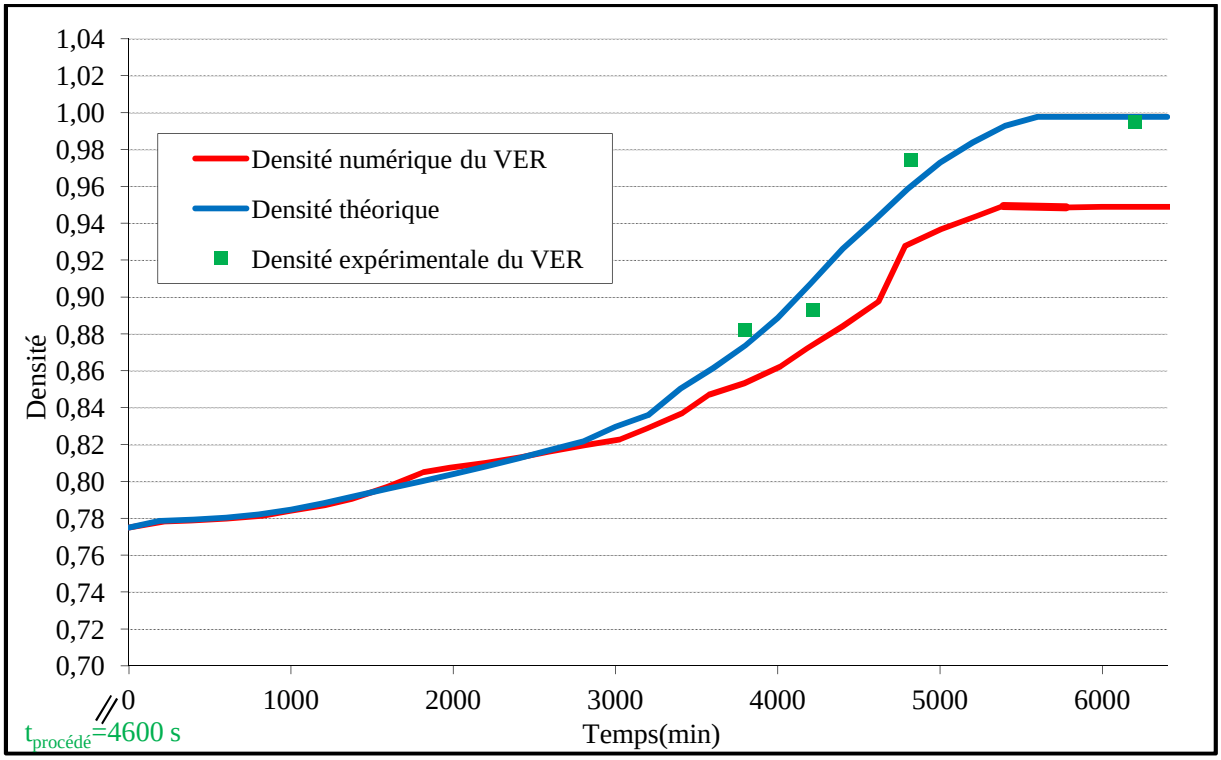


Figure 4 - 22. Evolution locale de la densité relative du VER 2 (située à la position 2 dans la figure 4-2) pendant 104 minutes d'un cycle CIC : comparaison avec travaux expérimentaux et macroscopiques.

5.4. Configuration des particules

Nous essayons dans cette sous-partie de comparer les résultats numériques aux résultats expérimentaux non seulement en termes de densité moyenne du VER, mais aussi en termes d'évolution de la microstructure en regardant l'aspect des particules et leurs déformations.

Sur la figure 4-23, nous représentons les huit fonctions level-set représentant l'ensemble des 807 particules. Nous remarquons qu'à ce stade de la densification, les particules voisines appartiennent généralement à des familles de fonction level-set différentes. De plus, comme déjà présenté dans la section 4 de ce chapitre, les particules sont bien marquées par leur aspect polydisperse et par les différences marquées entre les rayons des petites et grosses particules. Au cours de la densification, une extrusion des particules situées entre deux MEs est remarquée (Fig. 4-23.c). En effet, nous sommes obligés de laisser un petit espace entre les MEs pour ne pas empêcher la déformation des particules. Ceci peut engendrer une tendance des particules qui sont en contact avec ces espaces de sortir du VER. D'où, l'extrusion des particules. D'autre part, les particules ne sont plus sphériques et chacune présente différents contacts avec d'autres particules voisines.

Afin de mieux visualiser la forme des cous entre particules, nous avons présenté sur la figure 4-24 une seule famille de fonction level-set. A noter qu'une famille de particules peut être composée de petites et de grosses particules. Nous avons essayé de présenter sur cette figure les différentes faces du VER de cette famille de particules. Nous remarquons que la forme des particules est définie par une combinaison de plusieurs plans représentant les plans

de contact avec les particules voisines. Pour les particules en contact avec les plans de symétrie ou bien avec les MEs, un seul grand plan est formé au niveau du contact.

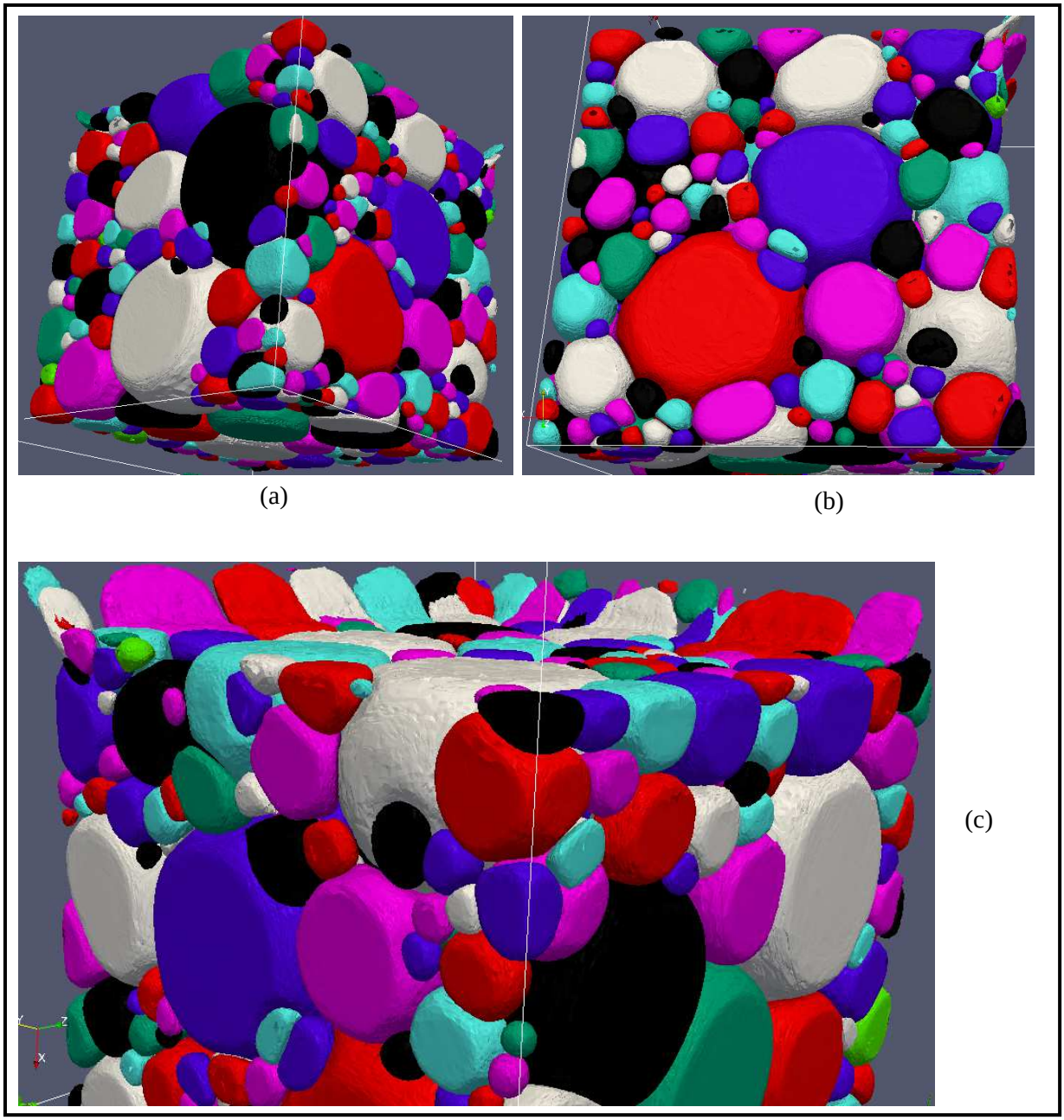


Figure 4 - 23. Visualisation des huit fonctions level-set pour une densité égale à 92%.

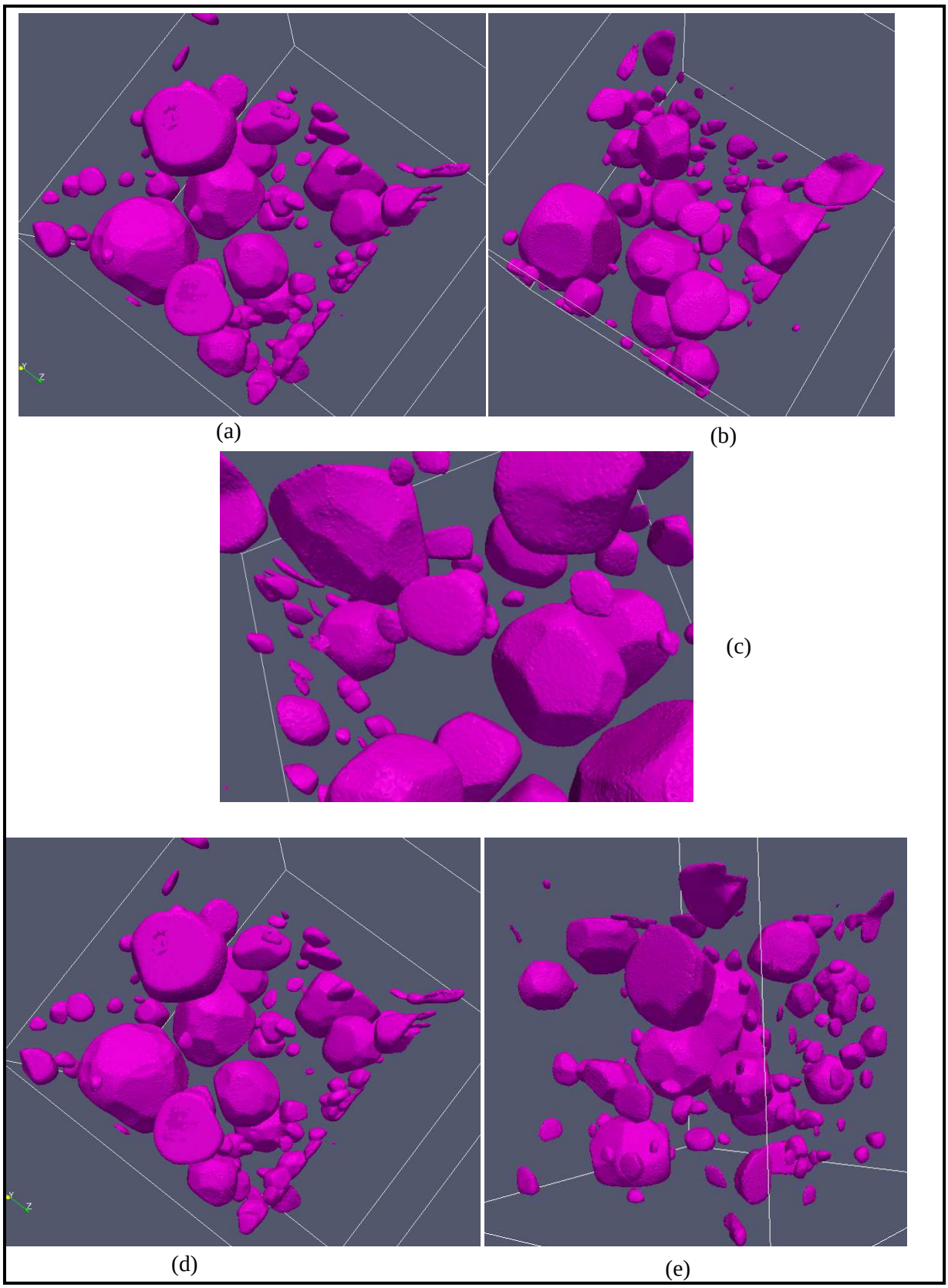


Figure 4 - 24. Visualisation d'une seule fonction level-set (une famille de particules) pour une densité égale à 92%.

La figure 4-25 présente les particules situées entre deux plans de coupe : z = 0,05 mm et z=0,085 mm. Par rapport aux figures 4-23 et 4-24, cette figure apporte une meilleure

visualisation de la forme du contact entre les particules avec un zoom sur les contacts des particules avec leurs voisines (figure 4-25.c).

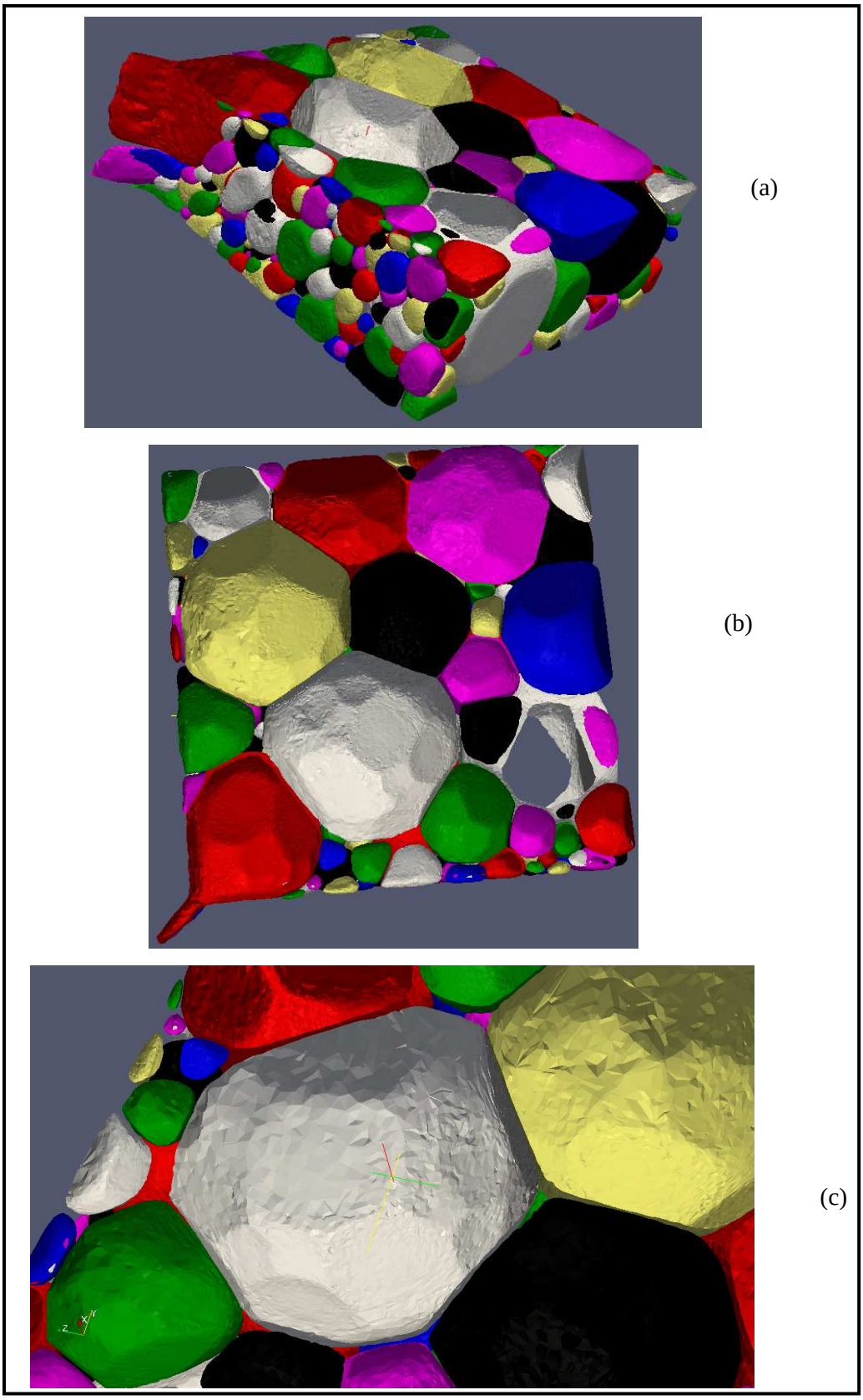


Figure 4 - 25. Configuration des particules situées entre deux plans de coupe : z = 0,05 mm et z=0,085 mm pour une densité égale à 92%.

Sur la figure 4-26, nous avons superposé la visualisation des particules situées entre deux plans de coupe avec un plan de coupe représentant la sensibilité des particules. Nous pouvons bien visualiser sur cette figure l'intérieur des particules et les différents plans formés suite aux contacts avec les autres particules.

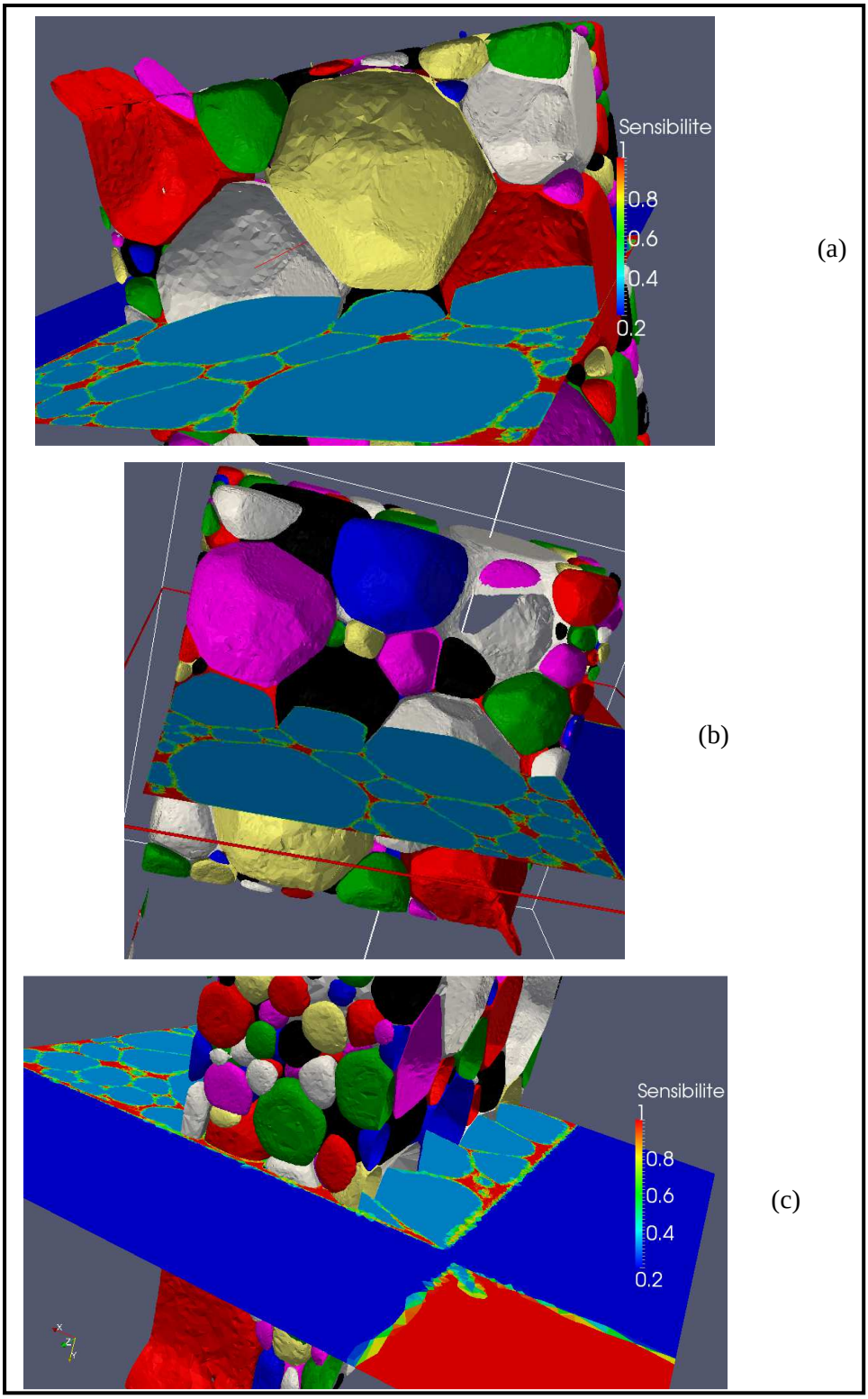


Figure 4 - 26. Superposition de la configuration des particules situées entre deux plans de coupe : z = 0,05 et z=0,085 et un plan de coupe représentant la sensibilité des particules pour une densité égale à 92%.

Les figures de 4-23 à 4-26 présentent la configuration 3D des particules à une densité égale à 92%. Ceci met en valeur le travail numérique effectué à l'échelle méso en terme d'accès à l'évolution des particules à l'échelle mésoscopique au court du procédé CIC.

Nous pouvons faire une comparaison 2D entre des observations des particules sur des plans de coupe et des observations en M.O afin d'étudier et comparer l'évolution de la microstructure en regardant d'une manière générale l'aspect des particules et leurs déformations. Ainsi, dans la figure 4-27, nous présentons des observations de plusieurs plans de coupe du travail numérique à l'échelle mésoscopique superposées à une sélection d'observations en M.O d'échantillons attaqués à une densité égale à 87% de densification. Chaque image de la figure 4-27 représente une observation de particules sur un carré de taille 95 µm * 95 µm. En terme d'évolution de la microstructure et de l'aspect des particules, nous remarquons une bonne corrélation entre les résultats numériques et expérimentaux. Par exemple, sur les deux carrés bleu et blanc, nous avons essayé de trouver un cas de contact entre particules (carrés bleus) et un cas de particule entourée principalement par deux autres particules plus grandes (carrés blancs). Nous constatons une bonne corrélation entre ces observations.

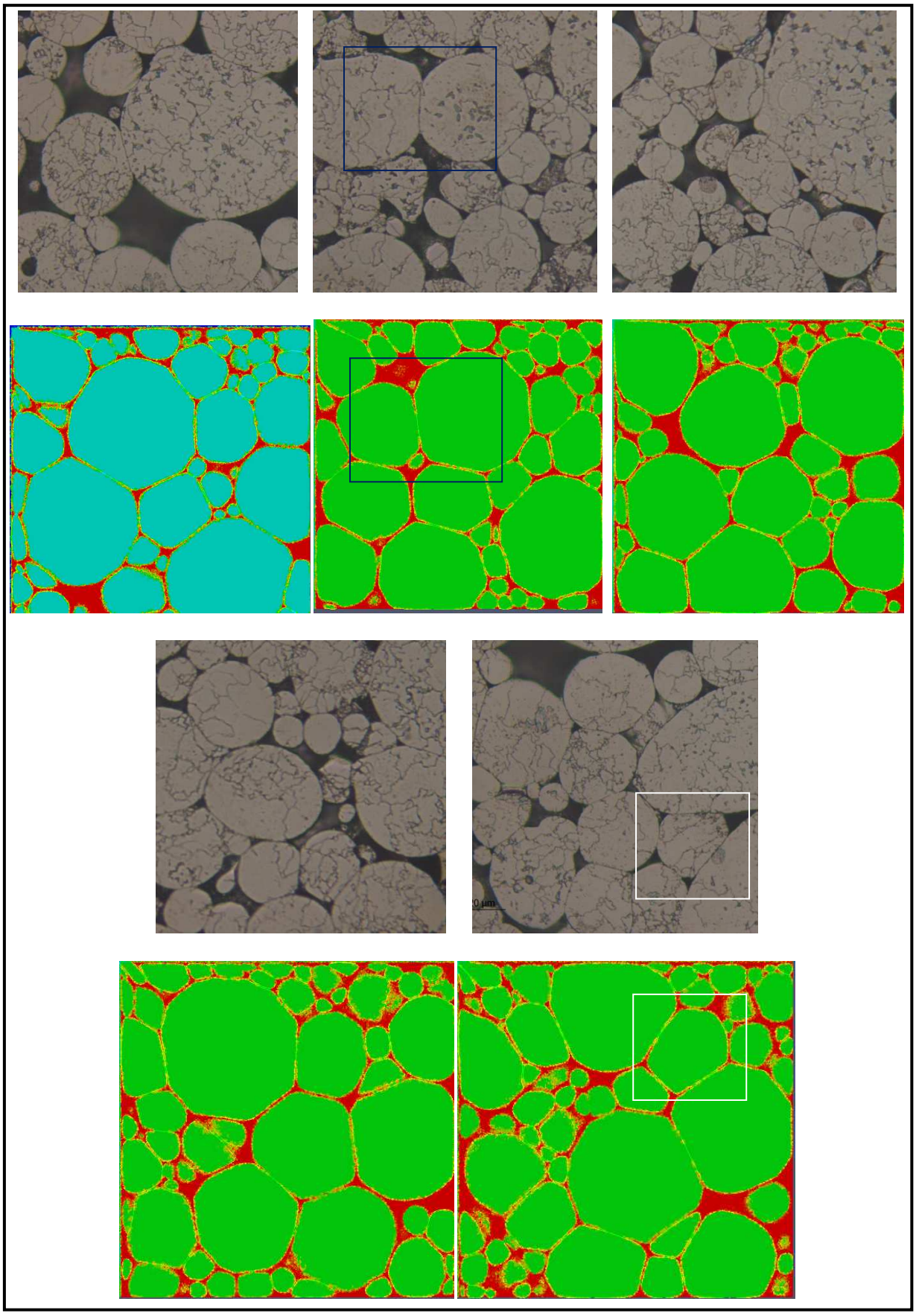


Figure 4 - 27. Visualisations de configurations de particules issues du travail numérique méso et des observations d'échantillons attaquées en M.O à une densité égale à 87% (chaque image représente une observation sur un carré de taille 95 µm * 95 µm).

5.5. Discussion de l'exploitation future du modèle (recalage de loi de comportement macroscopique)

A la lumière de ce qui a été développé dans ce travail, nous avons discuté dans cette section l'exploitation future du modèle construit, dans le cadre d'une démarche de recalage de loi de comportement macroscopique. En effet, cette approche permet l'identification des coefficients *f* et *c* de la loi d'Abouaf à partir de calculs mésoscopiques sur VER. Pour cela, il suffit d'appliquer des chargements isotropes pour déterminer la fonction rhéologique *f* en fonction de la densité et d'appliquer des compressions uni-axiales pour la détermination de la fonction rhéologique *c*.

En état de compaction isostatique, et en supposant que le "milieu continu poudre" obéit à la loi d'Abouaf, nous pouvons écrire le coefficient d'Abouaf *f(D)* sous la forme suivante [Bouaziz, 97] :

$$f(D) = \frac{1}{9}\left(\frac{\dot{D}}{D}\right)^{\frac{2m}{m+1}}\left(\frac{k_f}{P}\right)^{\frac{2}{m+1}} \quad , \tag{4-3}$$

avec :

- *f(D)* le coefficient de compressibilité de la loi d'Abouaf,
- *m* l'indice de sensibilité à la vitesse de déformation dans la loi viscoplastique caractérisant le matériau constitutif des particules,
- $k_f = K(\sqrt{3})^{m+1}$, avec *K* la consistance viscoplastique du matériau constitutif des particules,
- *P* la pression hydrostatique dans le milieu continu poudre,
- *D* la densité relative du milieu continu poudre.

Nous avons donc :

$$f(D) = \frac{1}{3}\left(\frac{\dot{D}}{D}\right)^{\frac{2m}{m+1}}\left(\frac{K}{P}\right)^{\frac{2}{m+1}} \quad . \tag{4-4}$$

Considérons alors un VER du milieu poudre, pouvant faire l'objet de calculs mésoscopiques, tels que ceux développés au cours de ces travaux. Imaginons qu'on impose aux "milieux englobants" dans ce VER des conditions en vitesse de type compaction isostatique, c'est-à-dire telles que :

$$\frac{\partial v_x}{\partial x} = \frac{\partial v_y}{\partial y} = \frac{\partial v_z}{\partial z} = \frac{1}{3}(\nabla \cdot \mathbf{v})_{imp} = \frac{1}{3}(\mathrm{tr}\,\dot{\boldsymbol{\varepsilon}})_{imp} \tag{4-5}$$

avec $(\nabla \cdot \mathbf{v})_{imp} = (\mathrm{tr}\,\dot{\boldsymbol{\varepsilon}})_{imp}$ le taux relatif de compaction imposé.

A partir des calculs mésoscopiques effectués sur ce VER pour une densité relative donnée D, nous pouvons calculer une estimation du coefficient *f(D)* correspondant à l'état de ce VER, à partir de l'expression précédente pour ce coefficient :

$$f = \frac{1}{3}\left(\left(-\operatorname{tr}\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}\right)_{imp}\right)^{\frac{2m}{m+1}}\left(\frac{K}{\langle P\rangle}\right)^{\frac{2}{m+1}} \tag{4-6}$$

Dans cette estimation de *f*, $\langle P\rangle$ est une valeur moyenne de la pression obtenue sur le VER, à savoir :

$$\langle P\rangle = \frac{1}{V}\int_V p\mathrm{d}V \tag{4-7}$$

Par ailleurs, en état de compaction simple, et en supposant que le "milieu continu poudre" obéit à la loi d'Abouaf, nous pouvons écrire le coefficient d'Abouaf *c(D)* sous la forme suivante [Bouaziz, 97] :

$$c(D) = C_s(D)^{\frac{-2n}{n+1}} - f(D) \tag{4-8}$$

avec $C_s(D)$ le rapport entre la contrainte d'écoulement du VER (qui dépend de la densité *D*) et la contrainte d'écoulement du matériau dense.
A partir de simulations de compression simple sur des VER, nous pouvons déterminer les contraintes découlement du VER pour une densité relative donnée *D* et déduire la valeur de $C_s(D)$. Finalement, en identifiant *f(D)* (Eq. (4-6)), nous pouvons déduire *c(D)* (Eq. (4-8)).

6. Conclusion

L'objectif de ce travail de modélisation de VER 3D était de construire un modèle permettant la modélisation de la déformation viscoplastique à chaud des particules de poudres contenues à l'intérieur d'un volume élémentaire, afin de suivre l'évolution de la densité relative moyenne et l'évolution des particules. Ceci devait être effectué pour le matériau 316L, en respectant la granulométrie réelle de la poudre utilisée et en imposant des conditions aux limites représentatives d'un cycle de CIC.

Un cas 3D réaliste composé de 807 particules a été modélisé en utilisant des hypothèses simplificatrices (nombre et distribution des particules). L'évolution de la densité relative en fonction du temps a été présentée et discutée. Le travail effectué offre la possibilité de suivre l'évolution de la déformation et de la configuration des particules. Enfin, ce modèle serait très utile pour mener à bien des recalages microscopique-macroscopique

Tout au long de la construction et de la validation du travail numérique, plusieurs difficultés ont été rencontrées et discutées dans ce manuscrit. Pour le modèle mécanique, nous pouvons souligner le choix du comportement du MI et du ME, l'adaptation d'une loi de comportement de type puissance pour les particules et la détermination des valeurs des conditions aux limites appliquées. D'un point de vue modèle numérique, nous pouvons noter

le déraffinement du maillage au niveau des cous (section 6.3 du chapitre 3), le contrôle et l'optimisation de la conservation de matière, le pilotage des outils pour le cas de VER carré et cubique et l'adaptation de maillage pour le cas de granulométrie réelle (surtout pour les petites particules).

Les perspectives de ce modèle sont assez larges : tout d'abord, pour pouvoir aller jusqu'à un matériau totalement dense, le modèle doit tenir compte du mécanisme de transport par diffusion. Il serait très intéressant de coupler nos travaux à ceux réalisés par J. Bruchon [Bruchon et al., 11 ; Bruchon et al., 12] consacrés à la modélisation des mécanismes de transport par diffusion avec le même formalisme que celui utilisé dans ce travail, c'est-à-dire une approche monolithique reposant sur une description level-set des particules. Un travail devrait également être mené sur la prise en compte de CLs en contraintes tangentielles. De plus, la construction d'une méthode d'adaptation de maillage plus robuste pour ces cas d'études semble nécessaire afin de limiter les problèmes de diffusion numérique. En outre, il serait très intéressant d'identifier et d'utiliser une base de données du matériau plus récente et plus représentative de la poudre utilisée dans le travail expérimental. Finalement, une analyse d'échantillons (de la même taille que celle du VER 3D modélisé) en tomographie X serait clairement un plus pour cette étude et permettrait de comparer l'évolution des particules en 3D. Des travaux de tomographie X n'ont pas été planifiés dans le cadre de cette thèse mais représentent des perspectives très enrichissantes à court terme.

Conclusion générale et perspectives

Le travail qui vient d'être présenté visait à apporter une contribution à la simulation du procédé de compaction isostatique à chaud à l'échelle mésoscopique et a eu pour objectif d'apporter des éléments de compréhension supplémentaires sur les caractéristiques, les hétérogénéités et la prédiction du comportement de pièces fabriquées par CIC. Ainsi, cette thèse a eu deux axes principaux : le premier a été de développer un modèle numérique permettant la modélisation du mécanisme de déformation viscoplastique à chaud au cours d'un procédé CIC à l'échelle d'un VER (chapitres 3 et 4). Le deuxième a été de réaliser un travail expérimental afin d'étudier les propriétés finales des pièces soumises à un cycle CIC mais aussi de valider le travail numérique réalisé (chapitre 2).

La première étape de ce travail a consisté à faire un état de l'art des méthodes analytiques et numériques qui modélisent le procédé CIC ou les mécanismes physiques entrant en jeu. La recherche bibliographique a mis en lumière plusieurs points très intéressants. Concernant les méthodes analytiques, des modèles permettent de construire des courbes de densification exprimant l'évolution de la compaction en fonction des paramètres du procédé et des caractéristiques initiales de la poudre. Ces méthodes ont permis de confirmer que le mécanisme de déformation viscoplastique à chaud est le mécanisme prépondérant pendant la quasi-totalité du temps d'un cycle CIC. D'un point de vue modèles numériques issus de la littérature, les résultats de modélisation utilisant la méthode level-set semblent très encourageants. C'est ainsi que dans ce travail nous avons choisi de travailler avec une approche level-set pour la modélisation de la déformation viscoplastique des particules.

Le travail expérimental a été présenté dans le chapitre 2. Ce travail avait deux objectifs principaux : étudier expérimentalement la densification d'une poudre d'acier inoxydable 316L et comparer les prédictions numériques (mésoscopiques ou macroscopiques) aux données expérimentales obtenues. Pour répondre à ces objectifs, cinq lopins ont été élaborés par CIC à partir d'une poudre d'acier inoxydable 316L atomisée au gaz : un avec cycle complet et quatre avec cycles interrompus. Les temps d'interruption de ces derniers ont été identifiés suite à un travail de modélisation à l'échelle macroscopique. Des échantillons issus de ces lopins ont été étudiés. Les résultats d'observations en microscopie optique et électronique à balayage ont été présentés. De plus, les évolutions des propriétés macroscopiques et microscopiques durant la densification ont été analysées. De nombreuses conclusions ressortent de l'ensemble de ce travail expérimental et ont été utiles pour la comparaison avec le travail numérique. Parmi ces conclusions, nous pouvons souligner par exemple que :

- Au sein d'un même lopin et au cours de la compaction, la densité et la vitesse de densification ne sont pas homogènes.
- La poudre est en très grande majorité constituée de particules sphériques.
- La présence de splats favorise la densification.
- Une augmentation prononcée de la taille des grains en fin de compaction a été remarquée.

A noter que les bons résultats des essais de traction encouragent à réaliser à court terme des essais de fatigue et de résilience sur les lopins denses

En ce qui concerne les modèles numériques, une modélisation à l'échelle d'un ensemble de particules a été développée afin de tenir compte des hétérogénéités locales mésoscopiques et d'accéder à des informations sur la microstructure. Dans ce travail de thèse, nous avons centré notre approche sur l'analyse de la déformation viscoplastique des particules, mécanisme prépondérant au cours du procédé. La démarche utilisée, présentée dans le chapitre 3, est basée sur la prise en compte d'un comportement viscoplastique de type loi de puissance et la résolution des équations de Stokes compressible. L'approche retenue est basée sur un domaine fixe dans lequel les interfaces entre les différentes particules de poudre et le milieu interparticulaire ne sont connues qu'implicitement à travers les valeurs de quelques fonctions distances définies sur l'ensemble du domaine de calcul. Les propriétés physiques des différents domaines (les particules, le milieu interparticulaire et le ME) ont été introduites à travers des lois de mélange et deux méthodes de génération de maillage anisotrope adapté aux interfaces ont été utilisées. Des cas test en deux dimensions ont été présentés dans le chapitre 3.

L'approche initiée en 2D a été étendue afin de modéliser un ensemble de particules dans un VER tridimensionnel. Les conditions aux limites appliquées sont issues d'un calcul macroscopique et dépendent de la position du VER par rapport au lopin. 807 particules de granulométrie réaliste ont été modélisées en 3D ont été modélisées. Les résultats numériques de la compaction de ce VER ont été présentés, comparés et commentés. De plus, l'évolution de la densité relative en fonction du temps a été présentée et discutée. Les analyses effectuées ont permis d'apporter une synthèse globale sur la pertinence et les limitations des résultats numériques obtenus. On notera l'aptitude du modèle construit à décrire des phénomènes complexes à l'échelle mésoscopique : modélisation de la granulométrie réelle avec comportement réaliste, conditions aux limites dépendantes de la position du VER et accès à la déformation des particules. Concernant les limitations, nous notons principalement la difficulté d'adaptation du maillage sur les petites particules à cause du large spectre du rayon des particules modélisées.

Les perspectives envisageables pour la suite de ce travail sont multiples et prometteuses. Nous pouvons citer quelques axes de recherche qu'il conviendrait d'approfondir :

D'un point de vue caractérisation expérimentale des pièces issues de CIC, une ré-identification des essais instrumentés avec un modèle d'Abouaf purement visqueux serait un plus pour l'amélioration des paramètres du comportement utilisé dans nos modélisations méso mais surtout macro. De plus, une analyse en tomographie X sera clairement incontournable pour avoir accès à l'évolution des particules en 3D et la comparer avec celle du travail numérique.

Concernant le modèle numérique, il sera intéressant de le compléter pour y intégrer le transport de masse par diffusion aux joints de grain et à la surface des particules, de manière à bien représenter la toute fin de compaction. De plus, la construction d'une méthode d'adaptation de maillage plus adapté à ce cas semble nécessaire pour limiter les problèmes de diffusion numérique. Par ailleurs, nous pouvons également envisager de tenir compte de

l’effet de l’évolution de la taille des grains qui peut jouer un rôle très important sur la loi de comportement des particules surtout dans les derniers pourcentages de densification. De même, introduire des pores internes dans les particules modélisées serait enrichissant puisque les résultats expérimentaux montrent que ces pores résistent souvent à la densification. D’autre part, les outils mis en place permettront très rapidement de s’intéresser à des problèmes de recalage de modèle. Finalement, il sera intéressant de différencier le comportement des particules, notamment pour représenter le rôle bénéfique des splats et des particules les plus fines, dont les clichés EBSD montrent que leur taille de grain est significativement plus faible que dans la majorité des particules. Nous pouvons ainsi penser introduire une certaine dépendance du comportement viscoplastique des particules en fonction de leur taille, de manière à rendre compte de leur plus grande capacité à se déformer (consistance moindre, sensibilité à la vitesse de déformation plus élevée). Le modèle numérique sur VER permettrait ainsi de quantifier l'influence de cette différenciation du comportement sur la capacité moyenne de densification de la poudre.

Signalons finalement que la stratégie générale développée pour notre application pour le procédé CIC et sur les poudres métalliques pourrait s’appliquer directement à d’autres types de poudre, en particulier céramique et à d’autres procédés de la MdP.

Références bibliographiques

[Abouaf, 85] M. Abouaf, Modélisation de la compaction de poudres métalliques frittées. Approche par la mécanique des milieux continus, Thèse de Doctorat, Université de Grenoble, 1985.

[Abouaf et Chenot, 86] M. Abouaf and J.L. Chenot, Modélisation numérique de la déformation à chaud de poudres métalliques, Journal of theorical and applied mechanics, vol.5, pp. 121-140, 1986.

[Abouaf et al., 88] M. Abouaf, J.L. Chenot, G. Raisson, and P. Bauduin, Finite Element Simulation of Hot Isostatic Pressing of Metal Powders, Int. J. Num. Methods Eng., vol. 25, pp.191-212, 1988.

[Agassant et al., 96] J.F. Agassant, P. Avenas, J.P. Sergent, B. Vergnes et M. Vincent, La Mise en forme des matières plastiques , 3ème édition, Technique et Documentation (Lavoisier), Paris, 1996.

[Argento et Bouvard,95] C. Argento, D. Bouvard, Modeling the effective thermal conductivity of random packing of spheres through densification, International Journal of Heat and Mass Transfer, vol. 39 (7), pp. 1343 -1350, 1995.

[Arzt et al.,83] E. Arzt, M.F. Ashby, and K.E. Easterling, Practical applications of hot-isostatic pressing diagrams: Four case studies, Metallurgical Transactions, vol. 14 (A), pp. 211–221, 1983.

[Arzt, 83] E. Arzt, The influence of an increasing particle coordination on the densification of spherical powders, Acta Metallurgica, vol. 30, pp. 1883-1890, 1983.

[Atkinson et Davies, 00] H.V. Atkinson and S. Davies, Fundamental aspects of hot isostatic pressing: an overview, Metallurgical and Materials Transactions, vol. 31 (A), pp. 2981–3000, 2000.

[Baccino et Moret, 93] R. Baccino et F. Moret, Applications aéronautiques, spatiales et nucléaires, Colloque: Métallurgie des poudres: présent et avenir, Grenoble, 1993.

[Bagi, 05] K. Bagi, An algorithm to generate random dense arrangements for discrete element simulations of granular assemblies, Granular Matter, vol. 7, pp. 31-43, 2005.

[Basset, 06] O. Basset, Simulation numérique d'écoulements multifluides sur grille de calcul, Thèse de Doctorat, Mines Paris Tech, 2006.

[Bellet, 94] M. Bellet, Simulation numérique de la compaction de poudres métalliques, Séminaire de plasticité : Eléments finis et mise en forme des métaux, Sophia Antipolis, Tome 3, chapitre 15, 1994.

[Bellet, 99] M. Bellet, Finite element analysis of compressible viscoplasticity using a three-field formulation. Application to metal powder hot compaction, Comput. Meth. Appl. Mech. Engrg., vol. 175, pp. 19-40, 1999.

[Benabbou et al., 09] A. Benabbou, H. Borouchaki, P. Laug, and J. Lu, Geometrical modeling of granular structures in two and three dimensions. application to nanostructures, International Journal for Numerical Methods in Engineering, vol. 80, pp. 425-454, 2009.

[Benabbou et al., 10] A. Benabbou, H. Borouchaki, P. Laug, and J. Lu, Numerical modeling of nanostructured materials, Finite Elements in Analysis and Design, vol. 46 (1-2), pp. 165-180, 2010.

[Bernache-Assollant et Bonnet, 05] D. Bernache-Assollant, J.P. Bonnet, Frittage : aspects physico-chimiques, Partie 1 : frittage en phase solide, Techniques de l'ingénieur. Sciences fondamentales, vol. AFP4, 2005.

[Bernacki et al., 07] M. Bernacki, Y. Chastel, H. Digonnet, H. Resk, T. Coupez, and R. E. Logé, Development of numerical tools for the multiscale modelling of recrystallisation in metals, based on a digital material framework, Computer Methods in Materials Science, vol. 7, pp. 142-149, 2007.

[Bernacki et al., 08] M. Bernacki, Y. Chastel, T. Coupez, and R. Logé, Level set framework for the numerical modelling of primary recrystallization in polycrystalline materials, Scripta Materialia, vol. 58 (12), pp. 1129-1132, 2008.

[Bernacki et al., 09] M. Bernacki, H. Resk, T. Coupez and R. Logé, Finite element model of primary recrystallization in polycrystalline aggregates using a level set framework, Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering, vol. 17, pp.1-22, 2009.

[Besson, 90] J. Besson, Simulation numérique de la mise en forme des céramiques: application à la compaction isostatique à chaud, Thèse de Doctorat, Mines Paris Tech, 1990.

[Brook, 76] R.J. Brook, “Controlled Grain Growth,” in Ceramic Fabrication Pro- ceases, Academic Press 9: New York, pp. 331-364, 1976.

[Bouaziz, 97] O. Bouaziz, Modélisation thermomécanique du comportement d’une poudre d’acier inoxydable: Application à la mise en forme par Compression Isostatique à Chaud, Thèse de Doctorat, Université Joseph Fourier, 1997.

[Bouvard, 02] D. Bouvard, Métallurgie des poudres, Lavoisier, 2002.

[Bruchon et al., 09] J. Bruchon, H. Digonnet et T. Coupez, Using a signed distance function for the simulation of metal forming processes: formulation of the contact condition and mesh adaptation. From a Lagrangian approach to an Eulerian approach., Int. J. Numer. Meth. Engng, vol. 78 (8), pp. 980-1008, 2009.

[Bruchon et al., 11] J. Bruchon, S. Drapier, F. Valdivieso, 3D finite element simulation of the matter flow by surface diffusion using a level-set method, International Journal for Numerical Methods in Engineering, vol. 86 (7), pp. 845-861, 2011.

[Bruchon et al., 12] J. Bruchon, D. Pino-Munoz, F. Valdivieso, S. Drapier, Finite element simulation of mass transport during sintering of a granular packing. Part I. Surface and lattice diffusions, Journal of the American Ceramic Society, vol. 95 (8), pp. 1-26, 2012.

[Burke et Turnbull, 52] J.E. Burke and D. Turnbull, "Recrystallization and grain growth," Progress in Metal Physics, (London: Pergamon Press), vol. 3 (C), pp. 220-292, 1952.

[Chen, 08] Y. Chen, Contribution à la modélisation de la compression des poudres par une méthode d'éléments discrets maillés, Thèse de Doctorat, Institut polytechnique de Grenoble, 2008.

[Choi et Gethin, 09] J.L. Choi et D.T. Gethin, A discrete element modeling and measurements for powder compaction, Modelling and simulation in materials science and engineering, vol. 17 (3), pp. 1-22, 2009.

[Coccoz, 95] G. Coccoz, Compactage à froid des poudres métalliques : approche expérimentale et simulation numérique, Thèse de Doctorat, Mines Paris Tech, 1995.

[Courant et al., 67] R. Courant, R. Friedrichs et H. Lewy, On the Partial Difference Equations of Mathematical Physics. IBM Journal of Research and Development, vol. 11 (2), pp. 215-234, 1967.

[Coupez, 91] T. Coupez, Grandes déformations et remaillage automatique, Thèse de Doctorat, Mines Paris Tech, 1991.

[Coupez, 00] T. Coupez, Génération de maillage et adaptation de maillage par optimisation locale, Revue européenne des éléments finis, vol. 9, pp. 403-423, 2000.

[Coupez, 07] T. Coupez, Convection of local Level Set function for moving surfaces and interfaces in forming flow. Proceedings of the 9th International Conference on Numerical Methods in Industrial Forming Processes, Porto, vol. 908, pp. 61-66, 2007.

[Coupez et al.,08] T. Coupez, H. Digonnet, P. Laure, L. Silva, R. Valette, Approche monolithique pour l'IFS, Chapitre 3 du cours Interaction Fluide Structure, pp. 167-202, 2008.

[Couturier, 99] R. Couturier, Etudes des propriétés mécaniques de l'acier 316L élaboré par compression isostatique à chaud, Thèse de Doctorat, Mines Paris Tech, 1999.

[Davies et Jones, 97] G.C. Davies et D.R.H. Jones, Creep of metal-type organic compounds-IV Application to hot isostatic pressing, Acta Metallurgica, vol. 45, pp. 775–789, 1997.

[Dellis, 97] C. Dellis, PRECAD, l'outil métier pour la métallurgie des poudres. PRECAD, the CAD/CAM tool for powder metallurgy, MICAD'97, Conf. CFAO, Infographie et Technologies Assistées par Ordinateur, Paris, 1997.

[Digonnet, 01] H. Digonnet, Répartitionnement dynamique, mailleur parallèle et leurs applications à la simulation numérique en mise en forme des matériaux, Thèse de doctorat, Mines Paris Tech, 2001.

[Digonnet et al., 07] H. Digonnet, L. Silva, and T. Coupez, Cimlib: a fully parallel application for numerical simulations based on components assembly, in Materials Processing and Design; Modeling, Simulation and Applications; NUMIFORM '07; Proceedings of the 9th International Conference on Numerical Methods in Industrial, Univ Porto, Fac Engn Oporto PORTUGAL, 17-21 juin 2007.

[Djohari et al., 09] H. Djohari, J. I. Martinez-Herrera, J.J. Derby, Transport Mechanisms and Densication during Sintering: I. Viscous Flow versus Vacancy Diffusion, Chemical engineering science, vol. 64 (17), pp. 3799-3809, 2009.

[Djohari and Derby, 09] H. Djohari, J.J. Derby, Transport mechanisms and densification during sintering: II. Grain boundaries, Chemical engineering science, vol. 64 (17), pp. 3810-3816, 2009.

[Ferguson, 97] S. P. Ferguson, Sphere Packings, Thèse de Doctorat, University of Michigan, 1997.

[Fischmeister et Arzt, 83] H.F. Fischmeister et E. Arzt, Densification of powders by particle deformation, Powder Metallurgy, vol. 26, pp. 82- 88, 1983.

[Flemings, 74] M. C. Flemings, Solidification Processing. New York, Mc Graw Hill, 1974.

[Gendron, 01] D. Gendron, Etude numérique et expérimentale du frittage à l’échelle du grain, Thèse de doctorat, Université Bordeaux I, 2001.

[Gethin et al., 06] D.T. Gethin, X.S. Yang and R.W. Lewis, A Two Dimensional Combined Discrete and Finite Element Scheme for Simulating the Flow and Compaction of Systems Comprising Irregular Particulates; Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering, vol. 195, pp. 5552-5565, 2006.

[Gilp et al., 92] B.F. Gilp, P.D. Desai, J.F. Radavich, C.Y. Ho, Bibliography on Hot Isostatic Pressing (HIP) Technology, 1992.

[Gillia et al., 07] O. Gillia, B. Boireau, C. Boudot, A. Cottin, P. Bucci, F. Vidotto, J.-M. Leibold, P. Lorenzetto, Modelling and computer simulation for the manufacture by powder HIPing of blanket shield components for ITER, Fusion Engineering and Design, vol. 83, pp. 1294–1299, 2007.

[Gruau, 04] C. Gruau, Génération de métriques pour adaptation anisotrope de maillages, applications à la mise en forme des matériaux, Thèse de doctorat, Mines Paris Tech, 2004.

[Hachem et al., 10] E. Hachem, B. Rivaux, T. Kloczko, H. Digonnet, T. Coupez, Stabilized finite element method for incompressible flows with high Reynolds number, Journal of Computational Physics, vol. 229 (23), pp. 8643-8665, 2010.

[Haggblad et Li, 95,] H.A. Haggblad et W.B. Li, A micro mechanical based constitutive model for finite element simulation of hot isostatic pressing of powder, Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering, vol. 128, pp. 191-198, 1995.

[Hales, 05] T. C. Hales, A proof of the Kepler conjecture, Annals of Mathematics, vol. 162, pp. 1065-1185, 2005.

[Hamide, 08] M. Hamide, Modélisation numérique du soudage à l'arc des aciers, Thèse de doctorat, Mines Paris Tech, 2008.

[Hamide et al., 08] M. Hamide, E. Massoni, M. Bellet, Adaptive mesh technique for thermal-metallurgical numerical simulation of arc welding processes, International journal for numerical methods in engineering, vol. 73, pp. 624-641, 2008.

[Helle et al. ,85] A.S. Helle, K.E. Easterling et M.F. Ashby, Hot-isostatic pressing diagrams: New developments, Acta Metallurgica, vol. 33, pp. 2163-2174, 1985.

[Hitti, 11] K. Hitti, Simulation numérique de Volumes Élémentaires Représentatifs (VERs) complexes : Génération, Résolution et Homogénéisation, Thèse de doctorat, Mines Paris Tech, 2011.

[Hitti et al., 11] K. Hitti, T. Coupez, L. Silva, and M. Bernacki, Generation of cellular Representative Volume Elements (RVEs) in a finite element (FE) context – application to foam compression, in 20ème Congrès Français de Mécanique, Besançon, 2011.

[Hitti et al., 12] K. Hitti, P. Laure, T. Coupez, L. Silva, and M. Bernacki, Fast generation of complex statistical Representative Elementary Volumes (REVs) in a finite element context, Computational Materials Science, vol. 61, pp. 224–238, 2012.

[Hitti et Bernacki, 12] K. Hitti, and M. Bernacki, Optimized Dropping and Rolling (ODR) method for paching of poly-disperse spheres, accepted to Applied Mathematical Modelling, 2012.

[Jeon et Kim, 99] Y.C. Jeon et K.T. Kim, Near-net-shape Forming of 316L Stainless Steel Powder under Hot Isostatatic Pressing, International Journal of Mechanical Sciences, vol. 41, pp. 815-830, 1999.

[Jerier, 09] J-F. Jerier, Modélisation de la compression haute densité des poudres métalliques ductiles par la méthode des éléments discrets, Thèse de Doctorat, Université Joseph Fourier, 2009.

[Jinka et Lewis, 93] G.K. Jinka et R.W. Lewis, Finite element simulationof hot isostatic pressing of metal powders, Comput. Methods Appli. Mech. Engrg, vol. 114, pp. 249-272, 1993.

[Jinka et al., 97] A. Jinka, M. Bellet, L. Fourment, A new 3D finite element model for the simulation of powder forging processes: Application to hot forming of P/M connecting rod, Int. J. Num. Meth. Engng., vol. 97, pp. 3955-3978, 1997.

[Kashyap et Tangri, 95] B.P. Kashyap et K. Tangri, On the Hall-Petch relationship and substrutural evolution in type 316L Stainless steel, Acta metall, mater. vol. 43 (11), pp. 3971-3981, 1995.

[Kim et Jeon, 98] K.T. Kim and Y.C. Jeon, Densification behavior of 316L stainless steel powder under high temperature, Materials Science and Engineering, vol. 245 (A), pp. 64-71, 1998.

[Kim, 02] H.S. Kim, Densification mechanisms during hot isostatic pressing of stainless steel powder compacts, Journal of Materials Processing Technology, vol. 123 (2), pp. 319-322, 2002.

[Kumar et al. ,10] J. Ganesh Kumar, M. Chowdary, V. Ganesan, R.K. Paretkar, K. Bhanu Sankara Rao, M.D. Mathew, High temperature design curves for high nitrogen grades of 316LN stainless steel, Nuclear Engineering and Design, vol. 240 (6), pp.1363-1370, 2010.

[Li et al., 87] W-B. Li, A.S. Helle, M.F. Ashby, K.E. Easterling, On densification and shape change during isostatic pressing, Acta Metallurgica, vol. 35, pp. 2831-2842, 1987.

[Li et Haggblad, 97] W.B. Li et H.A. Haggblad, Constitutive laws for hot isostatic pressing of powder compact, Powder Metallurgy, vol. 40, pp. 279- 281, 1997.

[Liu, 05] W. Liu, Finite element modelling of macrosegregation and thermomechanical phenomena in solidification processes, Thèse de Doctorat, Mines Paris Tech, 2005.

[Lu, 87] T. C. Lu, Structure superficielle des poudres de superalliages base nickel et mécanismes intervenant au cours de la densification, Thèse de Doctorat, Mines Paris Tech, 1987.

[Louchet et al., 06] F. Louchet, J. Weiss et T. Richeton, Hall-Petch Law Revisited in Terms of Collective Dislocation Dynamics, Phys. Rev. Lett, 075504, 2006.

[Mesri et al.,08] Y. Mesri, W. Zerguine, H. Digonnet, L. Silva, T. Coupez, Dynamic Parallel Adaptation for Three Dimensional Unstructured Meshes: Application to Interface Tracking, In Proceedings of the 17th International Meshing Roundtable, pp. 195–212, Pittsburgh, Pennsylvania, USA, 12-15 October 2008.

[Perchat, 00] E. Perchat, Mini-Élément et factorisations incomplètes pour la parallélisation d'un solveur de stokes 2D. Application au forgeage, Thèse de Doctorat, Mines Paris Tech, 2000.

[Procopio et Zavaliangos, 05] A.T. Procopio, A. Zavaliangos, Simulation of multi-axial compaction of granular media from loose to high relative densities, Journal of the Mechanics and Physics of Solids, vol. 53 (7), pp. 1523-1551, 2005.

[Ransing et al., 00] R.S. Ransing, D.T. Gethin, A.R. Khoei, P. Mosbah, R.W. Lewis, Powder compaction modeling via the discrete and finite element method, Materials and design, vol. 21 (4), pp. 263-269, 2000.

[Resk et al., 09] H. Resk, L. Delannay, M. Bernacki, T. Coupez, R. E. Logé, Adaptive mesh refinement and automatic remeshing in crystal plasticity finite element simulations, Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering, vol. 17, 075012, 2009.

[Rieken et al., 10] J.R. Rieken, I.E. Anderson, M.J. Kramer, Microstructure Evolution of Gas-Atomized Iron-Base ODS Alloys," Int. J. Powder Metall., vol. 46, pp. 17-21, 2010.

[Rizkallah et al., 01] C. Rizkallah, J.P. Fondères, H.-F. Raynaud et A. Vignes, Conduite avancée du procédé de compactage isostatique à chaud (CIC). Application au compactage de l'Astroloy, La Revue de Métallurgie-CIT/Science et Génie des Matériaux, vol. 12, pp. 1109-1128, 2001.

[Schaeffler, 49] A.L. Schaeffler, Constitution Diagram for Strainless Steel Weld Metal., Metal Progress, vol. 56, pp. 680-680, 1949.

[Shi et Zhang, 08] Y. Shi and Y. Zhang, Simulation of random packing of spherical particles with different size distributions, Applied Physics A, vol. 92, pp. 621-626, 2008.

[Silva, 04] L.R. Da Silva, Viscoelastic compressible flow and applications in 3D injection molding simulation, Thèse de doctorat, Mines Paris Tech, 2004.

[Singh et al., 02] K.K. Singh, S. Sangal et G.S. Murty, Hall–Petch behaviour of 316L austenitic stainless steel at room temperature, Materials Science and Technology, vol. 18 (2), pp. 165-172, 2002.

[Sun et al., 10] Z. Sun, R. Logé, and M. Bernacki, 3d finite element model of semi-solid permeability in an equiaxed granular structure, Computational Materials Science, vol. 49 (1), pp. 158-170, 2010.

[Svoboda et al., 97] A. Svoboda, H.A. Haggblad, A. Laptev, O. Bouaziz, C. Dellis, Experimental characterisation of powder for use in simulation of Hot Isostatic Pressing, Proceeding Int. Workshop on Modelling of Metal Powder Forming Processes, Grenoble, France, 1997.

[Tanwongwan et al., 05] W. Tanwongwan, A. Manonukul, J. Carmai, Effects of Powder Size on Cold Compaction of Stainless Steel 316L, JSME International Journal, vol. 48 (4), pp. 376-380, 2005.

[Ville et al., 11] L. Ville, L. Silva, T. Coupez, Convected Level Set method for the numerical simulation of Fluid Buckling. International Journal for Numerical Methods in Fluids, vol. 66, pp. 324-344, 2011.

[Wilkinson et Ashby, 75] D.S. Wilkinson, M.F. Ashby, Pressure sintering by power law creep, Acta Metallurgica, vol. 23, pp. 1277-1285, 1975.

[Zaragoci, 12] J-F. Zaragoci, Simulation numérique directe multiphasique de la déformation d'un alliage Al-Cu à l'état pâteux - Comparaison avec des observations par tomographie aux rayons X in situ en temps réel, Thèse de Doctorat, Mines Paris Tech, 2012.

Annexes

Annexe 1: Vitesse de densification pour le mécanisme de déformation viscoplastique des particules pour D > 0.9 202

Annexe 2 : Notations 205

Annexe 3 : Maquettes des pièces compactées 208

Annexe 4 : Evaluation de l'erreur de mesure de la méthode de trois pesées 210

Annexe 5 : Détermination des conditions aux limites pour le cas d'un VER circulaire 212

Annexe 1: Vitesse de densification pour le mécanisme de déformation viscoplastique des particules pour D > 0.9

La modélisation de la déformation viscoplastique des particules est basée sur la loi puissance exprimée par l'équation suivante :

$$S = 2K(\sqrt{3}\dot{\varepsilon})^{m-1}\,\dot{\varepsilon}\ , \tag{A-1}$$

avec $\dot{\varepsilon}$ la vitesse de déformation et S le déviateur des contraintes.

Dans cette annexe, nous présentons la démarche suivie par Wilkinson [Wilkinson et Ashby, 75] pour l'identification de l'expression de la vitesse de densification en fonction de la pression extérieure pour le mécanisme de déformation viscoplastique avec une densité relative supérieure à 0,9.

Dans ce modèle, la géométrie est idéalisée et d'autres hypothèses sont prises en compte. Pour D > 0,9, le modèle de la poudre compacte étudiée est un compact isotrope dans lequel des pores sphériques identiques sont uniformément distribués. La densité relative initiale est notée D_0. Les pores sont supposés soumis à une pression interne P_i et tout le compact est soumis à une pression extérieure P_e (Fig. A-1).

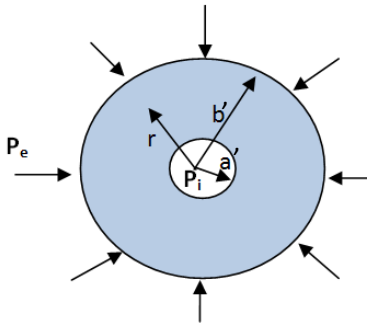


Figure A - 1. Hypothèse de la géométrie considérée pour D > 0.9.

Ce travail a été modélisé dans un système de coordonnées sphériques dont le centre est celui d'un pore sphérique de rayon a'. Une sphère de rayon b' contenant ce pore sphérique forme la structure considérée.

La déformation est radiale, ainsi:

$$\sigma = \begin{bmatrix} \sigma_{rr} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{\theta\theta} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{\theta\theta} \end{bmatrix} \text{ et } \dot{\varepsilon} = \begin{bmatrix} \dot{\varepsilon}_{rr} & 0 & 0 \\ 0 & \dot{\varepsilon}_{\theta\theta} & 0 \\ 0 & 0 & \dot{\varepsilon}_{\theta\theta} \end{bmatrix}. \tag{A-2}$$

L'écriture de l'équation fondamentale en coordonnées sphériques donne:

$$\frac{d\sigma_{rr}}{dr} + \frac{2}{r}(\sigma_{rr} - \sigma_{\theta\theta}) = 0, \tag{A-3}$$

Cette équation est associée aux conditions aux limites :

$$\sigma_{rr}(a') = -P_i \text{ et } \sigma_{rr}(b') = -P_e \ . \tag{A-4}$$

De plus, le matériau étant supposé incompressible :

$$\text{trace}(\dot{\varepsilon}) = 0 \text{ d'où } \dot{\varepsilon}_{rr} = -2\dot{\varepsilon}_{\theta\theta} \ . \tag{A-5}$$

Cherchons l'expression de $\dot{\bar{\varepsilon}}$:

$$\dot{\bar{\varepsilon}} = \sqrt{\sum \frac{2}{3}\dot{\varepsilon}_{ij}\dot{\varepsilon}_{ij}} \text{ alors } \dot{\bar{\varepsilon}} = \sqrt{\frac{2}{3}(\dot{\varepsilon}_{rr}{}^2 + 2\dot{\varepsilon}_{\theta\theta}{}^2)} = -\dot{\varepsilon}_{rr} \text{ (cas d'une compression)} \tag{A-6}$$

En coordonnées sphériques on a: $\dot{\varepsilon}_{\theta\theta} = \frac{v_r}{r}$ et $\dot{\varepsilon}_{rr} = \frac{dv_r}{dr}$. (A-7)

En tenant compte de $\dot{\varepsilon}_{rr} = -2\dot{\varepsilon}_{\theta\theta}$, on obtient que $v_r = \frac{B}{r^2}$.

Ainsi,

$$\dot{\varepsilon}_{\theta\theta} = -\frac{\dot{\varepsilon}_{rr}}{2} = \frac{B}{r^3} \ , \tag{A-8}$$

avec B paramètre d'intégration à évaluer.

En combinant l'équation de la loi de comportement avec A.1, A.3 et A.6, on obtient que:

$$\sigma_{\theta\theta} - \sigma_{rr} = S_{\theta\theta} - S_{rr} = \frac{r}{2}\frac{d\sigma_{rr}}{dr} = K(\sqrt{3})^{m+1}(-\dot{\varepsilon}_{rr})^m \tag{A-9}$$

En tenant compte de A.8 et en notant Q = $K(\sqrt{3})^{m+1}$ et n= $\frac{1}{m}$, l'équation A.9 devient :

$$d\sigma_{rr} = 2^{\frac{1}{n}+1}\, Q\, B^{\frac{1}{n}} \frac{1}{r^{\frac{3}{n}+1}}\, dr \tag{A-10}$$

Si on intègre cette équation en appliquant les conditions aux limites de l'équation A.4, on détermine que :

$$B = \frac{1}{2}\frac{(a'b')^3}{\left(b'^{\frac{3}{n}} - a'^{\frac{3}{n}}\right)^n}\left(\frac{3}{2}\frac{(\Delta P)}{Qn}\right)^n. \tag{A-11}$$

La dérivation de l'équation de la densité relative D= 1- $(\frac{a'}{b'})^3$ donne:

$$\dot{D} = 3\,\frac{a'^3}{b'^3}\left(\frac{\dot{b}'}{b'} - \frac{\dot{a}'}{a'}\right) \tag{A-12}$$

Or puisque $\dot{\varepsilon}_{\theta\theta}(r) = \frac{v_r}{r} = \frac{\dot{r}}{r} = \frac{B}{r^3}$, on peut écrire que :

$\dot{\varepsilon}_{\theta\theta}(a') = \frac{\dot{a'}}{a'} = \frac{B}{a'^3}$ et $\dot{\varepsilon}_{\theta\theta}(b') = \frac{\dot{b'}}{b'} = \frac{B}{b'^3}$.

(A-13)

Finalement, à travers les équations A.11, A.12 et A.13, et en supposant que $A = \frac{1}{Q^n}$ l'équation de la vitesse de densification s'écrit:

$$\dot{D} = \frac{3A}{2} \frac{D(1-D)}{\left(1-(1-D)^{\frac{1}{n}}\right)^n} \left(\frac{3}{2}\frac{(\Delta P)}{n}\right)^n \tag{A-14}$$

Annexe 2 : Notations

A	Paramètre dépendant de la température ($m^2\ s^{-1}\ N^{-1}$),
$A\%$	Allongement à la rupture,
a'	Rayon des pores (m),
B'	Constante d'intégration,
b'	Rayon des sphères des particules de poudre (m),
c_p	Chaleur massique ($J.kg^{-1}.K^{-1}$),
C_K	Coefficient de compressibilité (Pa^{-1}),
$f(D)$ et $c(D)$	Fonctions rhéologiques dépendantes du matériau,
D	Densité relative,
D_0	Densité relative initiale du compact,
D_c	Densité relative critique à partir de laquelle les pores sont supposés fermés,
D_v	Coefficient de diffusion volumique ($m^2 . s^{-1}$),
δD_b	Coefficient de diffusion aux joints de particules ($m^3 . s^{-1}$) ,
$\dot{D}$	Vitesse de densification (s^{-1}),
$d(x,y)$	Distance euclidienne entre les deux points x et y d'un maillage élément fini (m),
E	Module de Young (Pa),
F	Forces extérieures (N),
g	Accélération gravitationnelle ($m.s^{-2}$),
h_{mesh}	Taille de maille locale au niveau des interfaces (m),
h_m	Taille de maille définie par le maximum des diamètres des éléments du maillage (m),
h	Coefficient de transfert thermique ($W.m^2.K^{-1}$),
k	Constante de Boltzman ($J.K^{-1}$),
k_c	Conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$),
m	Sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation,
m_h	Masse de l'échantillon humide (kg),
m_i	Masse immergée dans le liquide (kg),
m_s	Masse dans l'air de l'échantillon sec (kg),
Nu	Nombre de Nüsselt,
n	Exposant de l'équation de fluage,
P	Pression appliquée ($N.m^{-2}$),

P_{1eff}	Pression effective au cou pendant la 1ère étape ($N.m^{-2}$),
P_{2eff}	Pression effective au cou pendant la 2ème étape ($N.m^{-2}$),
P_e	Pression extérieure dans les pores ($N.m^{-2}$),
P_i	Pression intérieure dans les pores ($N.m^{-2}$),
P_r	Nombre de Prandtl,
R	Rayon des particules (m),
Re	Nombre de Reynolds,
R_m	Contrainte maximale conventionnelle (Pa),
$R_{0,2\%}$	Limite élastique (Pa),
S	Déviateur du tenseur des contraintes,
S_1	= tr (σ) : premier invariant du tenseur des contraintes de Cauchy,
S_2^2	=S : S : second invariant du tenseur des contraintes de Cauchy,
T	Température (K),
T_m	Température de fusion (K),
t	Variables pour indiquer le temps (s),
V	Volume (m^3),
v	Vitesse ($m.s^{-1}$).
Ω	Volume des molécules (m^3),
σ	Tenseur des contraintes de Cauchy,
σ_b	Constante de Stefan Boltzmann,
σ_y	Limite élastique ($N.m^{-2}$),
$\dot{\varepsilon}$	Vitesse de déformation (s^{-1}),
$\dot{\bar{\varepsilon}}$	Vitesse de déformation équivalente (s^{-1}),
ρ	Masse volumique ($kg.m^{-3}$),
ρ_a	Masse volumique apparente ($kg.m^{-3}$),
ρ_d	Masse volumique du matériau à l'état dense ($kg.m^{-3}$),
η	viscosité dynamique (Pa.s),
ε	Emissivité,
α	Fonction level-set ,
Γ	Surface d'isovaleur zéro d'une fonction level-set ,
$\chi(\alpha)$	Fonction caractéristique d'une fonction level-set α.

Indices

MI	Milieu Inter-particulaire,
ME	Milieu Englobant,
Po	Particules,
Pr	Période de remaillage.

Annexe 3 : Maquettes des pièces compactées

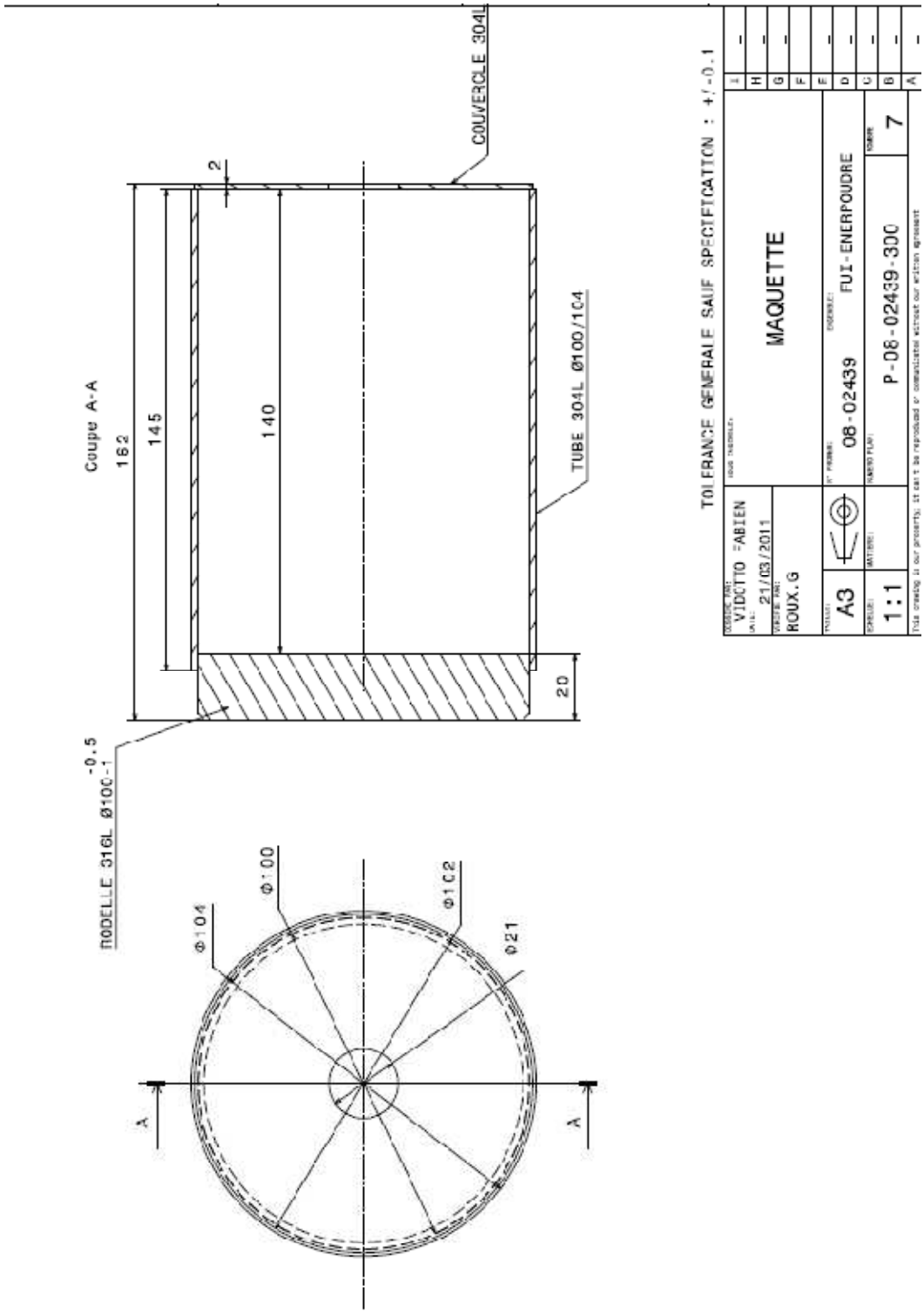


Figure A - 2. Maquette des pièces compactées avec des essais interrompus.

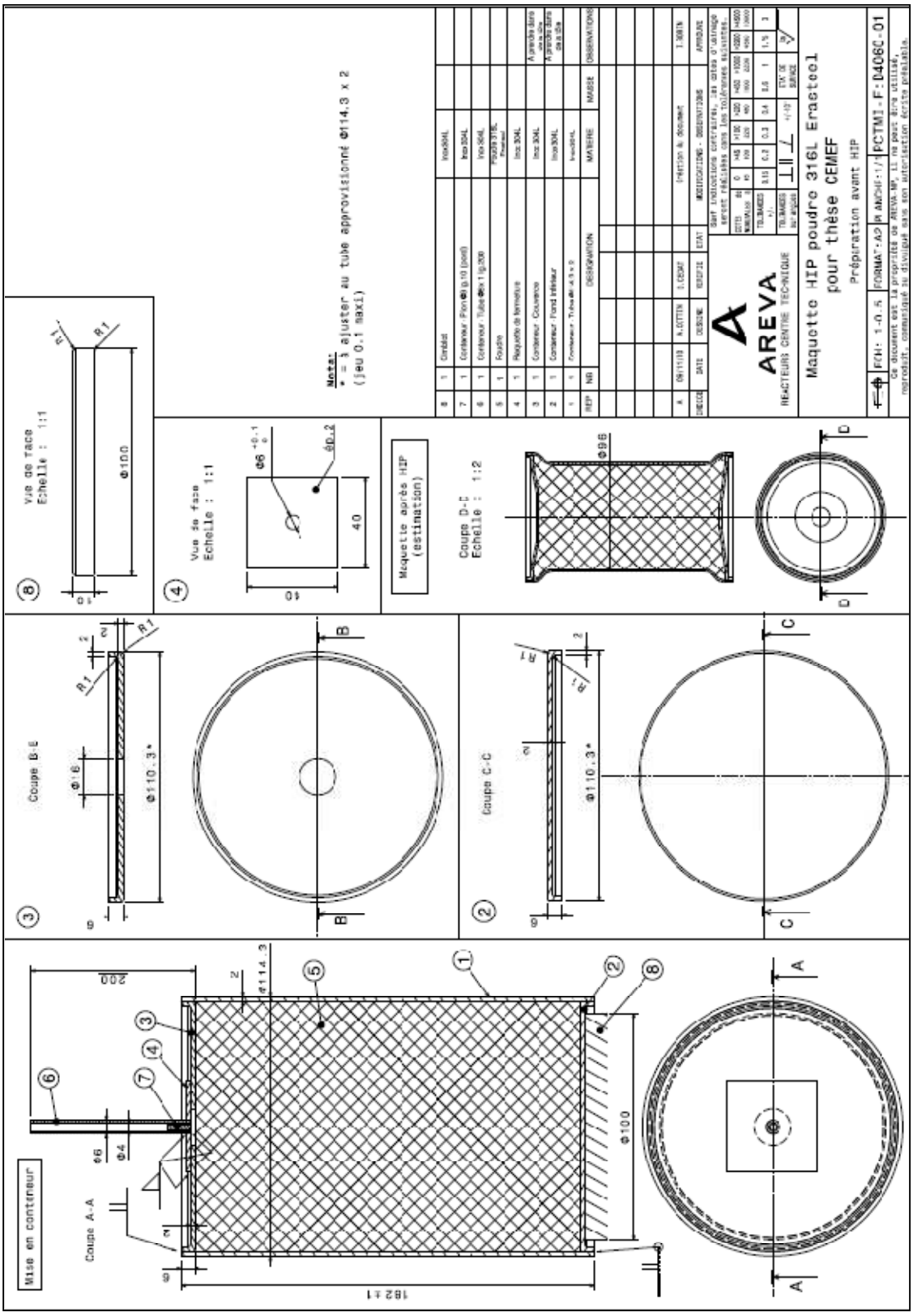


Figure A - 3. Maquette de la pièce compactée avec un cycle complet.

Annexe 4 : Evaluation de l'erreur de mesure de la méthode de trois pesées

Les mesures de la densité relative (et des deux espèces de porosité) sont possibles par la méthode dite des trois pesées. Ainsi, le calcul de la densité relative, selon cette méthode utilise la relation suivante (voir Eq.2-17) :

$$D = \frac{\rho_{app}}{\rho_{dense}} \qquad avec \quad \rho_{app} = \frac{m_s \rho_{alcool}}{m_h - m_i} \quad , \tag{A-15}$$

et :

m_h	Masse de l'échantillon humide (kg),
m_i	Masse immergée dans le liquide (kg),
m_s	Masse dans l'air de l'échantillon Sec (kg),
ρ_{alcool}	Masse volumique de l'alcool utilisé (ici 0,81 g.cm^{-3})
ρ_{dense}	Masse volumique connue du matériau dense (ici 7,985 g.cm^{-3} [Couturier, 99])

Pour un niveau de précision supérieur, il est nécessaire d'estimer les effets des sources d'incertitudes ou d'erreurs suivantes :

- L'influence de la température sur la masse volumique de l'alcool utilisé qui est de l'éthanol (égale à 0,81 à une température égale à 20°C pour l'éthanol pur).

- L'imprécision des mesures de masse (la balance possède une précision de l'ordre du millième de gramme), la plus grande incertitude est liée à la mesure de masse de l'échantillon humidifié.

- La durée d'immersion de l'échantillon dans l'éthanol pour la mesure de la masse de l'échantillon immergé dans le liquide (m_i). Pour notre cas, la pesée est faite après 60h d'immersion des échantillons dans l'éthanol pur pour lui laisser le temps de remplir les porosités ouvertes.

- La méthode et la durée du nettoyage de la surface d'un échantillon surtout pour l'estimation de la masse de l'échantillon immergé m_i. En effet, après immersion, l'échantillon est déposé 30 secondes sur un papier absorbant. Ainsi, il faut éviter d'aspirer l'éthanol contenu dans les pores et la mesure doit être rapide car la masse dérive du fait de l'évaporation.

- Au polissage: un éventuel bouchage des pores débouchant à la surface par des opercules et des débris peut influencer les mesures.

- Effets de la découpe par électro-érosion au fil sur les extrémités d'un échantillon.

Pour évaluer l'erreur de mesure effectuée, nous calculons le rapport $\frac{\Delta D}{D}$. Nous essayons ainsi de chiffrer les écarts de densité relative dus à l'imprécision des mesures de masses.

Concernant le calcul de l'erreur de la masse volumique apparente :

$$\frac{\Delta\rho_{app}}{\rho_{app}} = \frac{\Delta\rho_{alcool}}{\rho_{alcool}} + \frac{\Delta m_s}{m_s} + \frac{\Delta m_h + \Delta m_i}{m_h - m_i} \qquad \text{(A-16)}$$

Ensuite, pour le calcul de l'erreur de la masse volumique du matériau dense mesurée avec la même méthode expérimentale mais avec m_s=m_h :

$$\frac{\Delta\rho_{dense}}{\rho_{dense}} = \frac{\Delta\rho_{alcool}}{\rho_{alcool}} + \frac{\Delta m_s}{m_s} + \frac{\Delta m_s + \Delta m_i}{m_s - m_i} \qquad \text{(A-17)}$$

Enfin, pour le calcul de l'erreur de la densité, nous obtenons que:

$$\frac{\Delta D}{D} = \frac{\Delta\rho_{app}}{\rho_{app}} + \frac{\Delta\rho_{dense}}{\rho_{dense}} = 2\frac{\Delta\rho_{alcool}}{\rho_{alcool}} + 2\frac{\Delta m_s}{m_s} + \frac{\Delta m_s + \Delta m_i}{m_s - m_i} + \frac{\Delta m_h + \Delta m_i}{m_h - m_i} \qquad \text{(A-18)}$$

La masse volumique de l'alcool dépend de la température de la salle. La température d'utilisation de l'alcool au moment des essais a varié de 19 à 21°C. Ainsi, en tenant compte de la variation de ρ_{alcool} entre ces deux température, le rapport $\frac{\Delta\rho_{alcool}}{\rho_{alcool}}$ est égal à 0,0012. De plus, notre balance possède une précision de l'ordre du millième de gramme (Δm=10^{-3}g).

Finalement, sur plusieurs de nos mesures de masse, la quantification a été effectuée. L'équation A.18 donne les résultats suivants : $\frac{\Delta D}{D} < 1\%$, ce qui est effectivement l'ordre de grandeur communément lié aux incertitudes associées à ce type de mesure. A noter que nous n'avons pas tenu compte de l'effet de différences de compositions possibles entre matériau dense et poreux sur la masse spécifique.

Annexe 5 : Détermination des conditions aux limites pour le cas d'un VER circulaire

L'objectif de cette annexe est de déterminer une relation entre la pression (CL) appliquée à la frontière du VER et la pression appliquée sur les particules pour le cas d'un VER circulaire. Pour cela, la géométrie considérée est composée de deux milieux (Fig. A-4) : une couronne supposée suivre une loi newtonienne incompressible et à l'intérieur un cercle de type newtonien compressible (Abouaf). Nous supposons que la viscosité est la même pour les deux milieux.

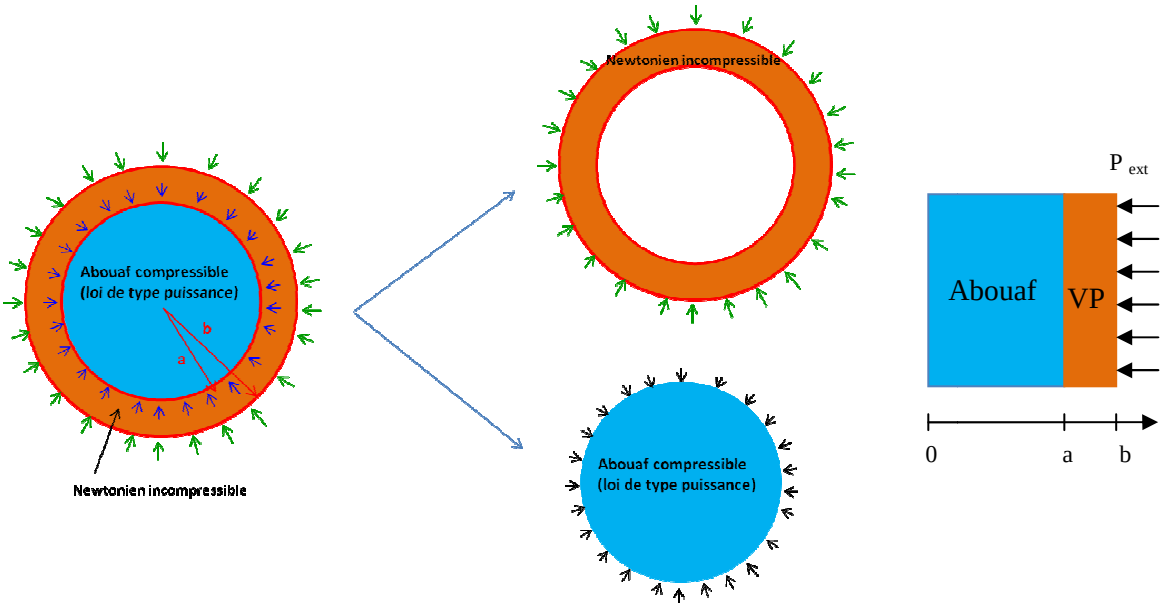


Figure A - 4. Hypothèse de la géométrie considérée.

En considérant une déformation plane, nous pouvons écrire dans les deux milieux :

$$v = \begin{cases} v_r(r) \\ v_\theta = 0 \\ v_z = 0 \end{cases} \tag{A-19}$$

Le tenseur des vitesses de déformation s'écrit donc :

$$\dot{\varepsilon} = \begin{bmatrix} \frac{dv_r}{dr} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{v_r}{r} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \tag{A-20}$$

Dans la couronne extérieure (CE), en tenant compte de l'incompressibilité du milieu, nous avons que :

$$trace(\dot{\varepsilon}) = \nabla.v = \frac{dv_r}{dr} + \frac{v_r}{r} = 0\,. \tag{A-21}$$

Ainsi, nous obtenons que :

$$v^{CE}{}_r(r) = \frac{C_1}{r} \tag{A-22}$$

et que

$$\sigma^{CE} = S^{CE} - p^{CE}I = 2\eta\dot{\varepsilon}^{CE} - p^{CE}I = \begin{bmatrix} -p^{CE} - \frac{2\eta C_1}{r^2} & 0 & 0 \\ 0 & -p^{CE} + \frac{2\eta C_1}{r^2} & 0 \\ 0 & 0 & -p^{CE} \end{bmatrix} \tag{A-23}$$

Pour *r=b*, nous déterminons que :

$$\sigma_{rr}^{CE}(r=b) = -p_{ext} = -p^{CE} - \frac{2\eta C_1}{b^2}. \tag{A-24}$$

Le milieu central (MC) newtonien compressible suit une loi d'Abouaf, alors:

$$\bar{\sigma}^{MC} = 3\eta\dot{\bar{\varepsilon}} \tag{A-25}$$

$$S^{MC} = \frac{\bar{\sigma}^{MC}}{\dot{\bar{\varepsilon}}}\frac{2}{3c}dev(\dot{\varepsilon}) \tag{A-26}$$

$$p^{MC} = -\frac{\bar{\sigma}^{MC}}{\dot{\bar{\varepsilon}}}\frac{1}{9f}trace(\dot{\varepsilon}) \tag{A-27}$$

Ainsi, nous pouvons écrire que :

$$\sigma^{MC} = \frac{2\eta\dot{\varepsilon}}{c} + \frac{\eta}{3}(\frac{1}{f} - \frac{2}{c})trace(\dot{\varepsilon})I \tag{A-28}$$

$$S^{MC} = \frac{2\eta}{c}dev(\dot{\varepsilon}) \tag{A-29}$$

$$p^{MC} = -\frac{\eta}{3f}trace(\dot{\varepsilon}) \tag{A-30}$$

En tenant compte de l'expression de $\dot{\varepsilon}$ (Eq. A.20), nous obtenons que :

$$\begin{cases} \sigma_{rr}^{MC} = \frac{2\eta}{c}\frac{dv_r}{dr} + \frac{\eta}{3}(\frac{1}{f} - \frac{2}{c})(\frac{dv_r}{dr} + \frac{v_r}{r}) \\ \sigma_{\theta\theta}^{MC} = \frac{2\eta}{c}\frac{v_r}{r} + \frac{\eta}{3}(\frac{1}{f} - \frac{2}{c})(\frac{dv_r}{dr} + \frac{v_r}{r}) \\ \sigma_{zz}^{MC} = \frac{\eta}{3}(\frac{1}{f} - \frac{2}{c})(\frac{dv_r}{dr} + \frac{v_r}{r}) \end{cases} \tag{A-31}$$

La combinaison de l'équation fondamentale de la dynamique (*div(σ)=0*) et de la condition aux limites $v_r(0) = 0$ permet d'écrire que:

$$\frac{dv_r}{dr} = 0 \qquad \text{et ainsi} \quad v_r^{MC}(r) = C_2 r \tag{A-32}$$

Ainsi, nous déterminons que :

$$\sigma_{rr}^{MC} = \frac{2}{3}\eta C_2 (\frac{1}{f} + \frac{1}{c}) \tag{A-33}$$

$$\text{et} \qquad p^{MC} = -\frac{2}{3}\eta C_2 \frac{1}{f} \tag{A-34}$$

D'après (A-22), $v^{CE}{}_r(a) = \frac{C_1}{a}$ et d'après (A-32) $v^{MC}{}_r(a) = C_2 a$ alors : $C_1 = C_2 a^2$

En tenant compte des équations (A-24) et (A-33), nous déterminons que:

$$\sigma_{rr}^{CE}(a) = \frac{2}{3}\eta C_2 (\frac{a^2}{b^2} - 1) - P_{ext} \tag{A-35}$$

$$\sigma^{MC}(a) = \frac{2}{3}\eta C_2 (\frac{1}{f} + \frac{1}{c}) \tag{A-36}$$

A travers la continuité de la contrainte au niveau de r=a, nous pouvons écrire que

$$P_{ext} = -\frac{2}{3}\eta C_2 \left[(\frac{1}{c} + \frac{1}{f}) + 3(1 - \frac{a^2}{b^2}) \right] \tag{A-37}$$

Nous déterminons ainsi une équation de la pression dans le milieu poudre en fonction de la pression extérieure appliquée à partir des équations (A-34) et (A-37), à savoir :

$$P_{Poudre} = P_{ext} \frac{1}{3f\left[\frac{1}{3}(\frac{1}{c} + \frac{1}{f}) + 1 - \frac{a^2}{b^2} \right]} \tag{A-38}$$

Etude de la compaction isostatique à chaud de l'acier inox 316L : Modélisation numérique à l'échelle mésoscopique et caractérisation expérimentale

RESUME : On s'est intéressé dans ce travail à la modélisation 2D et 3D du procédé CIC (Compaction Isostatique à Chaud) à l'échelle mésoscopique, en vue d'une compréhension approfondie des différents mécanismes physiques impliqués dans la densification de poudre. Le modèle est formulé dans un cadre eulérien, et est basé sur l'utilisation de la méthode level-set couplée avec une technique de génération et d'adaptation de maillages éléments finis afin de modéliser la déformation des particules de poudre sur un Volume Élémentaire Représentatif (VER). La génération des particules a été effectuée avec un générateur statistique de microstructures en tenant compte d'une distribution réelle de la taille des particules. Les conditions aux limites mécaniques ont été appliquées sur le VER, entraînant la déformation des particules et la densification du VER. Dans ce travail, la déformation viscoplastique des particules a été considérée comme le seul mécanisme de densification (mécanisme prépondérant pour une grande partie du temps du procédé). A partir de données issues de simulations macroscopiques du mécanisme CIC pour le cas de particule de poudre 316L, des simulations mésoscopiques ont été réalisées (approche macro-méso). Les résultats de ces simulations sont présentés et discutés à la lumière d'une étude expérimentale (microscopie optique, MEB, EBSD et EPMA) de la structure et microstructure des particules, obtenues à partir d'essais de compactions interrompus. De plus, des essais mécaniques ont été réalisés à température ambiante sur des lopins totalement denses issus du procédé CIC.

Mots clés : CIC, 316L, compaction de poudre, fonction level-set, génération et adaptation de maillages, échelle mésoscopique, étude expérimentale, microstructure, EBSD, essais mécaniques.

HIP of stainless steel 316L considered at the mesoscopic scale: Numerical modelling and experimental characterization

ABSTRACT : A two and three-dimensional finite element simulation of HIP (Hot Isostatic Pressing) at mesoscopic scale is proposed, in view of an in-depth understanding of the different physical mechanisms involved in powder densification. The model is formulated in a eulerian framework, using level set formulation and adaptive meshing and remeshing strategy to identify particle interactions inside a representative elementary volume (REV). A statistical generator is in charge of the definition of the initial configuration under the constraint of accounting for the real particle size distribution. Mechanical boundary conditions are applied to the REV, resulting in the deformation of particles and densification of the REV. As a first approach, the power-law creep of particles is considered as the unique densification mechanism. Starting from data issued from macroscopic simulations of the HIPping of a part made of 316L powder, mesoscopic simulations in different locations of the part have been carried out (macro-to-meso approach). The results of these simulations are presented and discussed in the light of experimental studies (optical microscopy and SEM, EBSD, EPMA) of the structure and microstructure of the compact, which were obtained from interrupted compactions. Mechanical tests on fully densified 316L were also conducted.

Keywords : HIP, 316L, powder densification, level-set function, meshing and remeshing technique, mesoscopic scale, experimental studies, microstructure, EBSD, mechanical tests.

MINES ParisTech

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY