



**HAL**  
open science

# Modélisation du processus thermo-électro-mécanique de frittage flash

Cyprien Wolff

► **To cite this version:**

Cyprien Wolff. Modélisation du processus thermo-électro-mécanique de frittage flash. Autre. Université Paul Verlaine - Metz, 2011. Français. NNT : 2011METZ018S . tel-01749045

**HAL Id: tel-01749045**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01749045v1>**

Submitted on 29 Mar 2018

**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.



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>



# Modélisation du processus thermo-électro-mécanique de Frittage Flash

## THÈSE

pour l'obtention du grade de

**DOCTEUR de l'Université Paul Verlaine de Metz**

Discipline : Sciences des matériaux  
Spécialité : Mécanique des matériaux

Présentée et soutenue publiquement le 29 septembre 2011

par

**Cyprien WOLFF**

### Composition du jury

|                     |   |                      |
|---------------------|---|----------------------|
| Saïd AHZI           | Professeur, Université de Strasbourg      | Président            |
| Jacques BESSON      | DR CNRS, Mines de Paris, Paristech        | Rapporteur           |
| Franck MONTHEILLET  | DR CNRS, Mines de Saint Etienne           | Rapporteur           |
| Frédéric BERNARD    | Professeur, Université de Bourgogne       | Examineur            |
| François BARTHELEMY | Ingénieur DGA                             | Invité               |
| Hervé COUQUE        | Ingénieur HDR, Nexter Bourges             | Codirecteur de thèse |
| Sébastien MERCIER   | Professeur, Université Paul Verlaine Metz | Codirecteur de thèse |
| Alain MOLINARI      | Professeur, Université Paul Verlaine Metz | Codirecteur de thèse |



# REMERCIEMENTS

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux sous la direction d'Alain MOLINARI, professeur à l'Université de Metz. Son apport a été déterminant. Je le remercie profondément de la confiance qu'il m'a témoigné tout au long de ces trois années de thèse. Ce travail a également été encadré par Hervé COUQUE, ingénieur HDR à Nexter Munitions qui, par son dynamisme, son expérience et ses apports techniques et expérimentaux, ont permis la construction de cette thèse. Je lui témoigne toute ma gratitude. Sébastien MERCIER, professeur à l'Université Paul Verlaine de Metz m'a encadré et accompagné tout au long de cette aventure. Par son aide et par sa disponibilité, il a su m'orienter dans ce travail de thèse.

Mes remerciements vont également à Jacques BESSON, directeur de recherche au CNRS, à l'école des Mines de Paris et Franck MONTHEILLET, directeur de recherche au CNRS, à l'école des Mines de Saint-Etienne qui ont accepté la lourde tâche de rapporter mon travail. Leurs critiques ont été pertinentes et constructives.

Je remercie Saïd AZHI, professeur à l'Université de Strasbourg de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de thèse.

Je remercie également, Frédéric BERNARD, professeur à l'Université de Bourgogne, pour

m'avoir ouvert les portes de la communauté du « Frittage Flash ».

Le suivi de cette thèse a été assuré par M. François BARTHELEMY avec qui j'ai eu d'intéressantes et constructives discussions.

Ce travail n'aurait pu être aussi complet sans Foad NAIMI, responsable de la machine « Frittage Flash ». Sa disponibilité a été très appréciable lors de la mise place des expériences. Merci également à Ludivine MINIER qui s'est investis dans les expériences.

J'ai vivement apprécié le travail de Bruno SALESSE et Jean Charles SAINT SUPERY de Nexter Systems en ce qui concerne les micrographies réalisées et celui de Pascal VANNEAU et Richard ROY de Nexters Munitions pour les essais de compression réalisés dans le cadre de cette thèse.

Au final, j'ai passé trois année très agréable au sein du LEM3. Je remercie l'ensemble des membres du laboratoire et amis et plus particulièrement Norman Mathieu, Komlavi Douvon, Yannick Tampango, Said Nezamabadi, Marion Martiny, Madhia Hattab.... Une pensée pour les docteurs ou futurs docteurs informaticiens notamment Vincent Demange, Jean François Couturier, Mahdi Moeini.

# Table des matières

|   |           |
|---|-----------|
| <b>INTRODUCTION GENERALE</b>  | <b>1</b>  |
| <b>1 ETAT DE L'ART</b>  | <b>5</b>  |
| 1.1 Introduction . . . . .  | 5         |
| 1.2 Du matériau au procédé . . . . .                                      | 5         |
| 1.3 Le «Frittage Flash» . . . . .   | 10        |
| 1.3.1 Historique . . . . .  | 10        |
| 1.3.2 Principe du «Frittage Flash» ou SPS . . . . .                       | 12        |
| 1.3.3 Mécanismes de densification propres au «Frittage Flash». . . . .    | 15        |
| 1.3.4 Modélisation des procédés conventionnels de mise en forme à chaud . | 20        |
| 1.3.4.1 Mécanismes physiques . . . . .                                    | 20        |
| 1.3.4.2 Modélisation du comportement poreux et de la densification        | 21        |
| 1.4 Etat de l'art sur la modélisation du «Frittage Flash» . . . . .       | 26        |
| 1.4.1 Approche thermo-électrique . . . . .                                | 27        |
| 1.4.2 Approche thermo-électro-mécanique . . . . .                         | 46        |
| 1.5 Conclusion . . . . .  | 52        |
| <b>2 MODELISATION DU COMPORTEMENT DES MATERIAUX POREUX</b>                | <b>57</b> |
| 2.1 Introduction . . . . .  | 57        |
| 2.2 Comportement du matériau poreux . . . . .                             | 58        |

|          |   |           |
|----------|---|-----------|
| 2.2.1    | Principe de la modélisation micromécanique . . . . .                              | 58        |
| 2.2.1.1  | Contribution thermique . . . . .  | 59        |
| 2.2.1.2  | Contribution élastique . . . . .  | 62        |
| 2.2.1.3  | Contribution viscoplastique . . . . .   | 63        |
| 2.2.2    | Approche proposée . . . . .   | 69        |
| 2.2.2.1  | Modèles micromécaniques modifiés . . . . .  | 69        |
| 2.2.2.2  | Identification des paramètres matériaux . . . . .                                 | 70        |
| 2.2.3    | Résultats . . . . .   | 77        |
| 2.2.3.1  | Densification du bore . . . . .   | 77        |
| 2.2.3.2  | Densification du plomb . . . . .  | 83        |
| 2.2.3.3  | Étude paramétrique . . . . .  | 88        |
| 2.3      | Conclusion . . . . .  | 92        |
| <b>3</b> | <b>MODELISATION DU PROCEDE «FRITTAGE FLASH»</b>                                   | <b>95</b> |
| 3.1      | Introduction . . . . .  | 95        |
| 3.2      | Description du procédé «Frittage Flash» et de l'élaboration d'un nickel . . . . . | 96        |
| 3.2.1    | Caractéristiques machine et géométrie de l'outillage . . . . .                    | 96        |
| 3.3      | Elaboration d'un disque dense en nickel par «Frittage Flash» . . . . .            | 101       |
| 3.4      | Développement du couplage thermo-électro-mécanique dans le logiciel ABAQUS108     |           |
| 3.4.1    | Couplage thermo-électro-mécanique . . . . .                                       | 108       |
| 3.4.2    | Module thermo-électrique . . . . .  | 111       |
| 3.4.2.1  | Équations de champ . . . . .  | 111       |
| 3.4.2.2  | Conditions aux limites thermo-électriques . . . . .                               | 112       |
| 3.4.2.3  | Résolution . . . . .  | 112       |
| 3.4.3    | Module mécanique . . . . .  | 113       |
| 3.4.3.1  | Équations de champ . . . . .  | 113       |

|         |   |     |
|---------|---|-----|
| 3.4.4   | Subroutine UMAT : Implémentation du comportement thermo-mécanique<br>du nickel poreux . . . . .       | 114 |
| 3.5     | Simulation numérique du « Frittage Flash ». . . . .   | 118 |
| 3.5.1   | Géométrie . . . . .   | 119 |
| 3.5.2   | Conditions aux limites . . . . .  | 121 |
| 3.5.2.1 | Conditions aux limites thermiques . . . . .   | 121 |
| 3.5.2.2 | Conditions aux limites électriques . . . . .  | 126 |
| 3.5.2.3 | Conditions aux limites mécaniques . . . . .   | 128 |
| 3.5.3   | Données matériaux . . . . .   | 130 |
| 3.5.4   | Conditions initiales . . . . .  | 132 |
| 3.6     | Identification des paramètres de la loi de compaction du nickel . . . . .                             | 133 |
| 3.6.1   | Simulations numériques pour l'identification de la température moyen-<br>ne de l'échantillon. . . . . | 138 |
| 3.6.1.1 | Conditions aux limites électriques . . . . .  | 139 |
| 3.6.1.2 | Conditions aux limites mécaniques . . . . .   | 142 |
| 3.6.1.3 | Données matériaux . . . . .   | 143 |
| 3.6.1.4 | Etudes de convergence du maillage et du pas de temps $\delta t$ . . . . .                             | 144 |
| 3.6.2   | Calcul de la température moyenne. . . . .   | 144 |
| 3.7     | Simulation des essais A-1-900, A-2-750, A-3-413 et A-4-760. . . . .                                   | 153 |
| 3.7.1   | Résultats et discussion des simulations de l'essai A-1-900 . . . . .                                  | 154 |
| 3.7.2   | Résultats et discussion des simulations de l'essai A-2-750 . . . . .                                  | 165 |
| 3.7.3   | Résultats et discussion des simulations de l'essai A-3-413 . . . . .                                  | 170 |
| 3.7.4   | Résultats et discussion des simulations de l'essai A-4-760 . . . . .                                  | 176 |
| 3.8     | Caractérisation du matériau densifié pour l'essai A-1-900 . . . . .                                   | 181 |
| 3.9     | Conclusion . . . . .  | 185 |

|  |            |
|--|------------|
| <b>CONCLUSION GENERALE</b>   | <b>189</b> |
| 3.10 PERSPECTIVES . . . . .  | 192        |
| <b>A Convergence vis à vis du maillage</b>                           | <b>195</b> |
| <b>B Données Matériaux</b>   | <b>197</b> |
| <b>C Convergence vis à vis du pas de temps <math>\delta t</math></b> | <b>201</b> |
| <b>Bibliographie</b>   | <b>203</b> |

# INTRODUCTION GENERALE

Les matériaux métalliques ultrafins et nanocristallins suscitent un grand intérêt depuis une dizaine d'année. En effet, en plus d'excellentes propriétés physico-chimiques, cette nouvelle catégorie de matériaux offre des propriétés mécaniques exceptionnelles : limite élastique élevée en gardant une capacité significative à se déformer plastiquement.

Le développement de matériaux métalliques massifs à structure ultrafine ou nanométrique est à ce jour encore au stade exploratoire. Le secteur de la défense, à travers ses besoins stratégiques, est l'un des secteurs qui pilote et finance ce type de développement. Plus particulièrement, ces nouvelles générations de matériaux répondent aux besoins d'amélioration de l'efficacité des munitions, avec entre autres un potentiel de générer des mécanismes de ruine favorables à l'amélioration des performances de balistique terminale. Il est important de noter que le développement de ces nouvelles générations de matériaux nécessite la mise en œuvre industrielle de nouveaux moyens d'élaboration. Actuellement, l'obtention de matériaux métalliques ultrafins et nanocristallins fait appel à deux voies principales d'élaboration. La première voie concerne la déformation plastique plus ou moins sévère de lopins ou tôles de matière, alors que la deuxième voie fait appel à la métallurgie des poudres.

Ces voies d'élaboration nécessitent des technologies permettant l'obtention de matériaux homogènes, et la réalisation industrielle de grandes pièces (diamètre  $150mm$  ou longueur  $1000mm$ ). Parmi ces deux voies, les technologies associées à la métallurgie des poudres sont les technologies les plus avancées qui répondent à ces deux critères : homogénéité et taille. Pour la métallurgie des poudres, on peut citer la compaction à chaud, la compaction isosta-

tique à chaud, la compaction par explosif et le « Frittage Flash ». Nexter Munitions a identifié la technologie « Frittage Flash » ou « Spark Plasma Sintering » (SPS) comme étant la technologie la plus avancée en termes de maturité industrielle pour répondre à ses attentes. À travers l'utilisation d'un courant électrique intense assisté de l'application d'un chargement mécanique, ce procédé permet de réduire fortement le grossissement excessif des grains observé avec les autres procédés de métallurgie des poudres. Ainsi, il est possible d'obtenir la microstructure ultra fine ou nanométrique recherchée. L'obtention de microstructures ultra fines ne rentre pas le cadre de cette étude.

Afin de mieux comprendre et maîtriser ce procédé d'élaboration pour les matériaux métalliques, une modélisation numérique a été développée. Cette thèse a donc pour objectif de mettre en place une simulation numérique éprouvée du procédé « Frittage Flash » pour les matériaux métalliques.

Ce travail est divisé en trois parties :

Le premier chapitre est consacré à la présentation du procédé « Frittage Flash ». Cette partie positionne le procédé dans les technologies existantes de la métallurgie des poudres et montre l'intérêt porté par la communauté scientifique pour ce dispositif. Un état de l'art sur les modèles de densification des matériaux métalliques et les simulations numériques du système « Frittage Flash » sont ensuite présentés. Cette étude montre comment avec le temps les simulations se sont portées sur des modèles thermo-électriques pour ensuite se tourner actuellement vers des modèles thermo-électro-mécaniques. Les résultats importants de la littérature sont à chaque fois discutés.

Le second chapitre s'articule autour de la mise en place d'un modèle thermo-mécanique pour simuler la densification de matériaux poreux. Cette partie présente les différences constatées entre le modèle d'Abouaf et les modèles micromécaniques de Cocks (1989), Ponte-Castaneda (1991), Duva et Crow (1992) et Sofronis et McMeeking (1992). Une modification heuristique de ces derniers est proposée et discutée. Cette nouvelle approche des modèles

micromécaniques modifiés est appliquée à des travaux de la littérature sur la densification du bore et du plomb. Ce modèle de densification sera ensuite intégré dans la simulation thermo-électro-mécanique du procédé « Frittage Flash ».

La mise en place de la simulation thermo-électro-mécanique du procédé est l'objet du dernier chapitre. Des expériences de densification réalisées à l'Université de Bourgogne sur du nickel sont présentées pour alimenter le modèle numérique. Le couplage thermo-électro-mécanique sur le logiciel ABAQUS et les données d'entrée du modèle sont discutés. À la suite de l'identification du modèle de densification abordé dans le chapitre précédent pour le nickel, les expériences de densification sont simulées. Les champs de température et de densité relative sont examinés au sein de l'échantillon. Enfin des caractérisations expérimentales sont réalisées pour appuyer les résultats du modèle numérique. Il est observé une bonne corrélation entre les tendances expérimentale et numérique. Le modèle thermo-électro-mécanique proposé est donc *in fine* capable de reproduire les expériences.



# Chapitre 1

## ETAT DE L'ART

### 1.1 Introduction

L'objet de ce premier chapitre concerne l'état de l'art sur le procédé « Frittage Flash » en insistant sur son intérêt et ses spécificités. Ensuite, le fonctionnement et les mécanismes de densification mis en jeu dans cette technologie sont discutés. Puisque l'objectif de la thèse est de développer une simulation numérique du procédé, y compris la prédiction de l'évolution de la porosité au sein de l'échantillon, il est naturel de faire le point sur les modèles de densification proposés pour les procédés conventionnels de frittage. Enfin un état de l'art sur la simulation de la technologie « Frittage Flash » est présenté. Il décrit les évolutions des modèles numériques durant la dernière décennie. La première partie est consacrée aux modèles thermo-électriques et la seconde partie aux modèles thermo-électro-mécaniques. Nous nous appuyons sur certains articles récents pour développer notre schéma numérique thermo-électro-mécanique.

### 1.2 Du matériau au procédé

La métallurgie des poudres est couramment utilisée pour l'élaboration de matériaux denses. Cette voie est aussi considérée pour l'élaboration de nouvelles générations de matériaux

comme les matériaux ultrafins, les matériaux nanostructurés et les verres métalliques. L'enjeu est alors de produire un matériau homogène sans induire un grossissement important des grains. Par ailleurs, la métallurgie des poudres offre la possibilité, à partir de poudres, de produire des pièces denses à porosité contrôlée, avec une géométrie complexe en combinant différents matériaux. La fabrication d'une pièce par la métallurgie des poudres comporte deux grandes étapes : la préparation de la poudre et la compaction de celle-ci pour obtenir un ensemble solide (Bouvard, 2002).

Pour la réalisation de nanomatériaux, il est possible de partir de poudres nanométriques. Cependant, cette solution présente de nombreux inconvénients. Les poudres sont très réactives et doivent être stockées dans un environnement protégé pour éviter toute contamination. De plus, leur manipulation reste délicate et leur coût de fabrication est relativement élevé (5/10k/ *ekg*). Une autre solution est le broyage de poudres microniques commerciales afin de créer une structure fine au sein du grain de poudre. Par exemple, dans le cas d'un broyeur planétaire (voir Figure 1.1), la poudre est placée dans des jarres en mouvement contenant des billes (par exemple : acier trempé). Durant plusieurs heures (8-16h), la poudre est soumise à des frictions entre les billes et les parois des jarres et aux impacts des billes. Cette activation mécanique permet de créer des sous-structures de type cristallite au sein du grain de poudre et d'obtenir une microstructure fine de l'ordre du nanomètre. Cette méthode a l'avantage de produire une grande quantité de poudres microniques nanostructurées à faible coût (Minier, 2008).

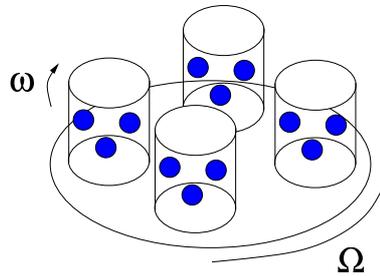


FIG. 1.1 – Principe de fonctionnement d'un broyeur planétaire. Les boules bleues représentent les billes qui broyent la poudre lors des rotations du plateau et des jarres afin d'obtenir une microstructure fine dans les grains de poudre (Minier, 2008).

La poudre, une fois préparée, est utilisée pour être transformée en un milieu solide. Deux grandes voies sont généralement pratiquées. La première est la compression à froid suivie d'un frittage. Ce processus consiste à créer des contacts entre les grains de poudre puis de réduire les vides du pré-compacté sous une haute température (inférieure à la température de fusion) sans appliquer un chargement mécanique extérieur (frittage naturel). La deuxième voie est la mise en forme à chaud. Elle consiste à combiner une haute température avec un chargement mécanique afin de favoriser la densification du matériau (Bouvard, 2002).

Comme nous l'avons déjà évoqué, l'enjeu dans l'élaboration d'un matériau nanostructuré dense est de préserver la structure initiale des poudres obtenues par le broyage. La voie d'un traitement thermique long (frittage naturel) pour densifier le matériau produit une croissance des grains. Il est donc préférable de choisir la voie de la mise en forme à chaud où la densification est plus active (Minier, 2008). Dans cette catégorie, il existe différentes technologies comme la compaction isostatique à chaud et la compaction à chaud. Ce dernier procédé, présenté en Figure 1.2, utilise une matrice et deux pistons (généralement en graphite) qui entourent l'échantillon en poudre. L'ensemble, placé dans une chambre sous atmosphère contrôlée, est chauffé par rayonnement (et par convection si un gaz est présent dans la chambre) grâce à des éléments chauffants qui entourent la matrice. Les pistons appliquent un chargement uniaxial générant au sein de l'échantillon, du fait du contact

piston et matrice, un état de contrainte complexe. La combinaison de la sollicitation mécanique et de la température densifie le matériau.

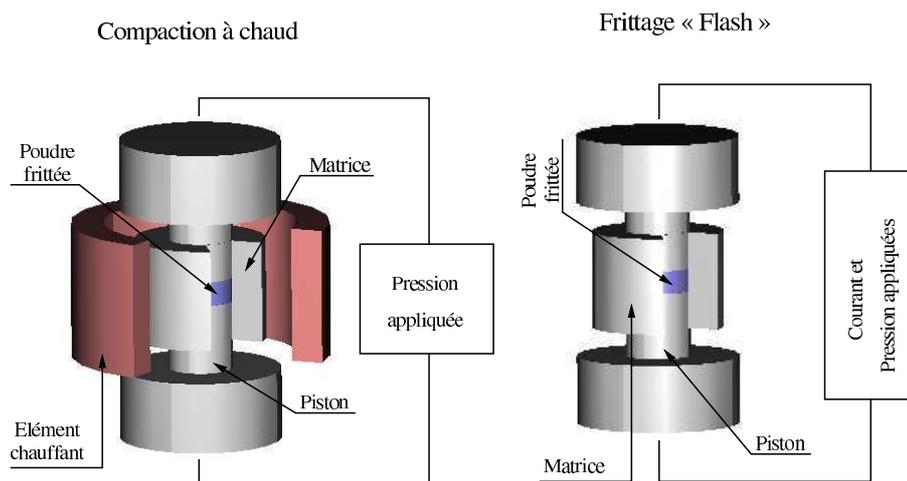


FIG. 1.2 – Moyens de chauffage lors de la compaction à chaud et du « Frittage Flash » (Grasso *et al.*, 2009).

Depuis quelques années, d'autres technologies sont apparues. Leur particularité réside dans la manière de chauffer la poudre (plasma, induction, micro-onde, courant électrique) (German, 1996). Une des technologies connaissant un essor considérable est celle utilisant le courant électrique dénommée le « Frittage Flash », comme l'atteste le nombre de publications sur ce sujet, Figure 1.3.

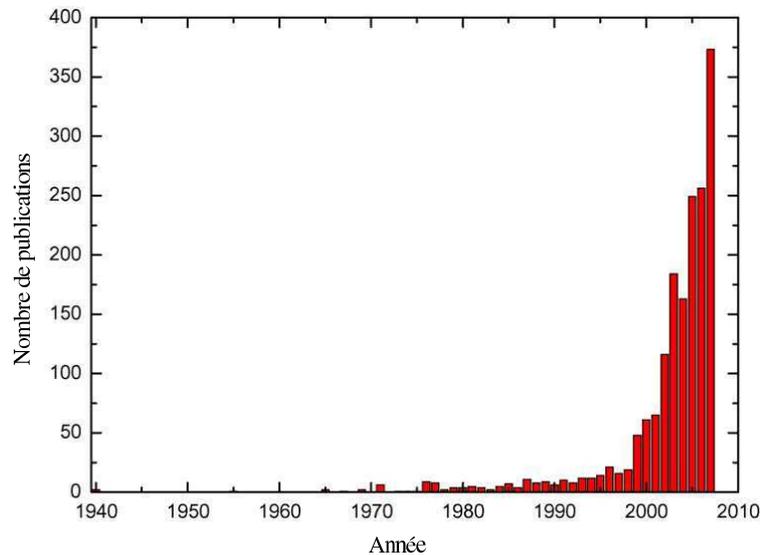


FIG. 1.3 – Nombre de publications sur les cinquantes dernières années. Cet histogramme montre l'intérêt de la communauté scientifique pour cette technologie en ce début du 21ème siècle (Orru *et al.*, 2009).

Ce procédé est identique à la compaction à chaud excepté la méthode de chauffage. Un courant électrique pulsé traversant le dispositif induit une génération de chaleur par effet Joule dans l'outillage et dans l'échantillon (si celui-ci est un conducteur). Ainsi, grâce à ce chauffage direct, des montées rapides en température peuvent être atteintes. Par conséquent, le temps d'élaboration est fortement réduit et limite la croissance des grains pour une densification comparable aux méthodes conventionnelles de mise en forme à chaud. Il permet d'élaborer de nombreux matériaux comme les céramiques, les métaux purs, les alliages, les polymères et les matériaux à gradient de propriétés, comme le montre la Figure 1.4. Dans la suite, nous allons nous concentrer sur le « Frittage Flash », centre d'intérêt de cette thèse. Le matériau étudié dans ce travail est un nickel micronique.

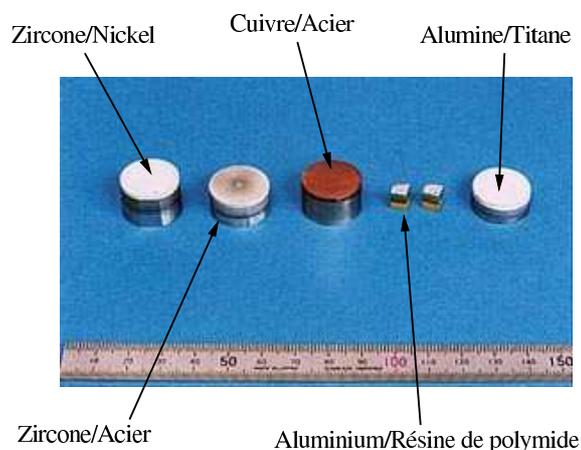


FIG. 1.4 – Matériaux à gradient de propriétés élaborés par « Frittage Flash » ([www.scm-sps.com](http://www.scm-sps.com)).

## 1.3 Le « Frittage Flash »

### 1.3.1 Historique

L'idée d'utiliser un courant électrique pour chauffer la poudre n'est pas nouvelle en métallurgie des poudres. Bloxam (1906) est le premier à utiliser un courant continu pour élaborer, sans pression, des filaments de tungstène ou de molybdène destinés aux lampes incandescentes. L'avantage de cette méthode est la diminution des oxydes à la surface des filaments, ce qui améliore leur émissivité. Plus tard, citetWei13 ont ajouté la pression au courant électrique continu pour synthétiser des poudres électriquement conductrices. D'Adrian (1922) réussit à élaborer des matériaux à partir de poudres électriquement isolantes comme la zircone ou la thoria. En 1933, Taylor utilise des décharges électriques fournies par un condensateur qui sont censées avoir pour effet une diminution de la croissance de grain. Dans les décennies suivantes, Inoue (1966) développe un procédé de frittage par étincelage (Spark Sintering (SS)). Il s'intéresse aux pulses de courant qui conduiraient à la création d'arcs électriques entre les poudres et favoriseraient le frittage. Dans les années 70, les applications

industrielles de ce dernier procédé sont très rares, car l'élaboration des matériaux, via ce concept, est encore mal maîtrisée. À la fin des années 1980, suite à l'expiration des brevets d'Inoue, s'ouvre, notamment au Japon la voie au développement de nouveaux procédés et à leur industrialisation (Grasso *et al.*, 2009). Dans le milieu des années 1980, la société Sodic conçoit le Plasma Activated Sintering (PAS) combinant un courant pulsé ou continu et une mise en compression via des pistons. La machine peut fournir un courant de 800A et une force de 50kN. Le Plasma Activated Sintering est utilisé pour la fabrication d'aimants. À partir des années 1990, la société Sumitomo développe et commercialise le procédé Spark Plasma Sintering ou « Frittage Flash » utilisant un courant électrique variant de 2 à 20kA et des pistons permettant l'application d'une force comprise entre 100 et 3000kN, selon les appareils. Aujourd'hui, des chaînes de production utilisant le « Frittage Flash » comme moyen d'élaboration existent sur le continent asiatique (Tokita, 1999) comme le montre la Figure 1.5.

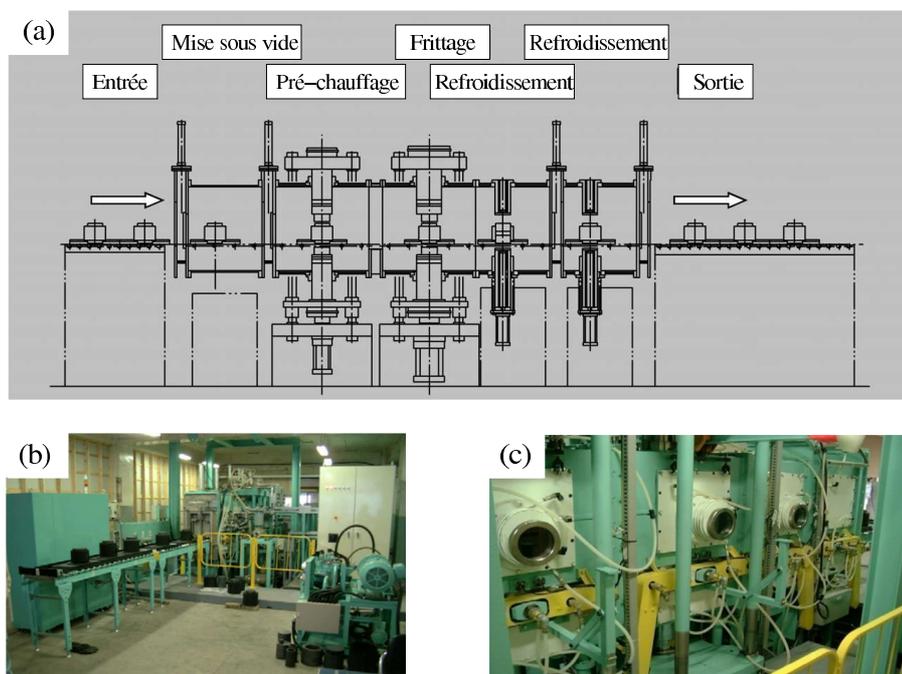


FIG. 1.5 – Chaîne industrielle automatisée pour la fabrication de matériaux à gradient de propriétés : a) synoptique des différentes étapes du « Frittage Flash », b) entrée du processus et c) vue des systèmes de pré-chauffage, de frittage et du refroidissement (Grasso *et al.*, 2009).

Dans le reste du monde, son utilisation en est encore au stade de la recherche. Mais certaines sociétés hors Japon commencent à fabriquer et à commercialiser le procédé SPS ou « Frittage Flash ». On peut citer la société allemande FCT Systeme GmbH qui produit sa propre machine depuis 2003 et aux Etats-Unis la société Thermal Technologie depuis 2008.

### 1.3.2 Principe du « Frittage Flash » ou SPS

Le « Frittage Flash » fait partie de la famille des procédés utilisant un champ électrique (Electrical current activated/assisted sintering (ECAS))(Grasso *et al.*, 2009). Globalement, le système « Frittage Flash » est composé (voir Figure 1.6) d'une matrice et de deux pistons en graphite, l'ensemble entoure la poudre à densifier. Les pistons en graphite exercent sur la

poudre un chargement mécanique complexe. L'ensemble du dispositif est traversé par un courant pulsé de très haute intensité ( $2 - 60kA$ ) qui génère de la chaleur par effet Joule. La combinaison d'une haute température et d'un chargement mécanique permet de densifier l'échantillon. Ce courant électrique est appliqué via des électrodes refroidies à l'eau aux bornes de l'assemblage. Des entretoises en graphite sont intercalées entre les électrodes et les pistons. La présence des entretoises permet de transférer l'effort mécanique aux pistons sans détériorer les électrodes. L'ensemble est intégré à l'intérieur d'une chambre sous atmosphère contrôlée dont les parois sont refroidies à l'eau.

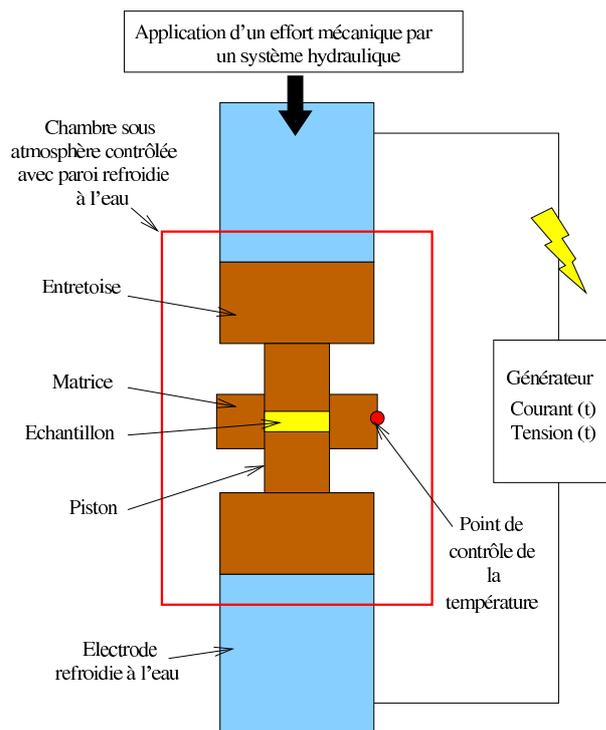
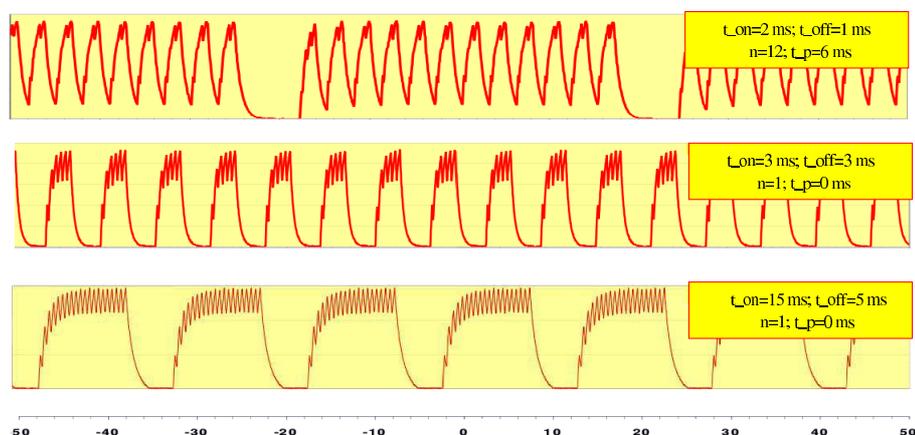


FIG. 1.6 – Schéma de principe du « Frittage Flash ».

Afin de contrôler l'élaboration de l'échantillon, deux systèmes asservis avec commande PID (Proportionnelle Intégrale Dérivée) régulent en permanence l'alimentation électrique et la pression des vérins afin de suivre une température et un chargement mécanique prépro-

grammé par un opérateur. La température imposée par l'opérateur est comparée à celle mesurée par un thermocouple placé en général à la surface du moule. Il est également possible de contrôler manuellement l'alimentation électrique du système.

Le courant électrique traversant l'assemblage est un courant pulsé dont le motif périodique peut être choisi par l'opérateur. Avec la technologie FCT Systeme GmbH, il est possible, comme le montre la Figure 1.7, de composer une série d'impulsions en indiquant le nombre de pulses, leur durée et la durée du temps mort entre chaque pulse. La machine FCT Systeme GmbH permet également le contrôle des temps morts entre chaque série d'impulsion. Toutefois la période du signal ne peut pas excéder  $255\text{ms}$  et sa fréquence maximale peut atteindre  $500\text{Hz}$ .



Durée du pulse  $t_{on}=[1-255\text{ ms}]$

Nombre de pulse  $n=[1-255]$

Durée de la pause entre les  
pulses  $t_{off}=[1-255\text{ ms}]$

Durée de la pause entre les séries  
d'impulsion  $t_p=[1-255\text{ ms}]$

FIG. 1.7 – Exemples de signaux électriques pulsés utilisés dans les procédés FCT Systeme GmbH.

Les valeurs expérimentales du courant et de la tension mesurées par les appareillages intégrés au procédé fournissent les valeurs efficaces du signal. De nombreuses études ont été

menées avec des pulses spécifiques. Cela conduit à de nombreuses autres dénominations du procédé comme le procédé « Field Activated Pressure Assisted Synthesis » (FAPAS) utilisant un signal sinusoïdal alternatif (Bernard *et al.*, 2006).

Comme nous venons de le voir, le « Frittage Flash » est un procédé de compaction à chaud assisté par un courant électrique. Afin de pouvoir à l'avenir maîtriser ce système d'élaboration, il convient alors de décrire les différents mécanismes à l'origine de la densification de l'échantillon.

### **1.3.3 Mécanismes de densification propres au « Frittage Flash ».**

Le « Frittage Flash » comparé aux procédés conventionnels (compaction isostatique à chaud, compaction à chaud) a l'avantage de densifier les matériaux en des temps très courts (quelques dizaines de minutes contre quelques heures pour les procédés conventionnels) et de préserver la fine microstructure du matériau grâce à une rapide montée en température. Cependant il est encore difficile aujourd'hui de comprendre les effets réels du courant électrique durant la densification. Beaucoup de chercheurs s'interrogent sur les mécanismes impliqués dans le « Frittage Flash ». Il existe différentes interprétations dans la littérature : selon Masao Tokita (1999), l'initiateur de la version industrielle du « Frittage Flash », des décharges électriques entre particules de poudre favorisées par les pulses de courant, se produisent lors du passage du courant et provoqueraient des températures locales de plusieurs milliers de degrés créant un plasma. Une évaporation et une fusion superficielle de la particule de poudre s'ensuivent générant la création de cols autour de la surface de contact des particules (voir Fig. 1.8). La densification se poursuit par apport continu d'énergie, ici principalement par effet Joule venant de la matrice, des pistons et éventuellement de l'échantillon (cas des matériaux conducteurs).

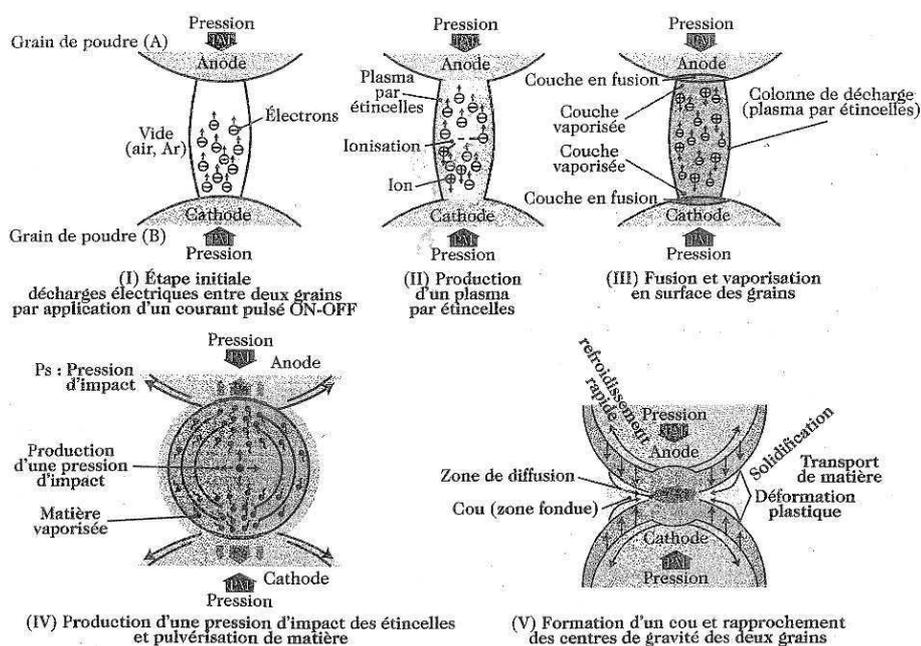


FIG. 1.8 – Descriptif du mécanisme de création des cols entre particules intervenant dans le « Frittage Flash » selon M. Tokita (Lahamani *et al.*, 2006).

Cependant, cette vision est toujours contestée par une partie de la communauté car la présence d'étincelles est relativement peu fréquente (Yanagisawa *et al.*, 2002) dans la poudre voir absente (Ozaki *et al.*, 2000). Munir et co- auteurs (Munir *et al.*, 2006) ne confirment pas la présence de plasma et expliquent que la rapide densification est due à l'effet Joule en grande majorité.

Olevsky et Froyen (2006), Olevsky *et al.* (2007) et Olevsky et Froyen (2009) se sont intéressés à la modélisation des mécanismes de densification pouvant intervenir dans l'échantillon lors de la compaction. Dans une première étude, Olevsky et Froyen (2006) ont proposé un modèle micromécanique basé sur une cellule élémentaire (grains rectangulaires avec pores sphériques, voir Figure 1.9).

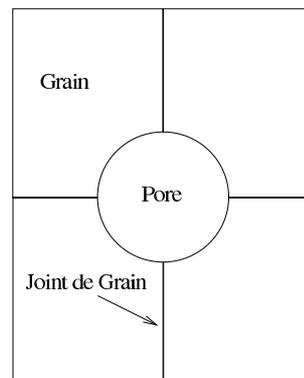


FIG. 1.9 – Volume d'étude des travaux d'Olevsky et Froyen (2006) du corps composé d'un pore sphérique entouré de grains rectangulaires.

Les mécanismes de densification pris en compte par le modèle sont le fluage des particules, la diffusion aux joints de grain (liée à la tension superficielle, au chargement extérieur) et l'électromigration. Les deux premiers mécanismes sont présents dans les procédés conventionnels de compaction à chaud. En revanche l'électromigration permet de déplacer de la matière sous l'effet d'un champ électrique. Ce mécanisme pourrait intervenir dans le « Frittage Flash ». Les résultats du modèle montrent que l'électromigration est prépondérante pour un matériau avec une faible porosité et des tailles de grain de l'ordre du micromètre, voir Figure 1.10.

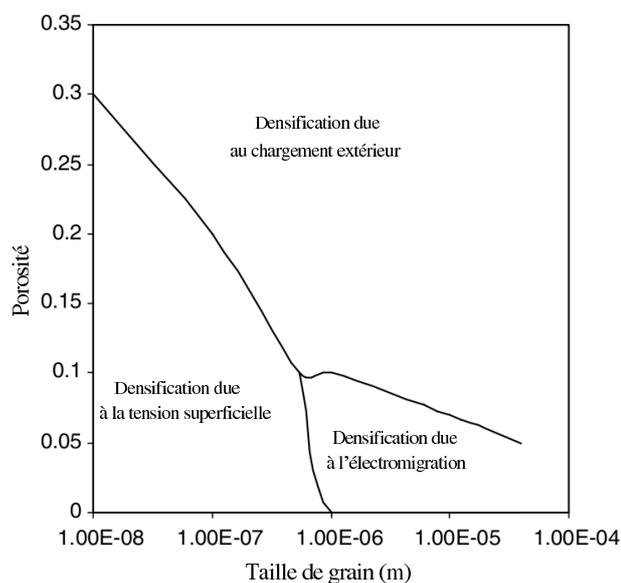


FIG. 1.10 – Carte de frittage, obtenue par Olevsky et Froyen (2006). Elle montre les mécanismes de densification prépondérants suivant la porosité et la taille de grain. Vers les faibles tailles de grain, la densification est contrôlée principalement par la diffusion induite par la tension superficielle des particules. Quant à l'électromigration, elle se révèle importante pour de faibles porosités et des tailles de grain de l'ordre du micromètre. Néanmoins, on constate que pour ces tailles de grain, la densification par fluage des poudres induit par le chargement mécanique extérieur reste le mécanisme majoritaire jusqu'à des porosités relativement faibles.

Plus récemment, Olevsky *et al.* (2007) ont modifié le modèle précédent pour tenir compte de la forme des vides. Les pores sont désormais elliptiques. Une fonction d'évolution permet de décrire le changement morphologique du pore vers une forme sphérique. Les mécanismes de densification incluent la diffusion au joint de grain et le fluage des particules. L'intérêt majeur de ces travaux est de pouvoir évaluer l'effet de la vitesse de montée en température sur l'évolution du grossissement des grains de poudres. La taille de grain influence le changement morphologique du pore et la diffusion au joint de grain. Les résultats de la simulation montrent que les hautes vitesses de montée en température permettent une densification plus rapide du matériau et limitent le grossissement des grains. Olevsky et Froyen (2009) reviennent sur leur première modélisation en remplaçant l'électromigration par l'effet Ludwig-Soret (thermodiffusion). Selon les auteurs, des gradients de température subsis-

tent au sein des cols entre les particules de poudre et favoriseraient la diffusion de la matière dans l'échantillon. Les auteurs indiquent que la thermodiffusion peut être importante notamment pour des particules de petite taille. Sa contribution serait considérable pour des faibles pressions dans une certaine gamme de température.

L'ensemble de ces trois études définit le comportement du matériau sous chargement thermo-électro-mécanique mais il n'a pas été couplé à une simulation thermo-électro-mécanique du procédé. De plus, les auteurs modélisent la compaction du matériau dans des conditions de compression confinée (déformation 1D) limitant la généralisation de ces modèles en 3D. De nombreux paramètres sont nécessaires pour modéliser la compaction et sont difficilement identifiables. Cela rend ces modélisations avancées peu pratiques du point de vue des applications industrielles. Cependant, ce travail fondamental permet de visualiser l'influence des différents effets qui pourraient, pour certains d'entre eux, comme l'électromigration, intervenir spécifiquement dans le « Frittage Flash ». Pour l'instant, la présence de l'électromigration n'est pas encore suffisamment confirmée pour être intégrée aux simulations numériques.

En revanche d'autres chercheurs affirment qu'il n'existe pas de différence avec les procédés conventionnels (Dobedoe *et al.*, 2005).

Les différentes interprétations des mécanismes de densification abordées ci-dessus, conduisent à considérer, dans un premier temps, le « Frittage Flash » comme un procédé conventionnel de compaction à chaud avec un chauffage accéléré de l'échantillon. Il convient donc de s'orienter vers les travaux de la littérature existant dans le domaine de la mise en forme traditionnelle à chaud et plus particulièrement ceux s'occupant de la modélisation des mécanismes de densification.

### 1.3.4 Modélisation des procédés conventionnels de mise en forme à chaud

#### 1.3.4.1 Mécanismes physiques

La mise en forme à chaud de milieux pulvérulents peut être divisée en deux étapes. Initialement, les particules de poudre sont précompactées. Le stade 1 correspond à la création de cols entre les particules créant des porosités ouvertes. Ces porosités interconnectées sont ensuite éliminées pour former des vides isolés. Dans le stade 2, ces porosités fermées sont éliminées et le matériau devient dense et solide.

Selon les conditions de mise en forme à chaud (température, pression, taille des particules...), différents mécanismes sont impliqués dans la réduction de la porosité. On peut mentionner la déformation plastique instantanée, le fluage par mouvement de dislocations dans les particules ou par mécanismes de diffusion (flux de matière entre les particules) comme cela est illustré en Figure 1.11.

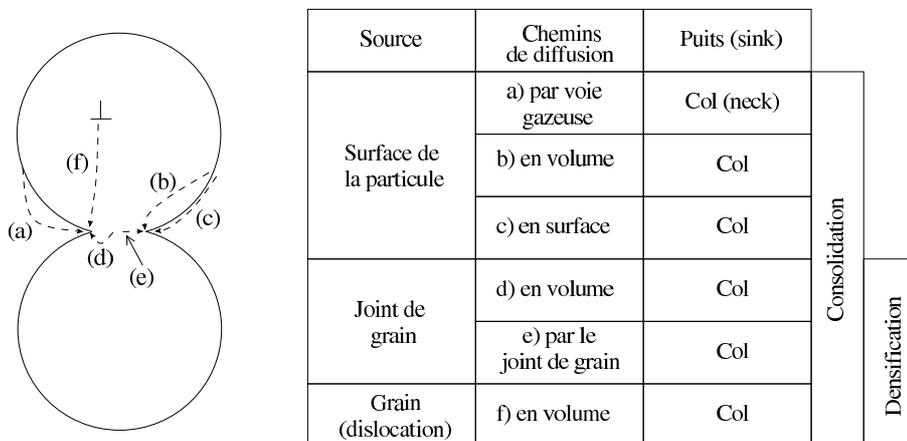


FIG. 1.11 – Chemins de diffusion rencontrés dans le frittage des poudres. La consolidation correspond au grossissement du col et la densification correspond au rapprochement des centres des deux particules (Ashby, 1974).

Selon Helle *et al.* (1985) pour la mise en forme à chaud d'une poudre d'acier à outil sous haute pression et température et pour des faibles porosités, la diffusion aux joints de grain est le mécanisme dominant alors que pour des plus grandes porosités, le fluage contrôle le

processus de densification. Cependant, pour des poudres d'alumine, la diffusion aux joints de grain reste le mécanisme dominant. Pour obtenir une image claire de l'importance des différents mécanismes gouvernant la mise en forme à chaud, on peut se référer à des cartes de densification disponibles dans la littérature pour différents matériaux, voir (Ashby, 1974), (Swinkels et Ashby, 1981), (Helle *et al.*, 1985).

#### 1.3.4.2 Modélisation du comportement poreux et de la densification

Depuis les années 1940, de nombreux auteurs ont proposé différentes approches pour décrire le frittage, (Frenkel, 1945), (Mackenzie et Shuttleworth, 1949), (Kingery et Berg, 1955). Frenkel en 1945, a été l'un des premiers à proposer un modèle rhéologique pour le frittage. L'auteur a étudié la coalescence de deux particules sphériques contrôlée par un fluage visqueux induit par les tensions superficielles. Plus tard, dans les années 1970 et jusqu'à maintenant, pour décrire le retrait par déformation plastique et/ou viscoplastique des composants frittés, de nombreux modèles basés sur la description des matériaux poreux ont été proposés par plusieurs auteurs, voir (Skorohod, 1972), (Scherer, 1977), (Kuhn et Downey, 1971), (Green, 1972), (Shima et Oyane, 1976), (Wilkinson et Ashby, 1975), (Olevsky et Skorohod, 1988).

Dans de nombreuses contributions, le comportement des matériaux poreux est analysé en cherchant la réponse d'un élément de volume représentatif contenant des vides. Une importante contribution concernant l'évolution de la taille de vide sous chargement est apportée par les travaux de Rice et Tracey (1969). Ceux-ci ont analysé l'évolution d'un seul vide dans un milieu infini parfaitement plastique. Dans cette contribution, les effets de la température ne sont pas inclus et l'évolution de la taille de vide est seulement due au chargement mécanique appliqué. Gurson (1977) a établi une expression de la surface de charge

d'un matériau poreux basé sur un modèle micromécanique. Un champ de vitesse virtuel a été adopté pour estimer le champ de déformation dans la matrice. Initialement, le comportement de la matrice est considéré comme parfaitement plastique mais des extensions pour intégrer l'écroutissage, l'effet de la vitesse de déformation et l'adoucissement thermique ont été proposées dans la littérature. Plus tard, Budiansky *et al.* (1982) ont revisité le travail de Rice et Tracey (1969) en considérant la matrice comme un matériau viscoplastique. Basé sur l'étude de Budiansky *et al.* (1982), Duva et Hutchinson (1984) ont défini un potentiel en vitesse de déformation décrivant le comportement du matériau poreux pour une faible fraction volumique de vide. Cocks (1989) a obtenu une autre estimation du potentiel en vitesse de déformation en adoptant une approche variationnelle et des champs cinématiquement ou statiquement admissibles. Des approches auto-cohérentes et par bornes ont également été développées pour modéliser le milieu poreux, (Ponte-Castaneda, 1991) et (Michel et Suquet, 1992). Sans être exhaustif, d'autres modèles micromécaniques formulés par Duva et Crow (1992) et Sofronis et McMeeking (1992) peuvent aussi être mentionnés. L'extension des précédents modèles pour des matériaux poreux contenant des vides non sphériques a été récemment publiée par Gologanu *et al.* (1993), Garajeu *et al.* (2000) et Monchiet *et al.* (2007). Comme pour les modèles traitant des vides sphériques, les expressions mathématiques des potentiels et des surface de charge sont différentes d'un modèle à l'autre suivant le champ de vitesse cinématiquement admissible utilisé.

Pour la plupart des modèles micromécaniques, la cellule unitaire de référence choisie est un vide (sphérique ou sphéroïdal) entouré d'une matrice. Par conséquent, la porosité dans le matériau n'est pas connectée. Ainsi, ces modèles sont dédiés au stade 2 du frittage.

La porosité du matériau est intégrée dans les modèles via la fraction volumique de vide. Pour le stade 1, les modèles sont basés sur la description des mécanismes opérant au niveau des contacts entre particules durant la densification. Initialement les poudres forment un

ensemble compact et aléatoire de particules. Dans cette configuration, la porosité est de l'ordre de 40% (36% exactement dans le cas de particules sphériques de même taille) (Arzt, 1982), (Arzt *et al.*, 1983). Helle *et al.* (1985) ont revisité le travail de Arzt (1982) et ont montré que, lorsqu'une pression externe est appliquée sur l'ensemble du compact formé de particules sphériques, la pression locale appliquée en chaque point de contact des particules, devenait très importante, à cause de la très petite surface de contact, conduisant à de grandes déformations plastiques dans cette zone. En conséquence, ils ont proposé de modéliser le stade 1 de densification en introduisant une pression effective (voir équation (1.1)) dépendante de la porosité initiale d'un ensemble compact de particules sphériques (environ 36% de porosité) et l'ont intégré dans leur description d'une loi de fluage pour décrire le comportement du milieu poreux dans le stade 1 de la densification :

$$P_{eff} = \frac{P}{(\theta_o - \theta)(1 - \theta)^2} \quad (1.1)$$

avec  $P_{eff}$  est la pression effective au niveau du contact,  $P$  la pression appliquée à l'échelle macro,  $\theta$  la porosité et  $\theta_o$  la porosité initiale. Plus tard, Kuhn et McMeeking (1992) ont étudié la déformation dans la zone de contact entre les particules via des simulations numériques. À partir de leurs calculs, ils ont proposé un potentiel viscoplastique qui inclut la porosité initiale. Pour obtenir une modélisation valide pour les deux stades, Fleck *et al.* (1992) ont proposé une transition continue entre les modèles développés dans les stades 1 et 2. Dans de nombreux travaux, cette transition continue a été adoptée, voir par exemple Cocks (1993) et Song *et al.* (1996). Song *et al.* (1996) ont cherché à déterminer l'évolution de la porosité durant la densification incluant les stades 1 et 2. Les prédictions du modèle comparées aux expériences sur une poudre de cuivre sont relativement raisonnables concernant la compaction isostatique à chaud, mais elles sont moins satisfaisantes concernant la compaction à chaud. Basé sur les travaux de Green (1972) et Shima et Oyane (1976), Abouaf et Chenot

(1986) ont proposé de définir un potentiel elliptique combinant la vitesse de déformation équivalente du  $J_2$  et la vitesse de déformation plastique moyenne volumique. La dépendance en porosité du potentiel est évaluée par une campagne expérimentale (compression uniaxiale, compaction isostatique à chaud, compaction à chaud). Ce modèle est très utilisé pour la mise en forme à chaud, voir (Bouvard et Lafer, 1989), (Argento *et al.*, 1994), (Bouaziz *et al.*, 1997). En général, le modèle d'Abouaf et Chenot (1986) permet d'obtenir une bonne prédiction de la densification des poudres métalliques. Du fait des hautes températures, la taille des grains augmente au cours de la densification. Besson et Abouaf (1991) ont proposé des modèles permettant de prédire les grossissements des grains lors de la compaction, notamment en compaction isostatique à chaud.

L'évolution de la porosité est très influencée par la température et la pression appliquée. On observe habituellement que la porosité n'est pas homogène dans l'ensemble de l'échantillon. Pour obtenir une cartographie des hétérogénéités, des calculs par éléments finis pour lesquels le couplage thermo-mécanique est indispensable, sont maintenant, très utilisés, (Abouaf et Chenot, 1986), (Riedel *et al.*, 1994), (Baccino et Moret, 2000), (Kraft et Riedel, 2004). Des études instructives ont été proposées par Kim et Jeon (1998) et Cho et Kim (2001). Par exemple, Cho et Kim (2001) ont simulé la densification d'un mélange de poudre de cuivre et d'acier à outil par les procédés de compaction isostatique à chaud et de compaction à chaud. Ils ont également réalisé des simulations numériques de ces deux procédés en considérant deux descriptions différentes du comportement du matériau. D'une part, la réponse du matériau poreux est décrite, dans le premier stade, par le modèle de Kuhn et McMeeking (1992) et dans le deuxième stade par le modèle de Sofronis et McMeeking (1992). La transition entre les deux modèles est assurée par l'approche développée par Fleck *et al.* (1992). D'autre part, le modèle d'Abouaf et Chenot (1986) est également considéré. Les deux approches sont implémentées dans le logiciel par éléments finis ABAQUS. Finalement les pré-

ditions des deux approches sont comparées aux expériences. Ce travail révèle que les modèles de McMeeking conduisent à de faibles vitesses de densification. Au contraire, les prédictions basées sur le modèle d'Abouaf sont en bon accord avec les données expérimentales, voir Figure 1.12. Ces écarts proviennent de l'utilisation de modèles différents pour définir le comportement du même milieu poreux.

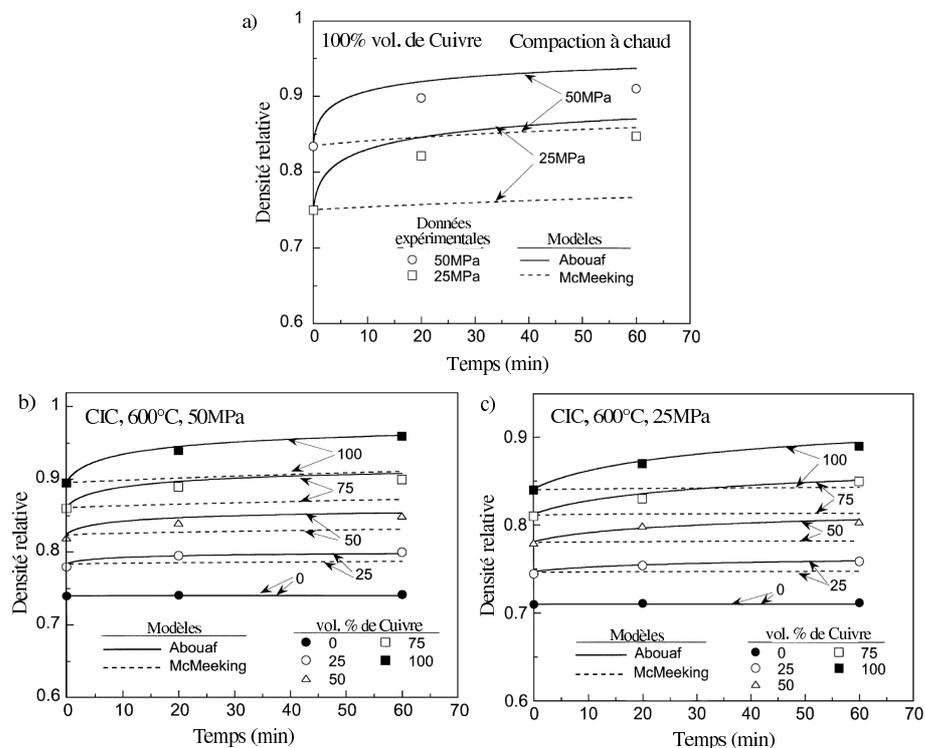


FIG. 1.12 – a) Evolution de la densification pour un échantillon de cuivre élaboré sous compaction à chaud. Les Figures b) et c) montrent l'évolution de la densification d'un mélange de poudre de cuivre et d'acier à outil dans le cas d'une compaction isostatique à chaud (CIC). Le modèle d'Abouaf est en bon accord avec les données expérimentales. En revanche, les modèles de McMeeking et al. sous-estiment la densification (Cho et Kim, 2001).

L'ensemble de ces travaux abordés ci-dessus, montre la diversité des modèles pour reproduire la densification du matériau. Toutefois, le « Frittage Flash » implique de considérer, le champ électrique qui conduit au chauffage rapide du système. Cette différence par rap-

port aux procédés conventionnels ne garantit pas une densification homogène de l'échantillon. En effet, l'évolution de la température au sein du procédé lors de l'élaboration du matériau est hétérogène. Ces hétérogénéités de température auraient de nombreuses origines comme la vitesse de montée en température, la géométrie du système ou encore les propriétés physiques de l'assemblage (Shen *et al.*, 2004). Afin d'avoir une vision relativement claire du champ de température et des autres champs (densité, contrainte mécanique, etc.) durant l'élaboration du matériau, il est nécessaire d'avoir recours à une modélisation numérique thermo-électrique mécanique du procédé.

#### **1.4 Etat de l'art sur la modélisation du « Frittage Flash »**

Depuis 2000 le nombre de publications sur la modélisation du procédé « Frittage Flash » ne cesse de croître. Les motivations pour la modélisation tournent autour de la possibilité de pouvoir évaluer les grandeurs physiques, telles que la température, la porosité, les contraintes mécaniques au sein de l'échantillon qui sont généralement difficiles à obtenir par l'expérience. Les résultats théoriques de ces modélisations aident à l'interprétation physique de certaines observations expérimentales. On peut citer entre autres le grossissement de grains qui est un aspect important, surtout si on s'intéresse à la possibilité de fabriquer des matériaux denses avec une taille de grains nanométriques. Il a été constaté que les grains ont une taille plus importante au centre d'un échantillon de nickel qu'au bord de l'échantillon (en contact avec la matrice). Selon Minier *et al.* (2010), il est observé au centre une température plus prononcée. Des simulations numériques thermo-électriques réalisées par Couque *et al.* (2008) dans le cadre de la thèse de Ludivine Minier (2008) ont appuyé cette interprétation.

### 1.4.1 Approche thermo-électrique

Les travaux précurseurs ont commencé à modéliser la partie thermo-électrique du procédé car la méthode de chauffage est originale et le champ de température résultant du courant appliqué éveille une certaine curiosité. De plus, la température est un paramètre important dans l'élaboration du matériau et sa distribution pourrait différer suivant la nature électrique (conducteur ou non) de l'échantillon. Les modèles permettent d'apporter des réponses sur la distribution de la température. Cependant, selon Orru *et al.* (2009) dans leur revue de la littérature sur cette technologie, la qualité des résultats de ces modèles dépend fortement des hypothèses simplificatrices posées par les modélisateurs. La première étude sur la modélisation du procédé est attribuée à Raichenko et Chernikova (1989). Dans ces travaux, le système est représenté en 1D et l'équation de la chaleur est résolue analytiquement. Ce modèle thermo électrique très simplifié nous donne une évolution de la température au sein de l'échantillon trois fois plus importante que celle mesurée.

Au début des années 2000, la modélisation thermo-électrique commence réellement à évoluer, car l'engouement porté par la communauté scientifique sur cette technologie est en pleine ascension. On commence à avoir des capacités pour simuler le procédé avec des géométries complexes et pour résoudre l'ensemble des équations thermique-électriques couplées. Les pertes thermiques de même que la dépendance des paramètres physiques en fonction de la température sont mieux considérées. En 2001, l'étude menée par Yoneya et Ikeshoji (2001) modélise en axisymétrie, l'échantillon, la matrice et la partie des pistons insérées dans la matrice comme le présente la Figure 1.13.

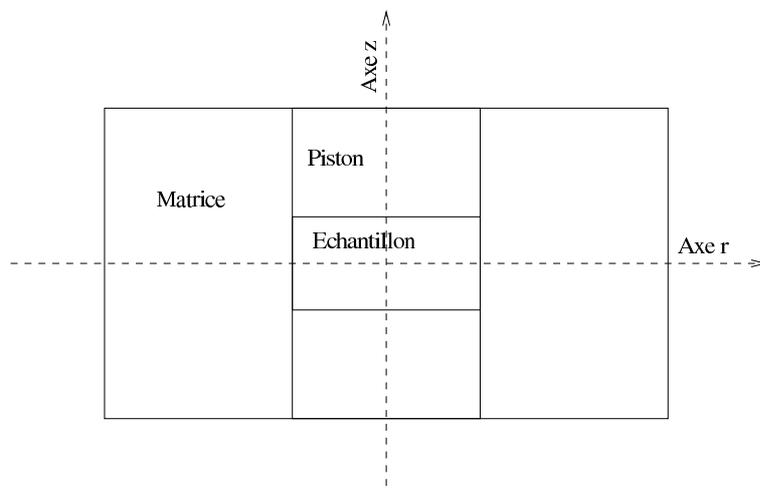


FIG. 1.13 – Domaine du procédé « Frittage Flash » modelisé par Yoneya et Ikeshoji (2001).

L'équation de la chaleur, la loi d'Ohm et la conservation de la charge électrique sont résolues numériquement. Des pertes par conduction, pour modéliser le refroidissement du système via les pistons sont appliquées. De plus, comme l'enceinte est sous vide, les pertes par convection à la surface du moule sont négligées et le rayonnement est pris en compte. La Figure 1.14 montre, en régime stationnaire, la répartition de la température au sein du procédé.

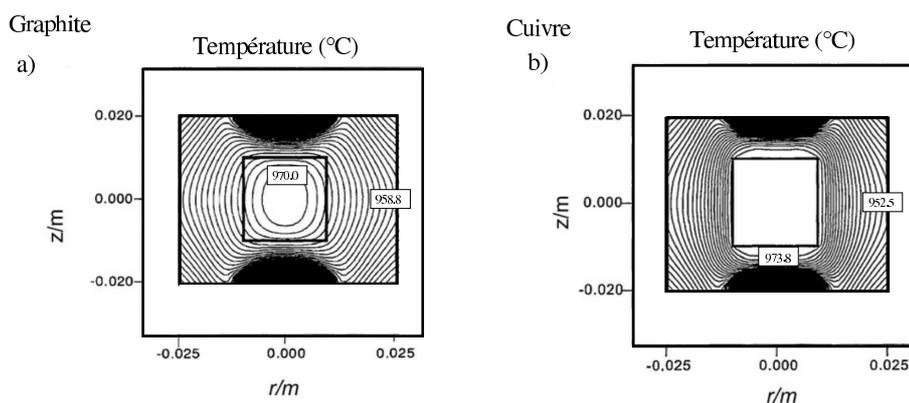


FIG. 1.14 – Répartition de la température dans la zone modélisée (voir Figure 1.13) pour un échantillon en graphite et en cuivre, respectivement.

Deux types d'échantillon sont considérés : l'un en cuivre et l'autre en graphite. Les au-

teurs ont conclu, d'une part, que le courant traverse davantage l'échantillon en cuivre car il est plus conducteur électriquement que la matrice en graphite, et d'autre part, que la génération de chaleur par effet Joule se concentre essentiellement dans les pistons en graphite plus résistifs. Les gradients de température dans les échantillons (10 mm de diamètre et de hauteur) l'un en graphite et l'autre en cuivre, sont relativement faibles (moins d'une dizaine de degrés). On voit une différence de  $12^{\circ}C$  en Figure 1.14a.

Yucheng et Zhengyi (2002) ont montré que pour un échantillon de  $TiB_2/BN$ , quatre fois plus grand que celui de Yoneya et Ikeshoji (2001), des gradients de température de l'ordre de  $350^{\circ}C$  ont été observés dans les calculs. Toutefois, l'échantillon en  $TiB_2/BN$ , aussi résistif électriquement que le graphite, possède une conductivité thermique plus faible et pourrait conduire à des gradients de température plus importants. D'ailleurs, Tiwari *et al.* (2009) montreront son influence plus tard en 2009 en conduisant une analyse paramétrique sur le conductivité thermique de l'échantillon en graphite. Ils ont constaté que pour une conductivité thermique de  $5W/(m.K)$ , une différence de température, entre le bord et le centre de l'échantillon s'établit autour de  $70^{\circ}C$  alors que pour des conductivités thermiques supérieures à  $40W/(m.K)$ , les différences sont de l'ordre de  $3^{\circ}C$ .

Le matériau à densifier peut être isolant électriquement. On peut citer Keum *et al.* (2002), qui ont simulé, dans une étude menée en 1D, le champ de température dans un échantillon en alumine (électriquement isolant) en régime stationnaire. Keum *et al.* (2002) ont noté que le courant traversait la matrice et l'élévation de la température dans l'échantillon d'alumine est obtenue par conduction thermique.

Ces travaux présentent les premiers résultats sur la distribution de la température dans des échantillons électriquement conducteurs ou isolants. Certaines études manquent de confrontations à l'expérience. La zone d'étude se limite souvent à l'échantillon (Keum *et al.*, 2002) ou aux éléments entourant l'échantillon (matrice et une partie des pistons à l'intérieur

de la matrice).

Matsugi *et al.* (2003a), proposent une simulation numérique du procédé avec une géométrie plus réaliste du système. L'échantillon, la matrice et les pistons sont représentés entièrement, voir Figure 1.15. Afin d'apporter un éclaircissement sur les valeurs réelles des températures mises en jeu dans le procédé, les auteurs confrontent la modélisation à des mesures expérimentales fournies par des thermocouples positionnés à différents endroits de l'assemblage. Deux matériaux sont étudiés. L'un est électriquement isolant (Alumine) et l'autre est conducteur (Titane). Les auteurs prennent en compte l'évolution de la densité relative expérimentale de l'échantillon, interpolée sur des expériences, par une expression prenant en compte la température et la pression ainsi que la densité initiale. Cette expression permettra durant la simulation, de faire varier indirectement les propriétés matériaux en fonction de la porosité. À noter que le couplage mécanique n'est pas considéré. De plus, les résistances thermiques et électriques des contacts entre les pièces, jusqu'ici négligées, sont prises en compte. Leurs valeurs diffèrent suivant la composition du contact. Les résultats de la simulation, présentés en Figure 1.15, montrent, en régime stationnaire, une excellente corrélation entre les températures calculées et celles qui sont mesurées par les différents thermocouples. Les résultats de ces travaux confirment certaines observations précédentes. Selon Matsugi *et al.* (2003a), les pistons sont le foyer des plus hautes températures du système, quelle que soit la nature de l'échantillon (électriquement conducteur ou isolant). Les plus hautes températures au niveau des pistons proviennent d'une résistivité maximale associée à la réduction de section. Cela génère le plus fort effet Joule du dispositif. De plus, l'étude confirme que l'alumine est bien chauffée par la matrice et les pistons, par conduction.

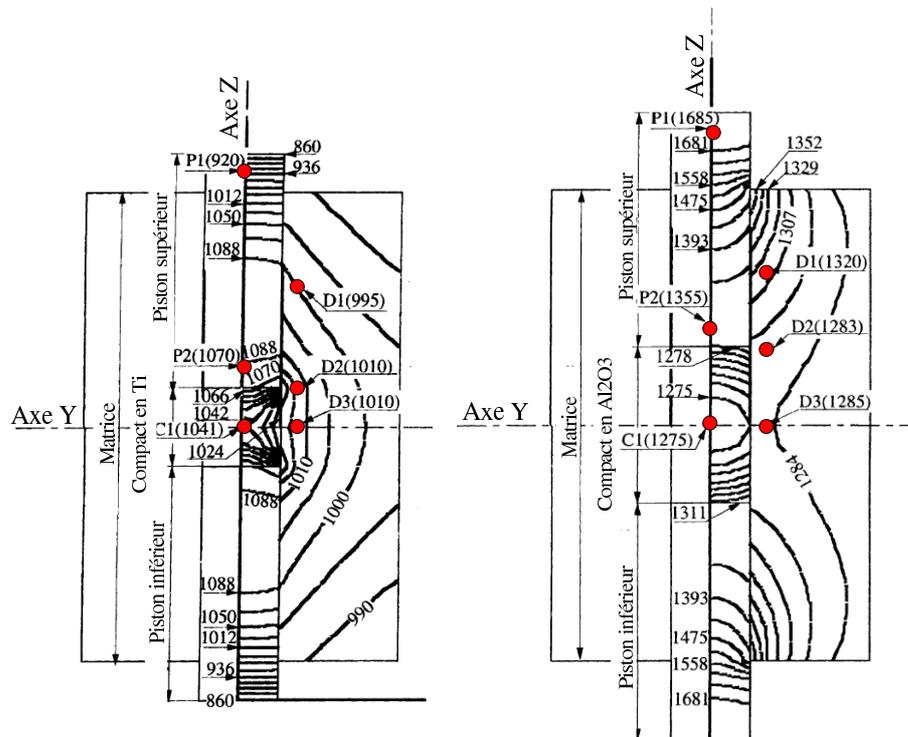


FIG. 1.15 – Distribution de la température obtenue par Matsugi *et al.* (2003a), pour un échantillon conducteur (Titane) et isolant (Alumine). Les cercles pleins indiquent la position des thermocouples. Une très bonne corrélation est observée entre les températures calculées et mesurées (valeurs à côté des cercles).

Dans une autre étude, ces mêmes auteurs (Matsugi *et al.*, 2003b), ont utilisé le modèle précédent pour analyser la synthèse d'un échantillon de Titane en forme de T. Le piston inférieur, d'une section plus faible présentant donc une plus grande résistance électrique que son homologue supérieur, chauffe davantage créant des gradients de température dans l'échantillon. Cette étude montre que le champ de température est également sensible à la géométrie des différentes pièces composant la partie utile du système.

La répartition de la température, dans les travaux abordés jusqu'ici, est un résultat important. Son rôle dans la densification du matériau est prépondérant. Cependant, l'étude de la distribution de la température en régime stationnaire reste limitée, car avant d'atteindre ce stade, sa répartition ne cesse d'évoluer et cela peut avoir des conséquences sur l'élaboration

du matériau.

L'évolution du champ de température, en régime instationnaire, a été étudiée par Wang *et al.* (2003). Ils ont simulé une géométrie similaire à celle de Matsugi *et al.* (2003a) en utilisant le logiciel d'éléments finis ANSYS. Les contacts sont supposés parfaits. Le matériau de l'échantillon est un nitrure de Bore (un matériau électriquement isolant). Lors de l'application d'une tension de 3 Volts aux extrémités des pistons, les auteurs observent, au début du cycle, un chauffage intensif des pistons. La chaleur diffuse alors vers la matrice et l'échantillon plus froids comme l'illustre la Figure 1.16. Cependant, la matrice est plus chaude que l'échantillon, car ce dernier est électriquement isolant et n'est donc pas sujet à l'effet Joule induit par le passage du courant. Mais après un certain temps, cette distribution tend à s'homogénéiser. Le centre de l'échantillon devient presque aussi chaud que le bord en contact avec la matrice comme le montre la Figure 1.17.

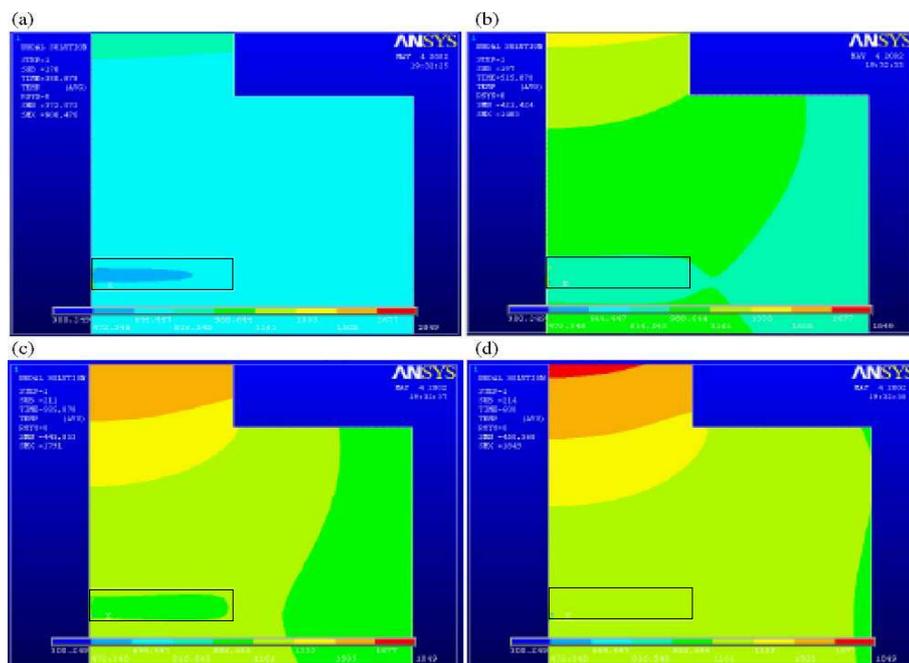


FIG. 1.16 – Répartition de la température dans le système pour différents temps a)-d) (intervalle de temps non précisé dans la publication). Un échantillon de nitrure de bore est considéré dans cette étude (Wang *et al.*, 2003).

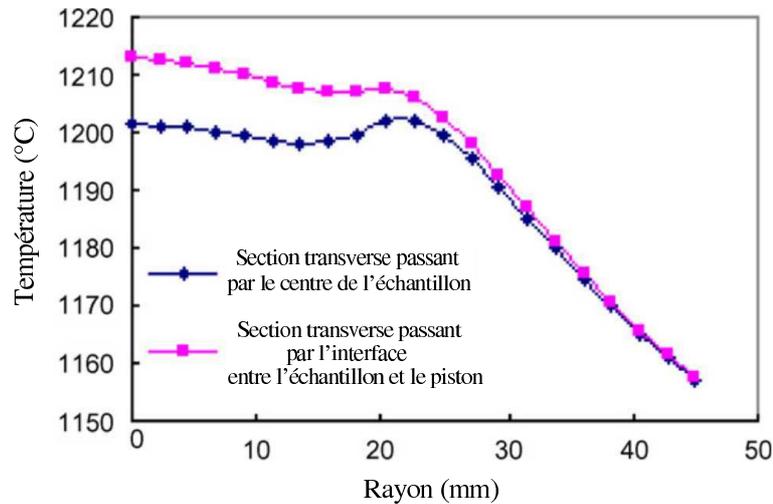


FIG. 1.17 – Profil de la température pour un échantillon en nitrure de bore de rayon  $20.5\text{mm}$  en fin de cycle, (Wang *et al.*, 2003)

Cette évolution de distribution, est due, selon les auteurs, aux pertes par rayonnement qui deviennent plus importantes sur le bord extérieur de la matrice quand la température augmente. Ces mêmes auteurs en 2006 ont étudié l'élaboration d'un échantillon conducteur ( $TiB_2/BN$ ) (Wang *et al.*, 2006). Ils ont constaté que contrairement au nitrure de bore, le  $TiB_2/BN$  était toujours plus chaud que le moule. Pour conclure, les auteurs notent que pour limiter les gradients de température au sein de l'échantillon lors du régime transitoire, une faible vitesse de montée en température du système est conseillée.

Ces dernières études montrent que l'analyse de la distribution de la température au sein du système est en réalité d'une grande complexité. Suivant les matériaux étudiés et les hypothèses réalisées dans les modélisations, il est difficile d'affirmer qu'un certain type de distribution de température correspondrait davantage à un matériau électriquement conducteur qu'à un isolant. De plus, la distribution de la température ne cesse d'évoluer lors du chauffage et les pertes par rayonnement participent à cette évolution.

Zavaliangos *et al.* (2004) ont réalisé en 2004, un bilan des pertes thermiques à différentes températures, au niveau de la surface du moule. Les auteurs ont inclus, dans l'étude, l'ensem-

ble de la chambre sous vide. L'échantillon est un graphite dense. Dans cette étude, Zavaliangos *et al.* (2004) distinguent deux types de pertes thermiques : les pertes thermiques par conduction à travers l'extrémité des pistons dues au refroidissement des électrodes et les pertes par rayonnement à travers les parois extérieures des pistons et de la matrice. Les pertes par convection à la surface du moule sont négligées, car l'enceinte est sous vide. Sur l'ensemble des pertes thermiques analysées sur la partie la plus chaude du système (piston, échantillon, matrice. voir Fig. 1.18), 80% des pertes sont induites par la conduction (haut et bas, voir Fig. 1.18) lorsque la température prise à la surface du moule est de  $350^{\circ}\text{C}$ . En revanche pour une température de  $1350^{\circ}\text{C}$  au niveau du moule, les pertes par rayonnement représentent 60% des pertes thermiques. La surface du moule est la plus exposée aux pertes par rayonnement (soit 40% des pertes thermiques totales). L'importance et l'évolution des pertes thermiques au niveau du moule en cours de process permet d'expliquer l'inversion de la distribution de la température entre le moule et l'échantillon observée dans les travaux de Wang *et al.* (2003). Zavaliangos *et al.* (2004) ont également considéré les résistances de contact entre les pièces. Contrairement au travail de Matsugi *et al.* (2003a), les résistances de contact sont regroupées en deux types, les contacts horizontaux et verticaux. Selon les auteurs, la pression sur les contacts horizontaux est plus importante, ce qui permet de conduire davantage l'électricité et la chaleur que leurs homologues verticaux. Zavaliangos *et al.* (2004) notent leur importance dans la simulation pour mieux approcher la distribution de la température réelle, expliquant d'ailleurs l'excellente corrélation entre les températures mesurées et calculées dans les travaux de Matsugi *et al.* (2003a).

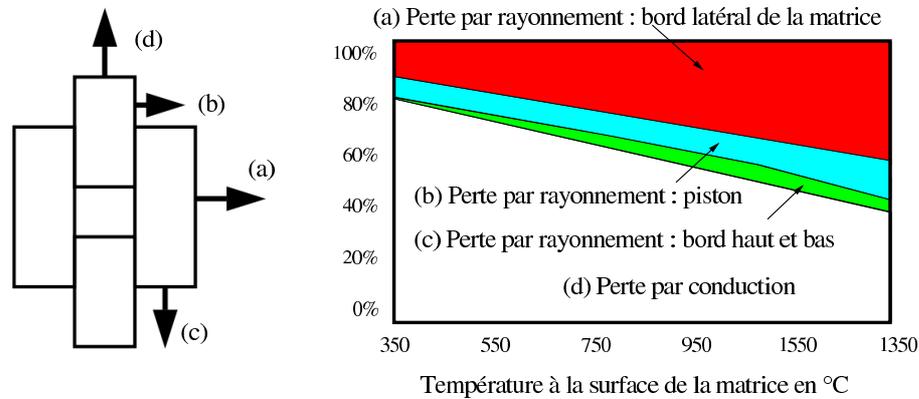


FIG. 1.18 – Bilan des pertes thermiques dans la partie la plus chaude du système. Les pertes par conduction sont majoritaires pour des faibles températures tandis que les pertes par rayonnement sont prédominantes pour des températures importantes (Zavaliangos *et al.*, 2004).

Zavaliangos *et al.* (2004), dans leur simulation, ont inséré des feuilles de graphite au niveau des contacts afin de protéger l'outillage de l'échantillon et d'améliorer les contacts. Comparativement aux propriétés physiques de l'outillage, ces feuilles conduisent mieux la chaleur et le courant électrique dans le sens de l'épaisseur et sont plus résistives électriquement et thermiquement dans leur plan. Zhang (2004) a simulé la zone autour de l'échantillon et a constaté une plus importante génération de chaleur par effet Joule concentrée dans les feuilles de graphite. Mais leur faible taille modifie peu le champ de température du système.

Les différentes modélisations montrent les conséquences des hypothèses simplificatrices, comme la prise en compte des pertes par rayonnement et/ou des résistances de contact qui modifie la distribution de la température. Les modélisations essayent de proposer des simulations plus robustes en proposant, parfois, des campagnes expérimentales spécifiques afin d'étudier certains points caractéristiques comme l'influence des résistances de contact qui dépendent de plusieurs paramètres dont la température.

En 2005, Vanmeensel *et al.* (2005) se sont intéressés à la détermination de la dépendance des résistances de contact en fonction de la température. Une campagne expérimentale spé-

cifique a été réalisée sur trois assemblages différents avec un nombre graduel de contacts comme illustré sur la Figure 1.19.

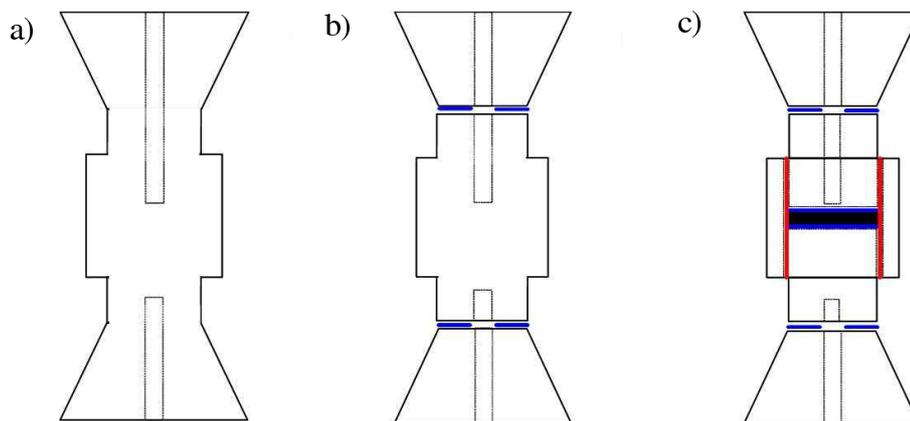


FIG. 1.19 – Trois assemblages permettant de déterminer les résistances de contact. a) assemblage sans contact, b) assemblage avec entretoises séparées et c) assemblage classique (Vanmeensel *et al.*, 2005).

Les auteurs obtiennent des résistivités électriques et thermiques plus importantes pour les contacts verticaux que leurs homologues horizontaux rejoignant les tendances observées par Zavaliangos *et al.* (2004). De plus, les résistances de contact diminuent quand la température augmente. Maizza *et al.* (2009), proposeront, plus tard une nouvelle méthodologie itérative entre la simulation et l'expérience afin de pouvoir ajuster les valeurs des résistances de contact. Cette procédure a l'avantage d'étudier la nature de chacun des contacts durant la densification en considérant le déplacement du piston supérieur. Leur conclusion est similaire à celle de Vanmeensel *et al.* (2005) concernant la dépendance en température. Cependant, la détermination des résistances de contact reste empirique, et leurs valeurs sont optimisées afin de s'ajuster aux résultats des simulations à l'expérience.

Dans la seconde partie de leur travail, Vanmeensel *et al.* (2005) ont simulé le procédé « Frittage Flash » en incluant les résistances de contact. Deux échantillons faits en  $ZrO_2$  (isolant puis conducteur lorsque la température augmente) et en TiN (conducteur) ont été

étudiés. Les auteurs concluent au travers de ces simulations, que le contrôle expérimental de la température généralement réalisé sur la surface du moule ne permet pas de maîtriser la température de l'échantillon. Des écarts de température entre l'échantillon et la surface du moule peuvent atteindre parfois une centaine de degrés. Ils proposent de contrôler la température dans le piston au plus près de l'échantillon. L'évolution de la température dans l'échantillon isolant semble similaire à celle de Wang *et al.* (2003). Dans la Figure 1.20, la différence de température entre le centre et le bord de l'échantillon est négative au démarrage avant de devenir positive une fois le palier de température atteint. Cette inversion de la distribution de la température, au niveau de l'échantillon et du moule, a été également mentionnée et expliquée par Wang *et al.* (2003) dans le cas du nitrure de bore. Les auteurs constatent également des gradients de température plus importants dans l'échantillon conducteur que dans l'isolant ( $79^{\circ}C$  et  $25^{\circ}C$  respectivement sur un diamètre  $40mm$ ). Cette différence est expliquée par l'influence des pertes par rayonnement provenant de la surface du moule. Dans le cas de l'échantillon isolant, la matrice est chauffée davantage par effet Joule qu'avec le conducteur et compenserait, d'une certaine manière, les pertes par rayonnement du moule. Pour réduire les gradients de température dans le TiN, Vanmeensel *et al.* (2005) préconisent d'ajouter une feutrine isolante en graphite autour de la matrice pour limiter les pertes par rayonnement.

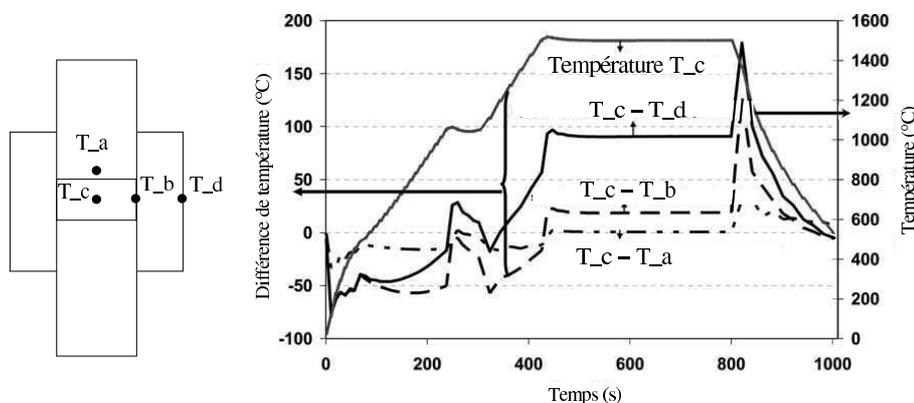


FIG. 1.20 – Evolutions de différentes températures au sein du procédé « Frittage Flash » pour un échantillon de zircone. Une inversion de la distribution de la température dans l'échantillon est constatée vers les hautes températures (Vanmeensel *et al.*, 2005).

Dans une autre étude, Vanmeensel *et al.* (2007) examinent l'effet bénéfique de la feutrine durant l'élaboration d'un composite de  $ZrO_2$ -(60%)/ $TiN$ -(40%). Cet échantillon a la particularité de conduire le courant au delà d'une certaine température (1250 – 1300°C) de frittage. Durant la densification, une percolation entre les éléments  $TiN$  se produit pour former un réseau permettant de conduire le courant. Dans cette étude, des simulations ont été réalisées avec et sans feutrine. Les résultats montrent que les différences de température radiales sont considérablement réduites dans l'échantillon en présence de la feutrine, de 140°C à 30°C sur un diamètre de 40mm.

Dans le cadre de cette étude, des solutions technologiques pertinentes ont permis de mieux contrôler la température de l'échantillon et de limiter les pertes par rayonnement du moule. Mais ces travaux ont surtout proposé une méthodologie de détermination des propriétés des contacts en fonction de la température. Ces dernières dépendent ainsi de nombreux facteurs comme la rugosité des surfaces ou la pression de contact.

Anselmi-Tamburini *et al.* (2005), ont étudié l'influence des résistances de contact sous différentes pressions. Leurs résultats expérimentaux montrent que les résistances de contact diminuent quand la pression appliquée augmente. Cette tendance a été également obtenue

par McWilliam (2008) en 2008. Anselmi-Tamburini *et al.* (2005) déduisent de l'expérience qu' à partir d'une pression appliquée de  $50\text{MPa}$  sur l'échantillon, les résistances des contacts peuvent être négligées.

Dans ce même travail, ils ont étudié, comme les auteurs précédents, l'influence d'échantillons électriquement conducteurs (cuivre) et isolants (alumine) sur le champ de température. Pour la première fois, des électrodes en acier ont été considérées. Ils ont également étudié l'effet de la forme des pulses (8 pulses de  $3\text{ms}$  suivis d'un temps mort de 2 fois  $3\text{ms}$ ) du signal électrique en le décomposant par une analyse de Fourier. Cette analyse indique, comme le montre la Figure 1.21, que la plupart des modes se situent à une fréquence inférieure à  $100\text{Hz}$ . Ces travaux révèlent que le signal peut alors s'approximer par un signal continu dans les simulations. De plus l'absence de modes dans les hautes fréquences permet de négliger l'effet de peau où le courant serait concentré uniquement sur le pourtour des pièces. En conclusion, ils démontrent qu'il est cohérent que l'entrée en courant ou en tension généralement utilisée dans les simulations de la littérature corresponde à la valeur efficace du signal, c'est-à-dire, la valeur d'un signal continu qui fournirait le même effet Joule que le signal pulsé sur une période. Cette valeur est mesurée directement par les appareillages de contrôle du procédé.

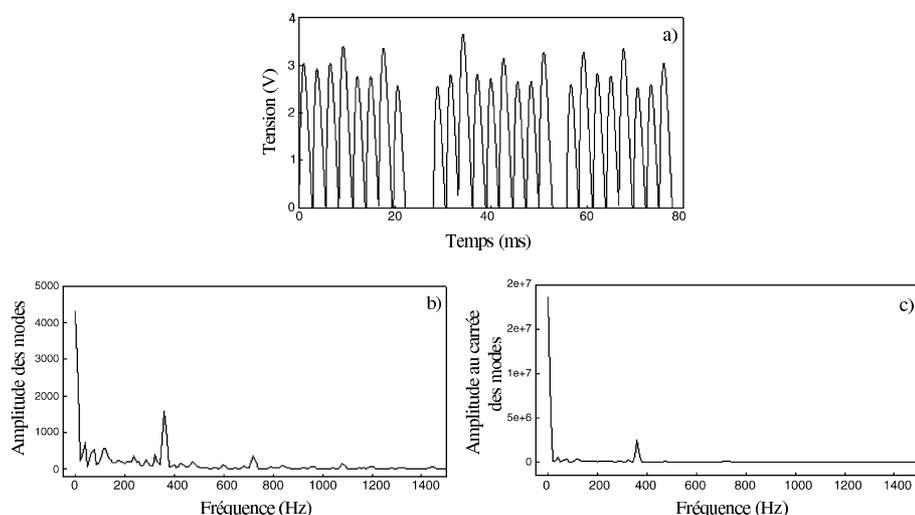


FIG. 1.21 – a) Signal de la tension électrique avec un motif 8 :2, 8 impulsions de  $3ms$  suivies d'un temps mort de 2 fois  $3ms$ . b) Spectre des fréquences du signal présenté en a). c) Spectre des fréquences avec l'amplitude au carré représentative de la chaleur dissipée. L'essentiel de la chaleur produite par effet Joule provient des fréquences inférieures à  $100Hz$  (Anselmi-Tamburini *et al.*, 2005).

Les auteurs se sont également intéressés à la répartition de la densité de courant au sein du système et à la génération de chaleur induite par son passage. Ils notent que la distribution de densité de courant est relativement complexe au sein de l'échantillon conducteur. La densité de courant est 1,5 fois plus importante sur les bords qu'au centre de l'échantillon de cuivre comme l'illustre la Figure 1.22. Pour l'alumine (matériau électriquement isolant), ils confirment, comme Keum *et al.* (2002) que le courant traverse uniquement la matrice.

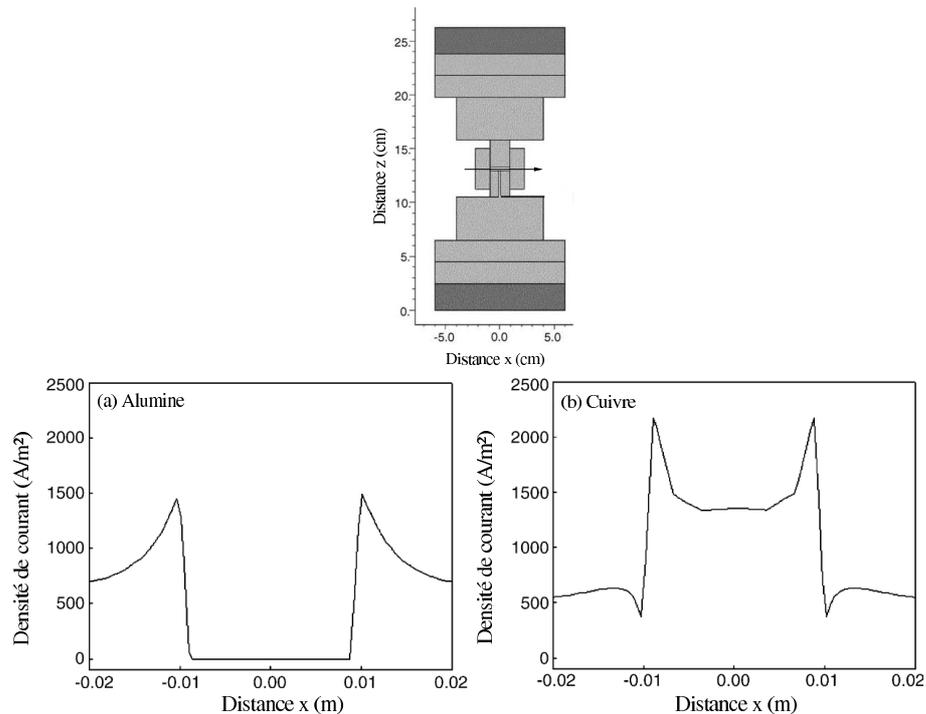


FIG. 1.22 – Distribution (suivant  $x$ ) de la densité de courant dans des échantillons d'alumine a) et de cuivre b) (Anselmi-Tamburini *et al.*, 2005).

Anselmi-Tamburini *et al.* (2005) ont également constaté, que la génération de chaleur due à l'effet Joule, pour chacun des échantillons, est quasi nulle, comme le montre la Figure 1.23. En effet, la résistivité électrique du cuivre est très faible par rapport à celle de l'outillage. L'alumine, puisque isolante, n'est traversée par aucun courant électrique. Notons dans ces travaux que la conductivité électrique de l'alumine ne dépend pas de la température. Les deux échantillons sont donc essentiellement chauffés par conduction thermique provenant de l'outillage (matrice et/ou piston).

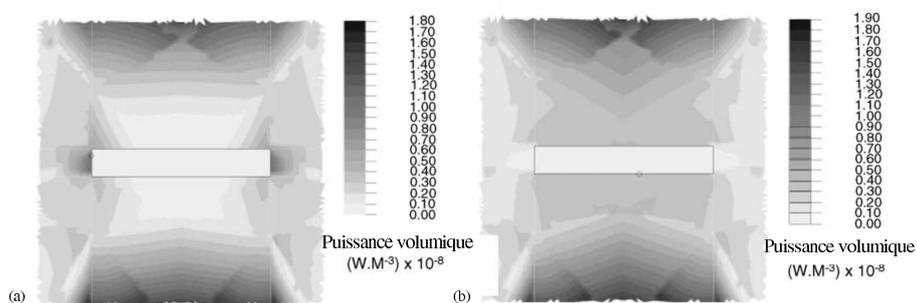


FIG. 1.23 – Cartographie de la génération de chaleur par effet Joule pour un échantillon en alumine en a) et en cuivre en b) (Anselmi-Tamburini *et al.*, 2005).

Sur le montage global, comme mentionné précédemment et comme l'ont constaté Yoneya et Ikeshoji (2001), Zhang (2004) et Anselmi-Tamburini *et al.* (2005), les pistons à proximité des entretoises restent des zones où la chaleur générée par effet Joule est la plus importante induisant leurs chauffages intensifs. La Figure 1.24 présente l'évolution de la température le long de l'axe central du système pour un échantillon en alumine. On note que la température maximale est obtenue dans les pistons pendant toute la durée du cycle. Au départ, de forts gradients de température à proximité de l'échantillon sont induits par le chauffage intensif des pistons. À l'approche du régime stationnaire, ces gradients s'atténuent. Couque *et al.* (2008) ont également tracé ce profil et ont retrouvé une évolution similaire. Ces derniers ont obtenu des vitesses de montée en température différentes entre les pistons et l'échantillon.

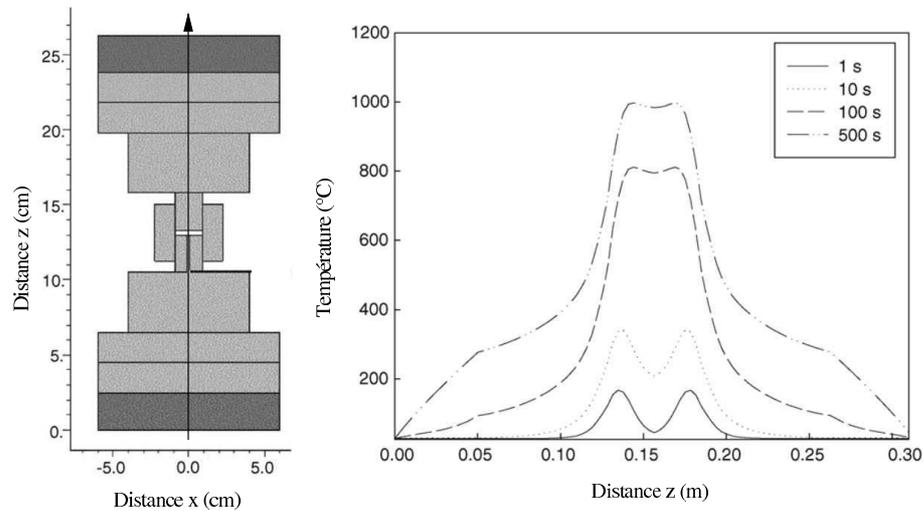


FIG. 1.24 – Evolution du profil de température le long de l'axe central du système pour un échantillon en alumine (Anselmi-Tamburini *et al.*, 2005).

Ces dernières études montrent que la corrélation entre le champ de densité de courant et celui de la température n'est pas si immédiate. La génération de chaleur par effet Joule dépend de la géométrie du montage et des propriétés électriques des pièces. De plus, cette génération de chaleur par effet Joule contrôle en partie le champ de température, mais ce dernier dépend également des propriétés thermiques des matériaux, des pertes thermiques comme le refroidissement de l'assemblage qui, selon Anselmi-Tamburini *et al.* (2005), influence considérablement sur la distribution de la température. La géométrie de l'outillage est un facteur également prépondérant dans la répartition de la température, comme l'ont montré Matsugi *et al.* (2003a), avec un échantillon en forme de T.

En 2006, McWilliam *et al.* (2006), ont montré, justement, l'influence des dimensions de l'outillage sur le champ de température. En augmentant uniquement la longueur des pistons, la génération de chaleur par effet Joule est plus intense impliquant une plus grande température maximale dans les pistons ( $250^{\circ}\text{C}$  de différence en passant d'une longueur de  $21,59\text{mm}$  à  $30,48\text{mm}$ ). À noter que les auteurs ne précisent pas où se trouve la température maximale. Cette variation est montrée en Figure 1.25. Cependant, les auteurs notent un

effet minime sur les gradients de température entre le centre de l'échantillon et le moule, indiquant un changement localisé du champ de température dans les pistons. Ils ont également analysé l'impact du changement des dimensions de la matrice sur l'alimentation électrique du système pour obtenir une température de  $1800^{\circ}\text{C}$  au centre d'un échantillon de tungstène. L'augmentation du diamètre du moule implique de chauffer une plus grande quantité de matière et nécessite d'accroître la puissance électrique du système, comme le montre la Figure 1.26. Donc, l'augmentation de la hauteur du moule accroît davantage la puissance électrique consommée. Selon les auteurs, la surface de contact entre le moule et le piston devient plus importante et la densité de courant traversant ce contact diminue. Ainsi, la génération de chaleur décroît, abaissant la température et notamment celle des pistons. Afin d'obtenir une plus haute température dans les pistons, une plus grande puissance électrique est nécessaire. La figure 1.26 montre également que l'augmentation du diamètre du moule accroît la différence de température entre la surface de la matrice et l'échantillon. En revanche, cette différence est diminuée quand la hauteur de la matrice augmente. McWilliam *et al.* (2006), ont répété cette analyse en ajoutant une feutrine isolante pour limiter les pertes par rayonnement du moule. Les résultats montrent une baisse des différences de température et de la puissance électrique nécessaire. Cette tendance, concernant la température, a déjà été observée par Vanmeensel *et al.* (2007).

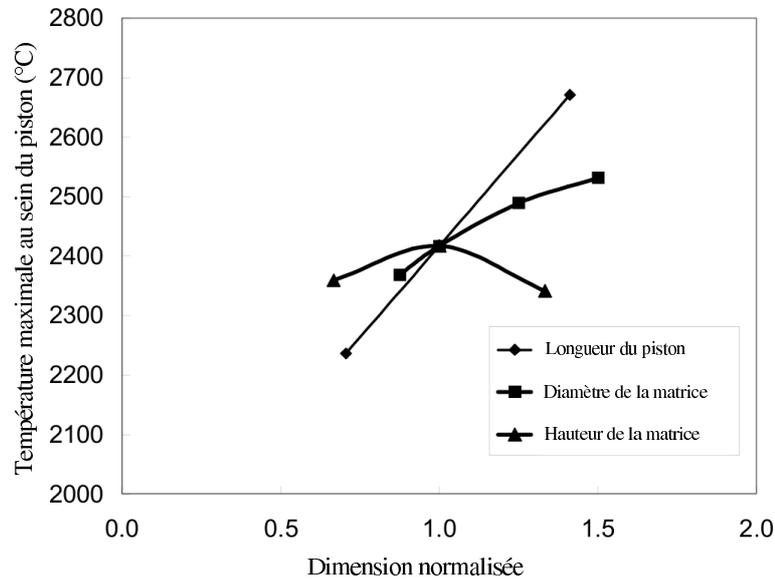


FIG. 1.25 – Influence de la géométrie sur la température maximale dans le piston (McWilliam *et al.*, 2006).

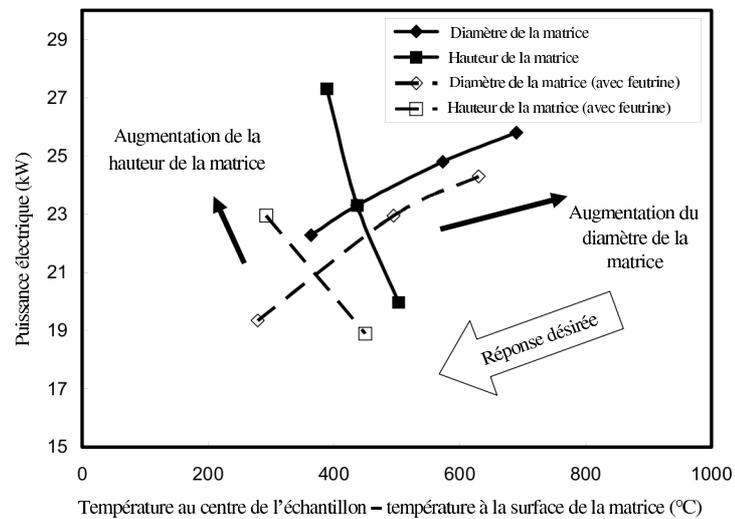


FIG. 1.26 – Influence des dimensions de la matrice sur la puissance électrique consommée. L'ajout d'une feutrine autour de la matrice limite les pertes par rayonnement diminuant ainsi la puissance électrique et les gradients de température dans le procédé (McWilliam *et al.*, 2006).

Cette étude a confirmé les travaux de Matsugi *et al.* (2003b) et a montré l'influence de la géométrie sur la température mais surtout sur la consommation électrique du système.

Comme dans de nombreux modèles thermo-électriques, les auteurs se limitent à l'observation des champs de température, de densité de courant. L'ensemble de ces études interprète les conditions d'élaboration du matériau à travers la température alors que la pression appliquée joue également un rôle important. Un couplage complet incluant la partie mécanique du procédé est alors nécessaire.

### 1.4.2 Approche thermo-électro-mécanique

C'est dans la seconde moitié des années 2000, que les travaux numériques, abordant le comportement mécanique du système, ont commencé à faire leurs apparitions. Des couplages thermique-électrique-mécanique ont été développés pour une simulation complète du procédé. Cependant, la modélisation de la densification de l'échantillon reste délicate.

Wang *et al.* (2007) ont commencé à étudier le comportement de l'assemblage en considérant l'échantillon comme un matériau élastique dense. Une pression de  $8,72\text{MPa}$  est appliquée sur l'électrode supérieure (environ  $140\text{MPa}$  appliquée sur l'échantillon). Puisque cette pression est suffisamment importante, les résistances de contact ont été négligées. Deux échantillons sont étudiés : un cuivre et une alumine. La dilatation thermique des différents matériaux est considérée. La simulation montre que la température est relativement homogène dans les deux échantillons. Cependant la distribution des contraintes diffère suivant la dilatation des matériaux comme le montre la Figure 1.27. L'alumine se dilate autant que le graphite et subit peu de déformation radiale. La contrainte axiale est uniforme et sa composante radiale est quasi nulle. En revanche, le cuivre (coefficient de dilatation linéaire à  $20^\circ\text{C}$  :  $\alpha = 16,2 \cdot 10^{-6} \text{C}^{-1}$ , voir (Perry *et al.*, 1984) se dilate beaucoup plus que l'alumine ( $\alpha = 8 \cdot 10^{-6} \text{C}^{-1}$  à  $20^\circ\text{C}$ ) impliquant un état de contrainte plus complexe dans l'échantillon. La contrainte axiale est plus hétérogène et sa contrainte radiale est non nulle. Les au-

teurs montrent également que les contraintes maximales sont localisées dans les pistons au niveau des entretoises. D'ailleurs une photographie montre un endommagement sévère du piston à cet endroit (voir Fig.1.28). Malgré une étude limitée par la prise en compte du comportement uniquement élastique de l'échantillon, ces travaux notent que la valeur moyenne de pression habituellement considérée (Force appliquée sur l'électrode divisée par la section du piston) dans les travaux expérimentaux n'est pas indicative de l'état de contrainte réel dans le matériau.

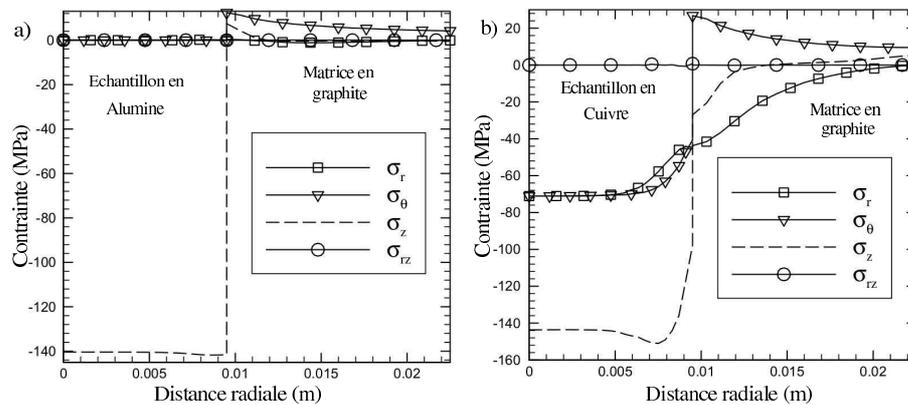


FIG. 1.27 – Répartition des contraintes dans un échantillon d'alumine et de cuivre. Le matériau est considéré comme élastique dense. La répartition des contraintes diffère suivant le coefficient de dilatation des matériaux (Wang *et al.*, 2007).

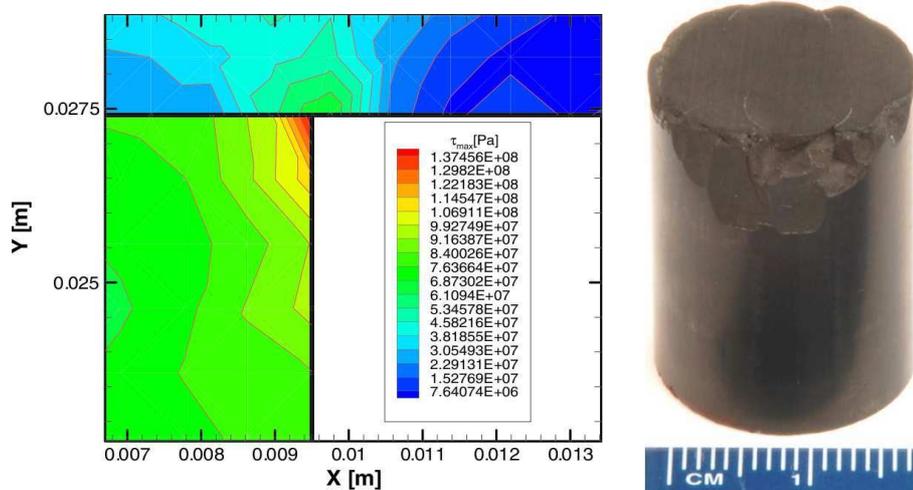


FIG. 1.28 – Concentration de contrainte dans le piston à proximité de l'entretoise. Un endommagement du piston est constaté dans cette zone (Wang *et al.*, 2007).

Plus tard, en 2010, d'autres chercheurs (Wang *et al.*, 2010) ont adopté un modèle couplé similaire en intégrant la cinématique réelle des pistons durant l'élaboration d'une alumine. Les propriétés physiques de ce matériau électriquement isolant dépendent de la porosité. L'échantillon a un comportement élastique avec prise en compte de l'effet de la porosité. Les auteurs ont réalisé différentes études paramétriques sur les dimensions de l'outillage et sur les rampes de température afin d'évaluer les effets sur les champs de température et de contrainte au sein de l'échantillon. À la différence de l'étude de McWilliam *et al.* (2006) en ce qui concerne les dimensions de l'outillage, il est difficile de conclure sur les travaux de Wang *et al.* (2010). Car contrairement à McWilliam *et al.* (2006), toutes les dimensions des pièces changent d'un montage à l'autre. Cependant, il semble que la température soit plus importante dans l'échantillon pour un montage plus massif avec une même température en surface du moule. Cependant il est intéressant de remarquer que l'effet de la vitesse de montée en température diffère peu selon les montages. De manière générale, lors d'une rapide montée en température, les gradients de température sont plus importants dans l'échantillon comme Wang *et al.* (2003) l'avaient d'ailleurs constaté. Concernant l'état de contrainte

dans la poudre, celui-ci est similaire à celui trouvé par Wang *et al.* (2007) dans le cas d'une alumine. Les auteurs n'ont trouvé aucun effet significatif de la vitesse de montée en température ni de la taille du montage sur l'état de contrainte dans la poudre.

Ces travaux précédents se limitent à considérer un comportement élastique linéaire dense ou poreux de l'échantillon. Cependant, la densification de l'échantillon est réalisée par différents mécanismes complexes dont certains pourraient intervenir uniquement dans le procédé « Frittage Flash » (e.g. l'électromigration). Il convient alors de bien modéliser les différents mécanismes avant de proposer un comportement pertinent du matériau poreux pendant l'élaboration.

McWilliam (2008) propose une simulation thermo-électro-mécanique de l'ensemble du procédé avec le logiciel ABAQUS. Le calcul est mené de manière séquentielle et itérative en passant du module thermo-électrique au module mécanique. La densification est simulée à partir d'une loi tridimensionnelle incorporant les effets induits par la thermo-élasticité, le frittage naturel (libre de contrainte) et le fluage viscoplastique des particules. Ainsi la vitesse de déformation totale est la somme de ces trois contributions (thermo-élastique, frittage naturel et viscoplasticité). La vitesse de déformation issue du frittage naturel est représentée par un tenseur sphérique dont la composante est donnée par une loi empirique formulée par Gillia et Bouvard (2000) pour un carbure de tungstène. Les vitesses de déformation viscoplastique sont formulées par une loi linéaire en contraintes et la viscosité dépend de la porosité. L'auteur compare les résultats issus de son modèle thermo-électrique avec ceux de son modèle couplé pour évaluer les effets de la densification sur le champ de température. Dans le modèle thermo-électrique, l'échantillon est considéré comme dense alors que dans le modèle couplé, le comportement de l'échantillon dépend de la porosité. Il a observé des différences de température plus importantes dans le modèle couplé entre le centre et le bord de l'échantillon comme le montre la Figure 1.29. À l'instant où le matériau se densifie

( $t \approx 650s$ ), l'écart de température est maximal et atteint un pic de  $100^{\circ}C$  alors qu'au même moment cette différence est de  $35^{\circ}C$  dans le modèle thermo-électrique. En fin de densification, l'écart de température est identique pour les deux modèles. Dans le modèle couplé, McWilliam (2008) souligne que la pression n'est plus uniforme durant la densification. L'état de contrainte dépend des différences de vitesse de densification locale et du champ de température non uniforme. Il observe une pression plus importante au bord de l'échantillon avec une température plus chaude au centre. L'auteur souligne également, que le mouvement du piston supérieur, durant le retrait du matériau induit une dissymétrie du procédé car la matrice est bloquée sur le piston inférieur.

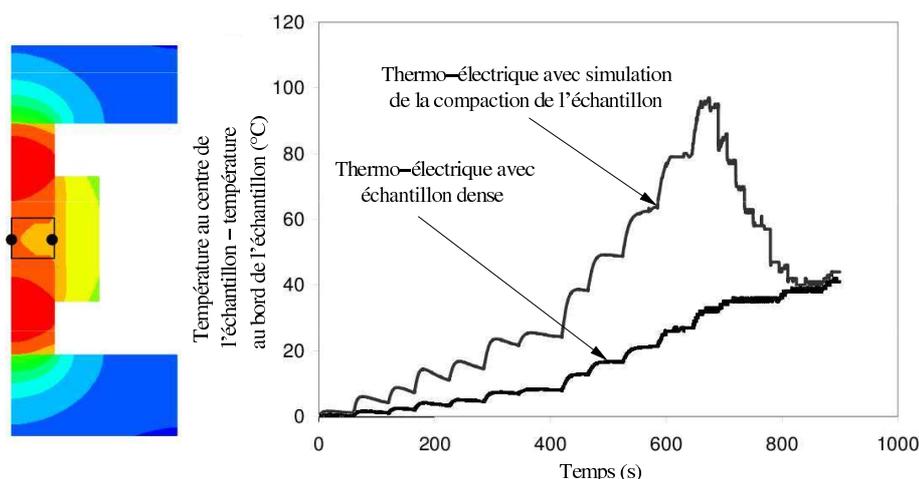


FIG. 1.29 – Des différences de température dans un échantillon de carbure de tungstène (WC-Co) obtenues par la simulation thermo-électrique avec et sans prise en compte de la densification du matériau (McWilliam, 2008).

Cette étude intègre complètement les trois physiques mises en jeu dans le procédé (thermique, électrique, mécanique). Néanmoins, le modèle mécanique est très empirique et le comportement viscoplastique est supposé linéaire (comportement Newtonien).

En 2010, Mondalek *et al.* (2010) et Mondalek *et al.* (2011) proposent de modéliser la compaction de l'échantillon en utilisant une loi viscoplastique non linéaire pour les matériaux

poreux proposés par Abouaf et Chenot (1986). Cette loi est très utilisée pour simuler la densification des poudres métalliques dans les procédés conventionnels de compaction à chaud. Cette formulation est intégrée dans le logiciel CimLib. L'ensemble du dispositif « Frittage Flash » est considéré comme un bloc monolithique. Il est modélisé avec un seul maillage. Les différentes pièces qui constituent le dispositif « Frittage Flash » sont identifiées au travers de l'introduction de lignes de niveau (levelset). Le couplage n'étant pas encore réalisé, l'auteur présente séparément les résultats issus du couplage thermo-électrique et ceux de la mécanique. Concernant la partie thermo-électrique, les champs de température et de densité de courant sont similaires à ceux trouvés dans la littérature pour un échantillon cylindrique. Dans la partie mécanique, les résultats présentés concernent un échantillon cylindrique en forme de T schématisé en Figure 1.30. L'auteur constate que pour des hautes températures, la pression au sein du matériau diminue puisque qu'il subit un adoucissement thermique. De plus, comme le montre la Figure 1.30, les parties extrêmes dans la direction radiale de l'échantillon (en c), sont soumises à de plus fortes pressions impliquant une plus grande densité. Ces travaux montrent que la géométrie de l'éprouvette induit des hétérogénéités de porosité. German (1999) avait déjà mentionné dans son livre, une distribution de porosité similaire pour ce type de géométrie. Son origine est induite par les deux hauteurs  $h_1$  et  $h_2$  impliquées dans la pièce en T. Initialement, German (1999) et Mondalek *et al.* (2011) ont considéré une distribution homogène de la densité de la poudre. Durant la compaction, l'échantillon subit le même retrait impliquant des gradients de déformation différents dans celui-ci puisqu'il présente une géométrie complexe. Ainsi, dans la partie où la hauteur de la pièce est la moins importante, sa densité est la plus élevée puisque sa déformation viscoplastique est plus grande. Il est bon de noter que ce problème est indépendant du procédé de compaction à chaud. La solution adoptée par les industriels est la division du piston en deux parties afin

d'imposer différents retraits pour obtenir une porosité homogène dans l'échantillon.

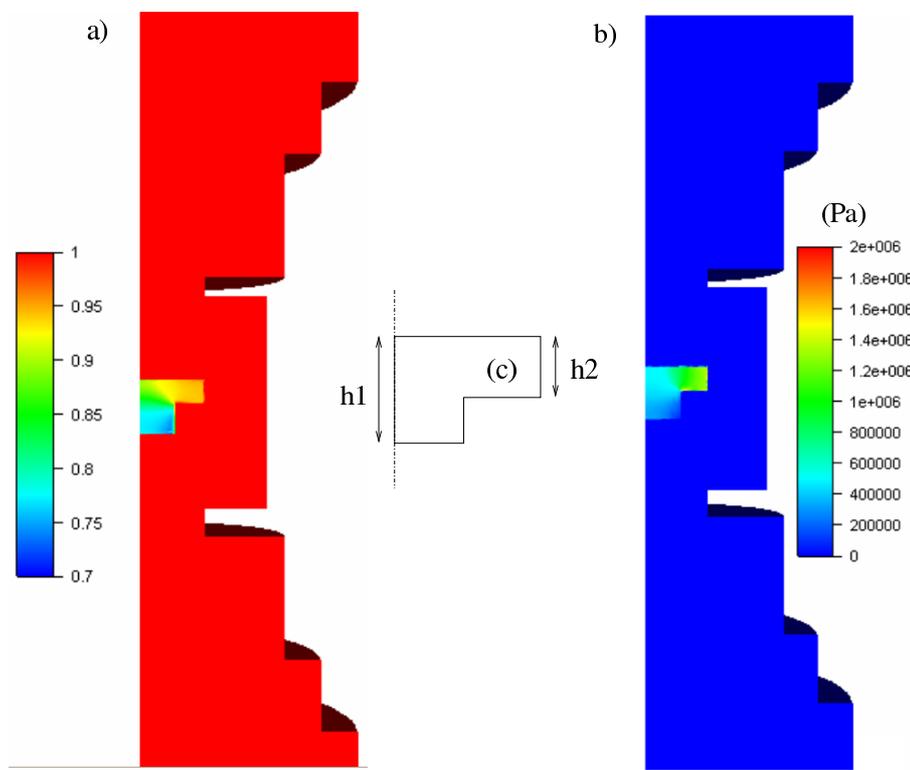


FIG. 1.30 – Distribution de la densité a) et de la pression b) en fin cycle (Mondalek *et al.*, 2011).

## 1.5 Conclusion

Le « Frittage Flash » reçoit actuellement un fort intérêt dans la communauté de la métallurgie des poudres puisqu'il permet l'élaboration de composants en quelques minutes limitant ainsi le grossissement des grains du matériau. Ce dernier aspect permet aux élaborateurs de réaliser des matériaux nanostructurés. Ce procédé utilise un fort courant électrique continu pulsé qui traverse le système et génère, par effet Joule, de rapides montées en température diminuant ainsi le temps de densification. Cependant, des hétérogénéités dans la microstructure des échantillons ont été constatées et proviennent, entre autres, d'un

champ de température non homogène. Afin d'évaluer l'hétérogénéité des champs physiques pouvant intervenir dans le système, les travaux de la littérature se sont orientés vers la modélisation numérique.

L'état de l'art proposé dans ce mémoire a révélé deux grandes étapes dans l'histoire de la modélisation du procédé : la simulation de la partie thermo-électrique du système suivi de l'intégration d'un modèle de compaction de l'échantillon dans une modélisation thermique-électrique-mécanique.

Dans les travaux thermo-électriques, les chercheurs se sont intéressés à évaluer l'influence de la géométrie et des propriétés électriques et thermiques de l'échantillon et de l'outillage sur le champ de température. Il est ressorti de ces études, que les hautes montées en température accentuent les gradients de température car les différentes pièces du procédé chauffent plus ou moins rapidement. Les pistons sont les parties les plus chaudes du système. La génération de chaleur dans l'échantillon due à l'effet Joule est faible pour un matériau très conducteur et quasi nulle pour un matériau électriquement isolant. Ceci s'explique par une faible résistivité électrique par comparaison à celle de l'outillage ou à une absence de courant, respectivement. Le chauffage de l'échantillon se réalise essentiellement via les pistons et la matrice pour un isolant et par les pistons pour un conducteur. Tout au long du cycle, la température au centre d'un échantillon conducteur est toujours plus chaude que sur son bord latéral. En revanche, concernant l'échantillon isolant, son bord, en contact avec la matrice, est la partie la plus chaude. Néanmoins, quand les pertes par rayonnement du moule deviennent importantes, la température dans l'échantillon isolant tend à s'homogénéiser (pour le nitrure de bore (Wang *et al.*, 2003)) ou à s'inverser (pour la zircone (Vanmeensel *et al.*, 2005)). Ces pertes peuvent être limitées par l'ajout d'une feutrine autour de la matrice. Sa présence diminue les gradients de température dans l'échantillon et permet de réduire la consommation électrique du système. Afin de mieux approcher le champ réel

de température, les résistances de contact entre les pièces doivent être considérées. Néanmoins, pour des chargements uniaxiaux appliqués importants ( $\geq 50\text{MPa}$ ), les résistances de contact peuvent être négligées (Anselmi-Tamburini *et al.*, 2005).

Les études thermo-électrique-mécaniques ont révélé que si le matériau est considéré comme élastique (dense ou poreux), la contrainte uniaxiale calculée dans les travaux expérimentaux (Force appliquée sur l'électrode divisée par la section du piston) n'est pas représentative de l'état de contrainte dans l'échantillon. En effet, ce dernier dépend des différentes interactions entre la matrice, les pistons et l'échantillon et cela est contrôlé par leur coefficient d'expansion thermique respectif. Cependant, l'intégration d'une loi de compaction plus représentative du comportement du matériau poreux se révèle plus délicate. La connaissance des mécanismes intervenant dans l'élaboration du matériau est encore discutée et les modèles proposés pour les décrire font intervenir un certain nombre de paramètres à identifier. Toutefois, on note que les simulations utilisent, pour le moment, des lois de compaction destinées aux procédés conventionnels de mise en forme à chaud.

L'analyse de la littérature a montré que la simulation thermo-électrique n'est pas suffisante pour modéliser le procédé très finement. Des divergences entre les champs de température peuvent être obtenues durant la densification du matériau. Le déplacement du piston supérieur modifie la symétrie du système et conduit à des gradients de température asymétriques dans l'échantillon. Ainsi, l'analyse du champ de température à elle seule n'est pas suffisante pour prédire une carte de densification dans l'échantillon. Les contraintes comme la température influencent la vitesse de densification.

Il est difficile d'évaluer la robustesse des modélisations présentées dans la littérature malgré des travaux exposant de bonnes corrélations avec l'expérience. Leurs données d'entrées (conditions aux limites, propriétés physiques) ne sont pas toutes mentionnées ou/et justifiées. Par exemple, les conditions aux limites en température pour simuler le refroidissement

du système, imposent dans certains travaux, une température de  $25^{\circ}\text{C}$  aux extrémités de l'assemblage. Cependant, l'assemblage est souvent différent d'un montage à l'autre. Anselmi-Tamburini *et al.* (2005) ont représenté l'ensemble comprenant les électrodes alors que Tiwari *et al.* (2009) l'ont modélisé jusqu'aux électrodes. Suivant ces assemblages, il est possible que la température de  $25^{\circ}\text{C}$  imposée à l'extrémité diffère de la température réelle. De plus, celle-ci pourrait varier durant le cycle et conduirait, dans les simulations, à une modification non négligeable du champ de température. Dans les travaux prenant en compte les résistances de contact, certains auteurs (Vanmeensel *et al.* (2005), Maizza *et al.* (2009)) proposent de déterminer leurs propriétés en ajustant la température réelle à celle calculée dans leur simulation. Cependant cette procédure peut se révéler périlleuse notamment si les conditions aux limites en température sont mal définies. Sur l'ensemble des travaux présentés dans cette partie, il nous est impossible de reproduire les résultats numériques car ils manquent souvent des données nécessaires à la modélisation. Comme souligné dans (Orri *et al.*, 2009), la qualité des résultats de ces modèles dépend fortement des hypothèses simplificatrices posées par les modélisateurs. Dans la suite, on proposera de présenter l'ensemble des données nécessaires pour réaliser une simulation thermo-électrique-mécanique du procédé. Il conviendra, dans une première partie, de bien définir le comportement du matériau poreux. Pour cela, nous nous appuierons sur des approches micromécaniques de la littérature. L'établissement du modèle de comportement fait l'objet de la deuxième partie de ce manuscrit.



## **Chapitre 2**

# **MODELISATION DU COMPORTEMENT DES MATERIAUX POREUX**

### **2.1 Introduction**

Le but de notre étude est de modéliser par une simulation thermo-électro-mécanique à l'aide du logiciel ABAQUS le procédé «Frittage Flash» afin d'évaluer l'influence des grandeurs physiques participant à la densification du matériau. Ce chapitre est consacré à l'élaboration d'un modèle de comportement mécanique pour simuler la compaction d'un matériau poreux. Dans une première partie, une nouvelle approche est proposée pour modéliser l'ensemble des stades 1 (où la porosité est connectée) et 2 (où la porosité est isolée) de densification. Le modèle se base sur les approches micromécaniques de la littérature : Cocks (1989), Ponte-Castaneda (1991), Duva et Crow (1992) et Sofronis et McMeeking (1992). Ces modèles, valides pour le dernier stade de la densification où les vides sont isolés dans une matrice, sont étendus pour simuler le premier stade de densification. Nous proposons de

modifier le potentiel viscoplastique en changeant les dépendances en porosité de manière heuristique. De nouveaux paramètres sont introduits, mais la structure des modèles originaux reste néanmoins inchangée. Les paramètres peuvent être identifiés par des essais de compression simple, de compaction isostatique à chaud ou de compaction à chaud. L'identification, est détaillée dans cette section.

## 2.2 Comportement du matériau poreux

### 2.2.1 Principe de la modélisation micromécanique

Nous considérons un volume élémentaire représentatif (VER) d'un milieu poreux soumis à une vitesse de déformation totale  $\underline{D}$  homogène à la frontière. Le milieu poreux est constitué de vides (fraction volumique  $\theta$ ) et d'une matrice. Le comportement de la matrice est considéré isotrope thermo-élasto-viscoplastique. Le comportement effectif du milieu poreux sera lui aussi thermo-élasto-viscoplastique.

Le tenseur de vitesse de déformation totale  $\underline{D}$  appliqué aux frontières du VER peut être décomposé en plusieurs tenseurs de vitesse de déformation élastique  $\underline{D}^e$ , thermique  $\underline{D}^{th}$  et viscoplastique  $\underline{D}^{vp}$  :

$$\underline{D} = \underline{D}^e + \underline{D}^{th} + \underline{D}^{vp} \quad (2.1)$$

Durant la densification, les contributions élastique et thermique seront modérées de sorte que la déformation totale est principalement accommodée par la viscoplasticité. Néanmoins, les parties élastique, thermique et viscoplastique sont incluses dans la modélisation que nous proposons.

### 2.2.1.1 Contribution thermique

En raison de l'isotropie du matériau de la matrice, la vitesse de déformation d'origine thermique est reliée à la variation de la température par :

$$\underline{D}^{th} = \frac{\partial \alpha(\theta, T)}{\partial \theta} (T - T_r) \dot{\theta} \underline{I} + \left( \frac{\partial \alpha(\theta, T)}{\partial T} (T - T_r) + \alpha(\theta, T) \right) \dot{T} \underline{I} \quad (2.2)$$

Où  $\dot{T}$  est la dérivée partielle de la température par rapport au temps.  $\underline{I}$  est le tenseur identité du second ordre.  $\alpha(\theta, T)$  est le coefficient de dilatation thermique du milieu poreux et  $T_r$  est la température de référence (293K). La définition ci-dessus de la vitesse de déformation thermique est cohérente avec l'expression de la déformation thermique  $\underline{\epsilon}^{th} = \alpha(\theta, T)(T - T_r)\underline{I}$ . On peut noter, pour un matériau dense, que si le coefficient de dilatation thermique est indépendant de la température et de la porosité, l'équation (2.2) se réduit à cette simple relation :

$$\underline{D}^{th} = \alpha \dot{T} \underline{I} \quad (2.3)$$

En considérant l'homogénéisation d'un matériau à deux phases (matrice + vide) isotrope et en appliquant le principe de la thermo-élasticité de Levin (1967), on peut calculer l'évolution du coefficient de dilatation thermique du milieu biphasé  $\alpha(\theta, T)$  en fonction de la porosité  $\theta$ . D'après le théorème de Levin, le tenseur des coefficients de dilatation thermique d'un milieu homogénéisé s'écrit :

$$\underline{\alpha}^{hom} = \langle \underline{B} : \underline{\alpha} \rangle \quad (2.4)$$

où l'opérateur  $\langle . \rangle$  représente la moyenne volumique de la quantité « . ».  $\underline{B}$  est le tenseur de localisation en contrainte d'ordre 4 dépendant de la microstructure du matériau.  $\underline{B}$  a comme propriété :

$$\langle \underline{B} \rangle = \langle \underline{B} \rangle = \underline{I} \quad (2.5)$$

où  $\underline{\underline{I}}$  est le tenseur identité d'ordre 4. Dans la relation (2.4),  $\underline{\underline{\alpha}}$  est le tenseur des coefficients de dilatation thermique locaux. Le tenseur des complaisances élastiques homogénéisées s'écrit également :

$$\underline{\underline{S}}^{hom} = \langle \underline{\underline{tB}} : \underline{\underline{s}} \rangle \quad (2.6)$$

avec  $\underline{\underline{s}}$  le tenseur des complaisances élastiques locales. Pour un milieu biphasé,  $\underline{\underline{\alpha}}^{hom}$  s'écrit :

$$\underline{\underline{\alpha}}^{hom} = \underline{\underline{tB}}_1 : \underline{\underline{\alpha}}_1(1-f) + \underline{\underline{tB}}_2 : \underline{\underline{\alpha}}_2 f \quad (2.7)$$

avec  $f$  la fraction volumique de la phase 2. Le tenseur des complaisances effectives s'écrit de même :

$$\underline{\underline{S}}^{hom} = \underline{\underline{s}}_1 : \underline{\underline{B}}_1(1-f) + \underline{\underline{s}}_2 : \underline{\underline{B}}_2 f \quad (2.8)$$

Par ailleurs, de par l'équation (2.5), on a les relations suivantes :

$$\langle \underline{\underline{tB}} \rangle = \langle \underline{\underline{B}} \rangle = \underline{\underline{tB}}_1(1-f) + \underline{\underline{tB}}_2 f = \underline{\underline{B}}_1(1-f) + \underline{\underline{B}}_2 f = \underline{\underline{I}} \quad (2.9)$$

À partir de (2.9) on peut exprimer (2.7) et (2.8) en fonction soit de  $\underline{\underline{B}}_1$  ou de  $\underline{\underline{B}}_2$ . À titre d'exemple,  $\underline{\underline{\alpha}}^{hom}$  et  $\underline{\underline{S}}^{hom}$  s'écrivent en fonction de  $\underline{\underline{B}}_2$  :

$$\underline{\underline{\alpha}}^{hom} = \underline{\underline{\alpha}}_1 + f \underline{\underline{tB}}_2 : (\underline{\underline{\alpha}}_2 - \underline{\underline{\alpha}}_1) \quad (2.10)$$

et

$$\underline{\underline{S}}^{hom} = \underline{\underline{s}}_1 + f (\underline{\underline{s}}_2 - \underline{\underline{s}}_1) : \underline{\underline{B}}_2 \quad (2.11)$$

en combinant (2.10) et (2.11) on obtient :

$$\underline{\underline{\alpha}}^{hom} = \underline{\underline{\alpha}}_1 + \left( \underline{\underline{S}}^{hom} - \underline{\underline{s}}_1 \right) : \left( \underline{\underline{s}}_2 - \underline{\underline{s}}_1 \right)^{-1} (\underline{\underline{\alpha}}_2 - \underline{\underline{\alpha}}_1) \quad (2.12)$$

ou plus généralement :

$$\underline{\alpha}^{hom} = \langle \underline{\alpha} \rangle + \left( \underline{S}^{hom} - \langle \underline{s} \rangle \right) : \left( \underline{s}_2 - \underline{s}_1 \right)^{-1} (\alpha_2 - \alpha_1) \quad (2.13)$$

Le comportement de chacune des phases est supposé isotrope, il en est de même pour le comportement effectif. Aussi les tenseurs des coefficients de dilatation thermique et des complaisances pour la phase  $i$  s'écrivent :

$$\underline{\alpha}_i = \alpha_i \underline{I} \quad (2.14)$$

$$\underline{s}_i = \frac{1}{2G_i} \underline{K} + \frac{1}{3K_i} \underline{J} \quad (2.15)$$

avec

$$K_{ijkl} = \frac{1}{2} (\delta_{ik}\delta_{jl} + \delta_{il}\delta_{jk}) \quad \text{et} \quad J_{ijkl} = \frac{1}{3} (\delta_{ij}\delta_{kl}) \quad (2.16)$$

La notation indicielle est utilisée (convention d'Einstein) et  $\delta_{ij}$  est le symbole de Kronecker ( $\delta_{ij} = 1$  si  $i = j$ , sinon  $\delta_{ij} = 0$ ).  $G_i$  et  $K_i$  représentent les modules de cisaillement et de compressibilité de la phase  $i$ , respectivement. Les tenseurs des coefficients de dilatation thermique et de complaisance homogénéisés s'expriment alors :

$$\underline{\alpha}^{hom} = \alpha^{hom} \underline{I} \quad (2.17)$$

$$\underline{S}^{hom} = \frac{1}{2G_{hom}} \underline{K} + \frac{1}{3K_{hom}} \underline{J} \quad (2.18)$$

$K_{hom}$  et  $G_{hom}$  peuvent avoir plusieurs expressions suivant la microstructure du biphasé. Nous reviendrons sur les expressions retenues plus tard dans le manuscrit. En injectant (2.18) et (2.15) dans (2.13),  $\alpha^{hom}$  de l'équation (2.17) s'exprime alors :

$$\alpha^{hom} = \alpha_1(1 - f) + \alpha_2 f + \frac{\frac{1}{K_{hom}} - \left( \frac{1-f}{K_1} + \frac{f}{K_2} \right)}{\frac{1}{K_1} + \frac{1}{K_2}} (\alpha_2 - \alpha_1) \quad (2.19)$$

Dans le cas où les phases 1 et 2 représentent la matrice et le vide, respectivement, alors  $\alpha_2 = 0$ ;  $K_2 = 0$  et  $f = \theta$ . L'équation (2.19) s'écrit alors :

$$\lim_{\alpha_2; K_2 \rightarrow 0} \alpha^{hom} = \alpha_1(1 - \theta) + \frac{-\frac{\theta}{K_2}}{\frac{1}{K_2}} (-\alpha_1) = \alpha_1 \quad (2.20)$$

Ainsi le coefficient de dilatation effectif est exactement celui de la matrice seule. Dans la suite il sera noté  $\alpha_o(T)$ . La dépendance en température du coefficient de dilatation de la matrice sera prise en compte.

### 2.2.1.2 Contribution élastique

Le comportement élastique du matériau poreux est modélisé par la loi de Hooke incrémentale, voir (Du et Cocks, 1992), (Becker, 2002) ou (Czarnota *et al.*, 2008). En élasticité linéaire isotrope, la dérivée objective du tenseur des contraintes de Cauchy  $\underline{\check{\Sigma}}$  peut être décomposée en des composantes déviatorique et sphérique :

$$\underline{\check{\Sigma}} = 2G\underline{D}^{e'} + \frac{\dot{G}}{G}\underline{S} \quad \text{et} \quad \dot{\Sigma}_m = 3K D_m^e + \frac{\dot{K}}{K}\Sigma_m \quad (2.21)$$

où  $G$  est le module de cisaillement actuel du matériau poreux et  $K$  est le module de compressibilité correspondant.  $\dot{G}$  et  $\dot{K}$  sont les dérivées particulières de  $G$  et  $K$ .  $\Sigma_m = \frac{1}{3}\text{tr}(\underline{\Sigma})$  représente la contrainte moyenne ou la pression (ici la pression est positive en traction et négative en compression).  $D_m^e = \frac{1}{3}\text{tr}(\underline{D}^e)$  est la vitesse de déformation élastique moyenne.  $\underline{D}^{e'}$ , resp.  $\underline{S}$ , est le déviateur du tenseur de vitesse de déformation élastique, resp. du tenseur des contraintes de Cauchy macroscopiques.

La présence de microvides dans le matériau affaiblit les propriétés élastiques de celui-ci, par rapport au matériau dense. De plus, l'évolution de la température durant le processus

de densification conduit à un adoucissement supplémentaire des modules élastiques. Dans notre approche,  $G$  et  $K$  sont reliés à la porosité et à la température, selon le modèle des sphères creuses proposé par Mackenzie (1958) et modifié par Johnson (1981) :

$$G(\theta, T) = G_o(T)(1 - \theta) \left( 1 - \frac{6K_o(T) + 12G_o(T)}{9K_o(T) + 8G_o(T)} \theta \right) \quad (2.22)$$

et

$$K(\theta, T) = K_o(T)(1 - \theta) \left( \frac{4G_o(T)}{3K_o(T)\theta + 4G_o(T)} \right) \quad (2.23)$$

$G_o(T)$  et  $K_o(T)$  représentent, respectivement, les modules de cisaillement et de compressibilité du matériau dense. Ces formules ont été initialement proposées pour un chargement isotherme. Nous les étendons à un chargement anisotherme en intégrant les dépendances en température de  $G_o(T)$  et  $K_o(T)$ .

### 2.2.1.3 Contribution viscoplastique

Dans ce mémoire, nous supposons que la plasticité durant la densification du matériau poreux s'opère principalement par un phénomène de fluage induit par la montée des dislocations. Pour une température élevée, le comportement viscoplastique de la matrice, supposé incompressible, non linéaire est décrit par un potentiel viscoplastique  $\psi(\underline{\sigma})$ . Ainsi, la vitesse de déformation viscoplastique  $\underline{d}^{vp}$  est obtenue par dérivation de ce potentiel :

$$\underline{d}^{vp} = \frac{\partial \psi(\underline{\sigma})}{\partial \underline{\sigma}} \quad (2.24)$$

avec

$$\psi(\underline{\sigma}) = \frac{A}{n+1} \sigma_{eq}^{n+1}(\underline{\sigma}) \quad (2.25)$$

$n = \frac{1}{m}$  est une constante matériau.  $m$  désigne la sensibilité à la vitesse de déformation.  $\sigma_{eq}(\underline{\sigma}) = \sqrt{\frac{3}{2}\underline{\underline{s}}}$  est la contrainte équivalente de von Mises et  $\underline{\underline{s}}$  est le tenseur des contraintes déviatoriques de Cauchy dans la matrice.  $A$  est un préfacteur relié à la température comme suit :

$$A = A_o \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2.26)$$

Avec  $R = 8,314 \text{ Jmol}^{-1} \text{ K}^{-1}$ ,  $Q$  est l'énergie d'activation,  $A_o$  est une constante du matériau. Le comportement viscoplastique homogénéisé est obtenu en utilisant une approche classique de la littérature. On peut se référer à Cocks (1989) pour plus de détails. Les principales étapes sont rappelées dans la suite. En opérant une moyenne sur le volume, le potentiel viscoplastique macroscopique  $\Psi(\underline{\Sigma})$  du corps poreux est obtenu :

$$\Psi(\underline{\Sigma}) = \frac{1}{V} \int_{V_m} \psi dV \quad (2.27)$$

$V$  est le volume total du volume élémentaire représentatif.  $V_m$  est le volume de la matrice seule. Suivant Hill (1967) ou Duva et Hutchinson (1984), la vitesse de déformation plastique macroscopique est obtenue par dérivation de l'Eq. (2.27) :

$$\underline{D}^{vp} = \frac{\partial \Psi(\underline{\Sigma})}{\partial \underline{\Sigma}} \quad (2.28)$$

En adoptant des champs virtuels en contrainte ou en vitesse (voir Cocks (1989) par exemple) l'expression de  $\Psi(\underline{\Sigma})$  peut être obtenue. Dans la suite, nous adoptons une expression approchée du potentiel effectif :

$$\Psi(\underline{\Sigma}) = \frac{A}{n+1} \Phi^{n+1} \quad (2.29)$$

Où  $\Phi(\underline{\Sigma})$  est une contrainte équivalente elliptique définie ci-dessous :

$$\Phi^2(\underline{\Sigma}) = 9f(\theta)\Sigma_m^2 + c(\theta)\Sigma_e^2 \quad (2.30)$$

Ainsi, l'équation (2.28) s'écrit :

$$\underline{D}^{vp} = A\Phi^n \frac{\partial\Phi(\underline{\Sigma})}{\partial\underline{\Sigma}} = A\Phi^{n-1} \frac{1}{2} \left( 9f \frac{\partial\Sigma_m^2}{\partial\underline{\Sigma}} + c \frac{\partial\Sigma_e^2}{\partial\underline{\Sigma}} \right) \quad (2.31)$$

où

$$\frac{\partial\Sigma_m^2}{\partial\underline{\Sigma}} = \frac{2}{3}\Sigma_m \underline{I} \quad \text{et} \quad \frac{\partial\Sigma_e^2}{\partial\underline{\Sigma}} = 3\underline{S} \quad (2.32)$$

Ainsi l'expression  $\underline{D}^{vp}$  devient :

$$\underline{D}^{vp} = A\Phi^{n-1} \left( 3f\Sigma_m \underline{I} + c\frac{3}{2}\underline{S} \right) \quad (2.33)$$

où  $\Sigma_e = \sqrt{\frac{3}{2}\underline{S}} : \underline{S}$  représente la contrainte de von Mises macroscopique. La contrainte équivalente elliptique dépend de deux invariants  $\Sigma_m$ ,  $\Sigma_e$  et de la porosité. La porosité est introduite via les termes  $f$  et  $c$  qui peuvent avoir différentes expressions mathématiques en raison des différentes approches de la littérature, voir Table 2.1 pour les modèles développés par Cocks (1989), Ponte-Castaneda (1991), Duva et Crow (1992) et Sofronis et McMeeking (1992).

| Modèles                      | $f(\theta)$   | $c(\theta)$   |
|------------------------------|---|---|
| Cocks (1989)                 | $\frac{1}{2} \frac{n}{n+1} \frac{\theta}{\theta+1} (1-\theta)^{-\frac{2n}{n+1}}$              | $(1 + \frac{2}{3}\theta) (1-\theta)^{-\frac{2n}{n+1}}$    |
| Ponte-Castaneda (1991)       | $\frac{1}{4}\theta (1-\theta)^{-\frac{2n}{n+1}}$  |   |
| Duva et Crow (1992)          | $\left(\frac{n\theta}{(1-\theta^{1/n})^n}\right)^{\frac{2}{n+1}} \left(\frac{1}{2n}\right)^2$ | $\left(\frac{1+\theta}{1-\theta}\right)^{\frac{2n}{n+1}}$ |
| Sofronis et McMeeking (1992) |   |   |

TAB. 2.1 – Expression des termes  $f$  et  $c$  dépendant de la porosité pour différentes approches de la littérature, (Cocks, 1989), (Ponte-Castaneda, 1991), (Duva et Crow, 1992) et (Sofronis et McMeeking, 1992).

On peut observer que ces modèles dépendent d'un seul paramètre  $n$ , qui intervient dans le potentiel viscoplastique. Dans la littérature, le modèle d'Abouaf et Chenot (1986) est très souvent utilisé. Il a une formulation similaire aux modèles micromécaniques à l'exception faite des termes  $f$  et  $c$  qui sont définis de manière *ad hoc* par confrontation avec l'expérience. La Table 2.2 présente les formulations proposées par Nicolle (1999) pour le bore et pour Geindreau *et al.* (1999a) le plomb.

| Modèles  | $f(\theta)$  | $c(\theta)$   |
|--|--|---|
| Abouaf et Chenot (1986) :                            |  |   |
| -pour le bore, voir Nicolle (1999)                   | $4,5\theta \left(\frac{\theta}{0,4-\theta}\right)^{1,8} + 1,25(0,4-\theta) \left(\frac{\theta}{0,4-\theta}\right)^{0,5}$ | $\exp 25.\theta^{1,5}$                                    |
| -pour le plomb, voir Geindreau <i>et al.</i> (1999a) | $0,185 \left(\frac{\theta}{0,43-\theta}\right)^{1,168}$  | $1 + 21,5 \left(\frac{\theta}{0,43-\theta}\right)^{1,25}$ |

TAB. 2.2 – Expression des termes  $f$  et  $c$  dépendant de la porosité pour différents matériaux, (Abouaf et Chenot, 1986), (Nicolle, 1999) et (Geindreau *et al.*, 1999a),

On constate donc que les expressions de  $f$  et  $c$  sont différentes pour chaque matériau. Néanmoins, dans la littérature, on note une tendance à utiliser souvent les formes  $f$  et  $c$  suivantes pour le modèle d'Abouaf et Chenot (1986) :

$$f(\theta) = a_1 \left( \frac{\theta/\theta_o}{1 - \theta/\theta_o} \right)^{b_1} \quad (2.34)$$

et

$$c(\theta) = 1 + a_2 \left( \frac{\theta/\theta_o}{1 - \theta/\theta_o} \right)^{b_2} \quad (2.35)$$

$a_1$ ,  $a_2$ ,  $b_1$  et  $b_2$  sont des paramètres d'ajustement.  $\theta_o$  correspond à la porosité d'un précompacté de poudre. Généralement,  $\theta_o$  est comprise entre 30% et 50% de porosité. D'après Nicolle (1999), pour le bore,  $\theta_o = 0,4$  et selon les courbes de densification de Geindreau *et al.* (1999a) pour le plomb,  $\theta_o = 0,43$ . Abouaf et Chenot (1986) ont proposé le modèle original en utilisant deux valeurs différentes de  $\theta_o$  pour les termes  $f$  et  $c$  définis par les équations (2.34) et (2.35). Pour des matériaux poreux ou des poudres précompactées avec une porosité proche de  $\theta_o$  sous un chargement mécanique externe, de très petites zones de contact entre les particules de poudre conduisent à d'importantes pressions de contact. Cet effet est bien décrit dans le modèle d'Abouaf et Chenot (1986) et ne l'est pas dans les modèles micromécaniques de la Table 2.1 pour lesquelles la porosité critique est  $\theta = 1$  au lieu de  $\theta_o$ . Dans le modèle d'Abouaf et Chenot (1986), quand  $\theta = \theta_o$ ,  $f$  et  $c$  atteignent une valeur infinie et la surface équipotentielle  $\Phi = \text{constante}$  se réduit à l'origine. Par conséquent, pour  $\theta = \theta_o$ , le matériau n'a plus de résistance mécanique. On peut également noter que pour  $\theta = 0$  (matériau dense), toutes les approches de la Table 2.1, conduisent à  $f = 0$  et  $c = 1$ . Par conséquent, la contrainte équivalente elliptique  $\Phi$  se réduit à la contrainte équivalente de von Mises. Ainsi, le potentiel viscoplastique, obtenu à partir de l'équation (2.25), est identique au potentiel viscoplastique d'un matériau dense. La Figure 2.1 présente une vue schématique de la con-

trainte elliptique ( $\Phi = 1$ ) dans le plan des contraintes moyenne  $\Sigma_m$  et équivalente  $\Sigma_e$ , pour différentes porosités. Quand  $\theta$  augmente, la courbe  $\Phi = 1$  converge vers l'origine. Les positions des états de contrainte de la compaction isostatique à chaud et de la compression uniaxiale apparaissant sur la Figure 2.1 seront discutées plus tard.

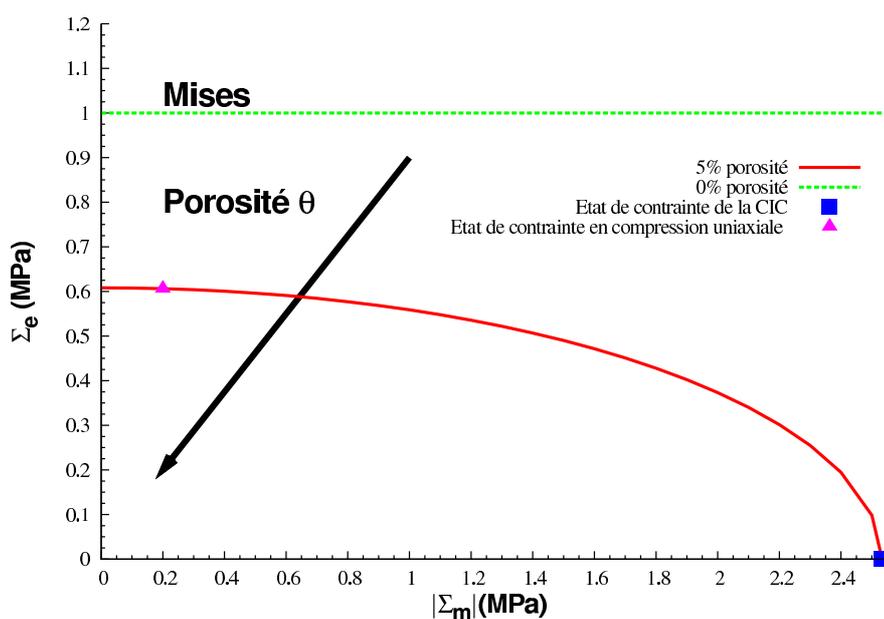


FIG. 2.1 – Forme de l'isovaleur  $\Phi = 1$  définie par l'équation (2.30) dans l'espace des contraintes  $\Sigma_m, \Sigma_e$ . Pour un matériau dense, la surface d'écoulement de von Mises est retrouvée. Lorsque la porosité augmente, la forme elliptique de  $\Phi$  est plus prononcée et converge vers l'origine. CIC : compaction isostatique à chaud.

Cette différence de comportement au niveau de  $\theta_o$  entre les approches micromécanique et phénoménologique induit de fortes conséquences dans la simulation des procédés de compaction à chaud. Dans la littérature, comme précédemment mentionné, les modèles micromécaniques sont dédiés au stade 2 de densification où  $0 < \theta < 0,1$ . Pour étendre leur validité jusqu'au stade 1, nous proposons, dans la suite, une modification empirique des modèles micromécaniques originaux.

## 2.2.2 Approche proposée

### 2.2.2.1 Modèles micromécaniques modifiés

Pour prendre en compte le comportement critique du milieu poreux pour  $\theta = \theta_o$ , une modification des précédents modèles de densification est proposée. La porosité  $\theta$  est remplacée dans la définition des fonctions  $f$  et  $c$  par deux nouvelles variables de porosité  $\theta_{nf}$  et  $\theta_{nc}$  définies par :

$$\theta_{nf} = \left( \frac{\theta}{\theta_o} \right)^\alpha \quad (2.36)$$

$$\theta_{nc} = \left( \frac{\theta}{\theta_o} \right)^\beta \quad (2.37)$$

$\alpha, \beta$  sont des paramètres ajustables. Ils seront identifiés par comparaison avec des essais de compression simple, de compaction isostatique à chaud ou de compaction à chaud.

À titre d'exemple, la formulation de Cocks modifié est définie par l'équation (2.33) où les termes  $f$  et  $c$  reliés à la porosité sont :

$$f(\theta) = \frac{1}{2} \frac{n}{n+1} \frac{\theta_{nf}}{\theta_{nf}+1} (1 - \theta_{nf})^{-\frac{2n}{n+1}} \quad ; \quad c(\theta) = \left( 1 + \frac{2}{3} \theta_{nc} \right) (1 - \theta_{nc})^{-\frac{2n}{n+1}} \quad (2.38)$$

Au travers de cette modification heuristique, une porosité critique  $\theta_o$  est introduite dans la formulation afin de traduire la perte de résistance du matériau poreux lorsque  $\theta = \theta_o$ . Les exposants  $\alpha$  et  $\beta$  offrent une flexibilité additionnelle pour décrire la façon dont la perte de résistance du matériau poreux se produit quand la porosité est proche de  $\theta_o$ . Comme il a été mentionné précédemment, le modèle d'Abouaf et Chenot (1986) possède par construction cette porosité critique. Ce n'est pas le cas des modèles micromécaniques originaux. La modification proposée est inspirée, dans un sens, par le travail de Tvergaard et Needleman (1984) qui ont introduit et proposé quelques paramètres additionnels dans le modèle de Gurson

pour mieux simuler la rapide dégradation de la résistance du matériau quand la coalescence de vides se produit à une porosité donnée.

### 2.2.2.2 Identification des paramètres matériaux

Dans l'approche proposée, les paramètres matériaux  $A$ ,  $n$ ,  $\theta_o$ ,  $\alpha$  et  $\beta$  doivent être identifiés. Pour un matériau donné, l'identification est réalisée en s'appuyant sur de simples essais mécaniques (essais de compression, compaction isostatique à chaud, compaction à chaud). Cette démarche est identique à la méthodologie proposée par Abouaf et Chenot (1986) pour déterminer les paramètres matériaux :  $A$ ,  $n$  et les paramètres existants dans la définition des fonctions  $f$  et  $c$ , voir les équations (2.34) et (2.35).

Dans le détail, les paramètres  $A$  et  $n$  de la loi de fluage sont identifiés par des essais de compression uniaxiale sur un matériau dense. Durant ces essais réalisés à des températures élevées ( $T$  comprise entre  $0,4T_f$  et  $0,8T_f$  avec  $T_f$  la température de fusion) et à des vitesses de déformation données, un état de contrainte stationnaire peut se développer au-delà d'une certaine déformation uniaxiale, comme l'illustre la Figure 2.2 pour le plomb.

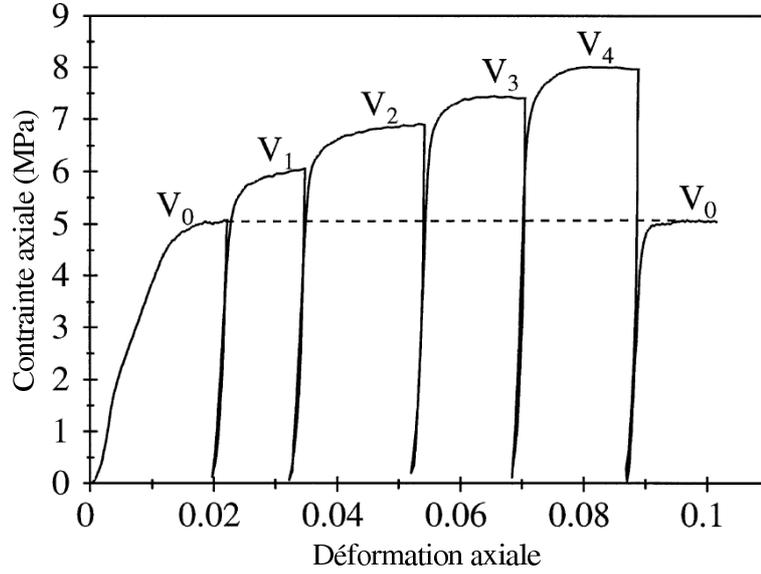


FIG. 2.2 – Courbes contrainte-déformation lors des essais de compression sur des échantillons denses de plomb pour différentes vitesses de déformation ( $V_0 = 5 * 10^{-6} s^{-1}$ ,  $V_1 = 2,8 * 10^{-5} s^{-1}$ ,  $V_2 = 9,3 * 10^{-5} s^{-1}$ ,  $V_3 = 2,78 * 10^{-4} s^{-1}$  et  $V_4 = 9,26 * 10^{-4} s^{-1}$ ) sous une température de  $150^\circ C$  (Geindreau *et al.*, 1999a). Ici la convention (déformation et contrainte positives en compression) est adoptée.

Dans cet état stationnaire à température fixée, la déformation totale est entièrement accommodée par la viscoplasticité ( $\underline{D} = \underline{D}^{vp}$ ;  $\underline{D}^e = 0$  et  $\underline{D}^{th} = 0$ ). Par conséquent, la vitesse de déformation appliquée  $D_{zz}$  et la contrainte  $\Sigma_{zz}$  mesurée sont liées via une loi viscoplastique de type puissance (voir équation (2.33)) :

$$|D_{zz}| = A(|\Sigma_{zz}(\theta=0)|)^n \quad (2.39)$$

On rappelle que pour un matériau dense,  $c = 0$  et  $f = 1$ . L'axe  $z$  est l'axe de compression. Les barres verticales  $|\cdot|$  représentent l'opérateur valeur absolue. La notation  $\Sigma_{zz}(\theta=0)$  signifie que l'essai est réalisé sur un matériau dense (avec une porosité initiale nulle). Les paramètres matériaux  $A(T)$  et  $n(T)$  sont obtenus en réalisant des essais de compression pour différentes températures et vitesses de déformation.

Pour évaluer les termes  $f$  et  $c$ , des essais de compression sur des corps poreux (la porosité

étant connue) sont nécessaires. On utilisera les températures et vitesses de déformation adoptées pour les essais de compression sur le matériau dense. En régime stationnaire, la vitesse de déformation  $D_{zz}$  et la contrainte  $\Sigma_{zz}$  sont reliées en utilisant l'équation (2.33) :

$$|D_{zz}| = A(f + c)^{\frac{n+1}{2}} (|\Sigma_{zz}(\theta)|)^n \quad (2.40)$$

Pour obtenir la relation ci-dessus, la porosité du matériau est supposée ne pas évoluer durant l'essai de compression. Il est observé, à partir des essais de compression expérimentaux de Geindreau *et al.* (1999a) sur du plomb, que le régime stationnaire se produit pour une déformation totale de 0,03, voir Figure (2.3). Dans ce cas, l'hypothèse d'une porosité constante durant les premiers instants des essais de compression est valide et l'équation (2.40) peut être utilisée.

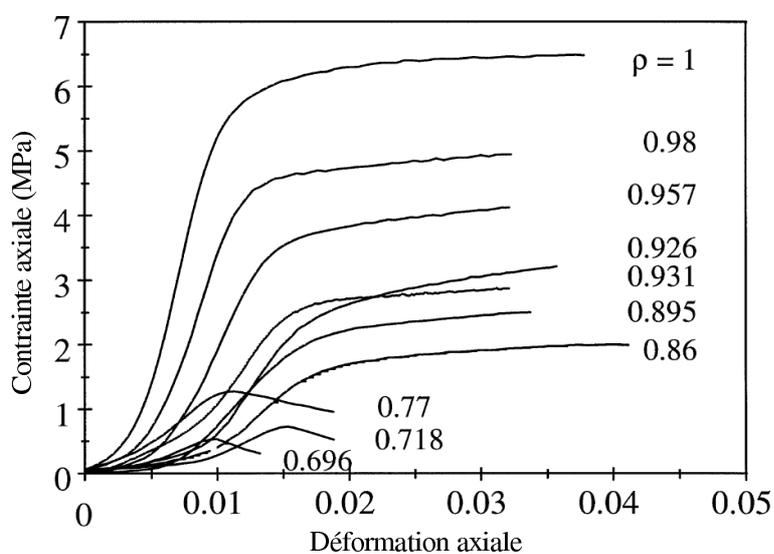


FIG. 2.3 – Courbes contrainte-déformation lors des essais de compression sur des échantillons poreux de plomb avec différentes densités relatives sous une température de  $150^{\circ}\text{C}$  et une vitesse de déformation de  $9,3 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$ . Le régime stationnaire se produit vers une déformation totale de 0,03. La convention (compression positive) est adoptée, (Geindreau *et al.*, 1999a).

Une fois les essais de compression sur les matériaux dense et poreux réalisés sous mêmes

températures et mêmes vitesses de déformation, il est alors possible de connaître le terme  $f + c$  via la combinaison des équations (2.39) et (2.40) conduisant à :

$$\left| \frac{\Sigma_{zz}(\theta=0)}{\Sigma_{zz}(\theta)} \right| = (f + c)^{\frac{n+1}{2n}} \quad (2.41)$$

En faisant varier la porosité de l'échantillon, l'évolution de la somme  $f + c$  en fonction de la porosité peut être obtenue.

Une seconde série d'essais mécaniques indépendants est nécessaire pour obtenir l'évolution séparée des termes  $f$  et  $c$  en fonction de la porosité. Dans la littérature, deux solutions sont envisagées : la réalisation d'essais soit de compaction isostatique à chaud ou soit de compaction à chaud.

**Compaction isostatique à chaud (CIC).** Durant la compaction isostatique à chaud, le corps poreux est sujet à un état de contrainte qui peut être considéré comme hydrostatique :

$$\underline{\Sigma} = \begin{bmatrix} -P & 0 & 0 \\ 0 & -P & 0 \\ 0 & 0 & -P \end{bmatrix} \quad (2.42)$$

En mesurant la vitesse de déformation volumétrique totale  $tr(\underline{D})$  et en utilisant l'équation (2.33), une relation entre  $tr(\underline{D})$  et  $P$  est obtenue :

$$|tr(\underline{D})| = A (9f(\theta))^{\frac{n+1}{2}} |P|^n \quad (2.43)$$

Pour l'obtention de l'équation (2.43), les contributions des vitesses de déformation élastique et thermique dans la vitesse de déformation totale sont supposées négligeables. Cette hypothèse est valide puisque durant la compaction à chaud, le changement de volume est principalement dû à l'élimination de la porosité. Dans ce cas, la vitesse du changement de

volume  $tr(\underline{D})$  est reliée à la vitesse de densification  $\dot{\theta}$  par :

$$\dot{\theta} = (1 - \theta)tr(\underline{D}) \quad (2.44)$$

Les termes  $A$  et  $n$  ont précédemment été identifiés par les essais de compression sur un matériau dense. Ainsi, en mesurant l'évolution de la porosité (ou par équivalence, la vitesse de changement de volume), et en connaissant la pression de compaction  $P$ , il est possible d'obtenir à partir des équations (2.43) et (2.44), l'évolution de  $f(\theta)$  en fonction de la porosité  $\theta$ . Finalement, à partir de l'équation (2.41), le terme  $c$  est obtenu.

**Compaction à chaud (CC).** Lors de la compaction à chaud, le milieu poreux est placé dans une matrice rigide puis comprimé axialement par des pistons. L'échantillon subit globalement une compression en déformation uniaxiale. En raison d'une température élevée et de l'application d'une contrainte axiale, le matériau est consolidé. L'état de contrainte à l'intérieur du milieu poreux est axisymétrique.

$$\underline{\Sigma} = \begin{bmatrix} \Sigma_{xx} = \Sigma_{yy} & 0 & 0 \\ 0 & \Sigma_{xx} = \Sigma_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \Sigma_{zz} \end{bmatrix} \quad (2.45)$$

La condition  $\Sigma_{xx} = \Sigma_{yy}$  découle de la symétrie axiale de l'essai de compaction à chaud.  $\Sigma_{zz}$  est la contrainte uniaxiale appliquée sur l'échantillon par les pistons. En négligeant la contribution des vitesses de déformation élastique et thermique sur la vitesse de déformation totale ( $\underline{D}^{vp} = \underline{D}$ ), on obtient en utilisant l'équation (2.33) une relation entre la vitesse de déformation  $tr(\underline{D})$  et la contrainte de compression uniaxiale  $\Sigma_{zz}$  démontrée comme suit :

À partir des équations (2.33) et (2.30),  $tr(\underline{D})$  s'écrit :

$$tr(\underline{D}) = A\Phi^{n-1}3f(\Sigma_{zz} + 2\Sigma_{xx}) \quad (2.46)$$

avec

$$\Phi^2 = f(\Sigma_{zz} + 2\Sigma_{xx})^2 + c(\Sigma_{zz} - \Sigma_{xx})^2 \quad (2.47)$$

Afin d'éliminer la composante  $\Sigma_{xx}$  présente dans les équations ci-dessus, on décompose  $\underline{D}$  en des composantes sphérique et déviatoire à partir de l'équation (2.33) :

$$\frac{tr(\underline{D})}{3} = A\Phi^{n-1}3f\Sigma_m \quad (2.48)$$

$$\underline{D}' = c\frac{3}{2}A\Phi^{n-1}\underline{S} \quad (2.49)$$

où  $\frac{tr(\underline{D})}{3}\underline{I}$  et  $\underline{D}'$  sont les parties sphérique et déviatoire de  $\underline{D}$ , respectivement. En combinant les relations (2.48) et (2.49), le tenseur des contraintes  $\underline{\Sigma}$  s'exprime :

$$\underline{\Sigma} = \Sigma_m\underline{I} + \underline{S} = \frac{1}{A\Phi^{n-1}} \left( \frac{tr(\underline{D})}{9f}\underline{I} + \frac{2}{3c}\underline{D}' \right) \quad (2.50)$$

D'après l'hypothèse de la matrice indéformable, le tenseur de vitesse de déformation vaut :

$$\underline{D} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & D_{zz} \end{bmatrix} \quad (2.51)$$

À partir des équations (2.50) et (2.51), on obtient la relation entre  $\Sigma_{xx}$  et  $\Sigma_{zz}$  :

$$\Sigma_{xx} = \frac{c - 2f}{c + 4f}\Sigma_{zz} \quad (2.52)$$

En combinant les équations (2.52), (2.46) et (2.47),  $tr(\underline{D})$  et  $\Sigma_{zz}$  se retrouvent liés par la relation :

$$\frac{1}{9} \left| \frac{tr(\underline{D})}{A \cdot \Sigma_{zz}^n} \right|^{\left(\frac{2}{n+1}\right)} = \frac{fc}{c+4f} \quad (2.53)$$

À partir des mesures de la vitesse de déformation volumique  $tr(\underline{D})$  et de la contrainte uniaxiale  $\Sigma_{zz}$ , il est possible d'obtenir l'évolution du terme  $\frac{fc}{c+4f}$  en fonction de la porosité. Par combinaison de l'équation (2.41) et de l'équation (2.53), la dépendance en porosité des termes  $f$  et  $c$  peut être obtenue.

Pour résumer, à partir des essais de compression à différentes vitesses de déformation et températures, les paramètres de la loi de fluage viscoplastique (2.33) sont identifiés. En les combinant à des essais de compression sur un milieu poreux et en réalisant des essais de compaction isostatique à chaud ou de compaction à chaud, l'évolution des termes  $f$  et  $c$  avec la porosité peut être déduite. Connaissant les évolutions expérimentales de  $f$  et  $c$ , les paramètres  $\theta_o$ ,  $\alpha$  et  $\beta$  sont déduits. Il est bon de mentionner que les termes  $f$  et  $c$  sont identifiés en réalisant deux essais indépendants (compression + compaction isostatique à chaud) ou (compression + compaction à chaud). Par conséquent, deux ou trois états de contrainte sont utilisés pour définir la contrainte équivalente elliptique, voir Figure 2.1. La localisation de l'essai de compression est assez proche de l'axe déviatorique ( $\Sigma_e/|\Sigma_m| = 3$ ). En compaction isostatique à chaud, les contraintes sont purement sphériques. Ainsi le point expérimental est positionné sur l'axe des pressions ( $\Sigma_m$ ). Le positionnement de l'essai de compaction à chaud sur la Figure. 2.1 est plus difficile à définir puisque sa position dans l'espace des contraintes  $\Sigma_e, \Sigma_m$  varie durant la compaction, avec une importante composante déviatorique dans les premiers moments de la densification et une composante sphérique dominante à la fin de la densification quand le matériau est dense. Dans tous les cas, le nombre d'états de contrainte expérimentaux qui est utilisé pour définir la forme exacte de la con-

trainte équivalente elliptique est limité. D'autres états de contrainte pourraient être testés afin de mieux définir la forme réelle de  $\Phi$  et par conséquent du potentiel viscoplastique réel.

### 2.2.3 Résultats

Dans un premier temps, nous allons identifier les paramètres de notre approche sur des essais expérimentaux faits sur du bore et du plomb. Nicolle (1999) a réalisé des essais de compaction isostatique à chaud sur du bore et a identifié le modèle Abouaf et Chenot (1986). Geindreau *et al.* (1999a) ont réalisé des essais de compaction à chaud sur du plomb.

#### 2.2.3.1 Densification du bore

Dans cette section, la densification du bore durant la compaction isostatique à chaud est étudiée. Nicolle (1999) a réalisé des essais de compression sur un bore dense pour une gamme de vitesse de déformation comprise entre  $3 * 10^{-5} s^{-1}$  et  $3 * 10^{-3} s^{-1}$  et pour des températures comprises entre  $1300^{\circ}C$  et  $1550^{\circ}C$ . En se basant sur ces expériences, l'auteur a proposé une loi de fluage viscoplastique définie par les équations (2.25) et (2.26). Les paramètres  $A$  et  $n$  sont identifiés :

$$A(T) = 2,07 * 10^{35} \exp\left(\frac{-2,734 * 10^5}{T}\right) \quad (2.54)$$

$$n(T) = -7,23 * 10^{-3}T + 24,47 \quad (2.55)$$

avec  $T$  en  $K$  et  $A(T)$  en  $MPa^{-n} s^{-1}$ . À partir des essais de compression et de compaction isostatique à chaud, l'auteur a déterminé les valeurs des termes  $f(\theta)$  et  $c(\theta)$  de l'équation (2.30) qui sont présentées plus en détail dans sa thèse (Nicolle, 1999). Nicolle (1999) a également identifié les fonctions  $f$  et  $c$  pour le modèle d'Abouaf et Chenot (1986), voir Table 2.2.

Connaissant l'exposant  $n(T)$ , l'évolution en fonction de la porosité des fonctions originales  $f$  et  $c$  proposées par Cocks (1989), Ponte-Castaneda (1991), Duva et Crow (1992) et

Sofronis et McMeeking (1992) (voir Table 2.1) est présentée en Figures 2.4 et 2.5. On observe que ces fonctions sont peu à même de décrire les tendances expérimentales. Un écart important est observé pour les grandes porosités ( $\theta > 0,2$ ). Sur cette figure sont également présentées les évolutions des nouvelles fonctions  $f$  et  $c$  modifiées. Il est clair qu'avec l'introduction des nouvelles porosités (2.36) et (2.37), les données expérimentales de Nicolle (1999) sont simulées avec une bonne précision. Le jeu de paramètres  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\theta_o$  identifié pour chaque modèle micromécanique est présenté en Table 2.3. Par exemple,  $\alpha = 0,655$ ,  $\beta = 0,638$  et  $\theta_o = 0,385$  sont utilisés pour le modèle modifié de Cocks (1989) pour reproduire les données expérimentales du bore.

| Bore                                 | $\theta_o$ | $\alpha$ | $\beta$ |
|--------------------------------------|------------|----------|---------|
| Cocks (1989) modifié                 | 0,385      | 0,655    | 0,638   |
| Ponte-Castaneda (1991) modifié       | 0,385      | 0,620    | 0,638   |
| Duva et Crow (1992) modifié          | 0,385      | 0,624    | 0,638   |
| Sofronis et McMeeking (1992) modifié | 0,385      | 0,624    | 0,940   |

TAB. 2.3 – Jeu de paramètres  $\theta_o$ ,  $\alpha$  et  $\beta$  pour les modèles micromécaniques modifiés. Les valeurs sont données pour le bore.

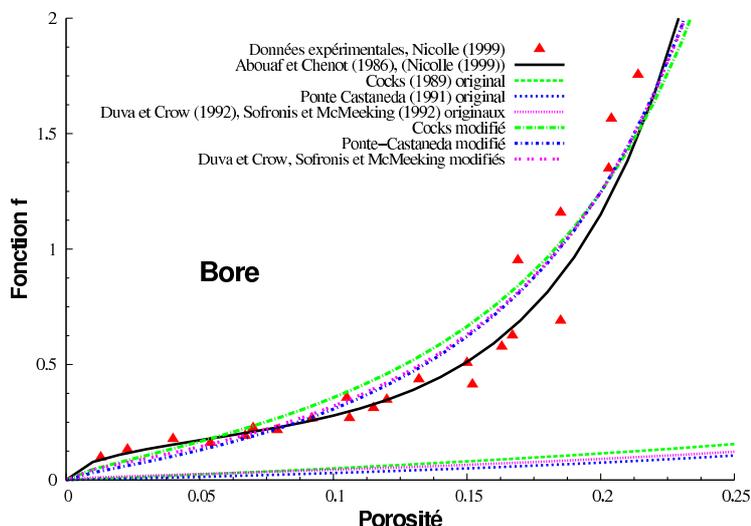


FIG. 2.4 – Evolution en fonction de la porosité du terme  $f$  présent dans la définition de  $\Phi$ , voir Eq (2.30). Les différents modèles micromécaniques originaux et modifiés et le modèle d'Abouaf et Chenot (1986) sont présentés. Les points expérimentaux sont obtenus par Nicolle (1999) sur du bore et utilisés pour comparaison. La modification apportée aux modèles micromécaniques permet de mieux décrire les tendances expérimentales.

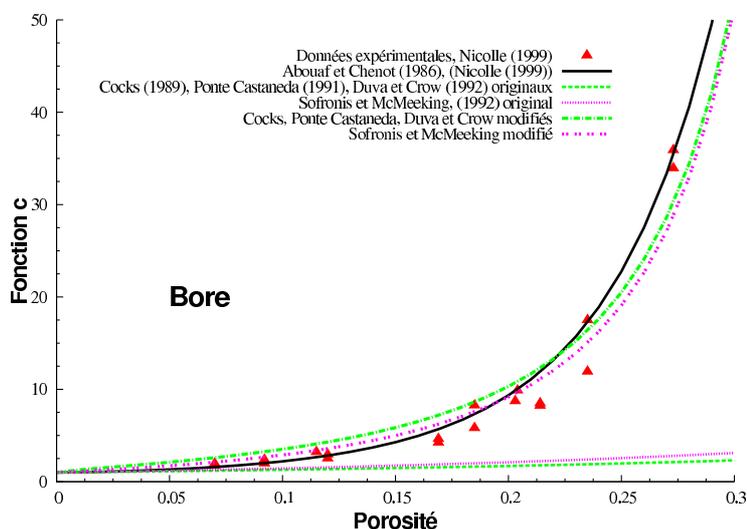


FIG. 2.5 – Evolution en fonction de la porosité du terme  $c$  présent dans la définition de  $\Phi$ , voir Eq (2.30). Les différents modèles micromécaniques originaux et modifiés et le modèle d'Abouaf et Chenot (1986) sont présentés. Les points expérimentaux sont obtenus par Nicolle (1999) sur du bore et utilisés pour comparaison. La modification apportée aux modèles micromécaniques permet de mieux décrire les tendances expérimentales.

En se basant sur les nouvelles expressions de  $f$  avec le jeu de paramètres de la Table 2.3, la compaction isostatique à chaud est simulée en utilisant notre approche. Initialement, l'échantillon de bore est à  $900^{\circ}\text{C}$  avec une porosité de 38%. Deux essais réalisés par Nicolle (1999) sont utilisés dans le cadre de la thèse. Les conditions d'essais sont présentées sur la Figure 2.6. Pour le premier essai, l'échantillon poreux est compacté à une température de  $1300^{\circ}\text{C}$  sous une pression de  $130\text{MPa}$ , dans une enceinte sous argon. Le second essai est réalisé sous une température de  $1520^{\circ}\text{C}$  à  $155\text{MPa}$ . Le temps de maintien est de trois heures. Notons que pour atteindre ces températures et pressions, des vitesses de montée en pression de  $5\text{MPa}/\text{min}$  et en température de  $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$  sont imposées, voir Fig. 2.6.

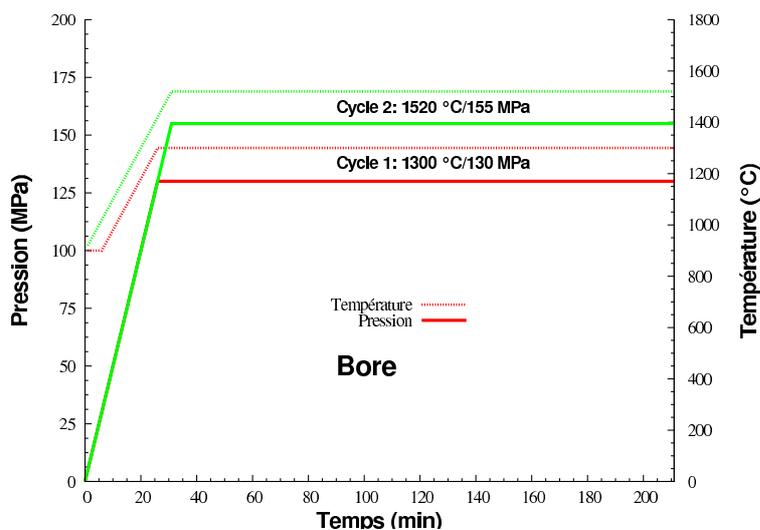


FIG. 2.6 – Histoires de la pression et de la température durant les cycles de compaction isostatique à chaud. Les conditions de température et de pression sont  $1300^{\circ}\text{C}$  et  $130\text{MPa}$  pour le premier essai et  $1520^{\circ}\text{C}$  et  $155\text{MPa}$  pour le second essai.

Les prédictions de la densification des échantillons poreux en bore (porosité initiale de 38%) issues des modèles micromécaniques originaux et modifiés sont présentées en Figures 2.7 et 2.8, respectivement. Nous présentons sur ces figures l'évolution de la densité relative

$d = 1 - \theta$ . Ainsi la densité relative initiale des échantillons vaut 62%.

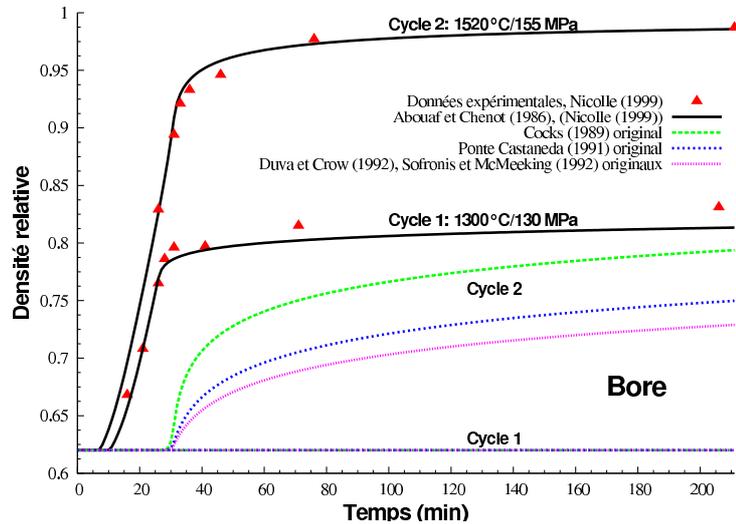


FIG. 2.7 – Evolution de la densité relative du bore durant la compaction isostatique à chaud pour les conditions décrites en Fig. 2.6. La densité relative initiale est de 62%. Les modèles micromécaniques originaux, lesquelles sont généralement utilisées pour de grandes densités relatives, ne permettent pas de reproduire la densification mesurée durant les expériences de Nicolle (1999). Puisque le modèle d'Abouaf et Chenot (1986) a été calibré en utilisant les résultats expérimentaux, les prédictions sont plus précises.

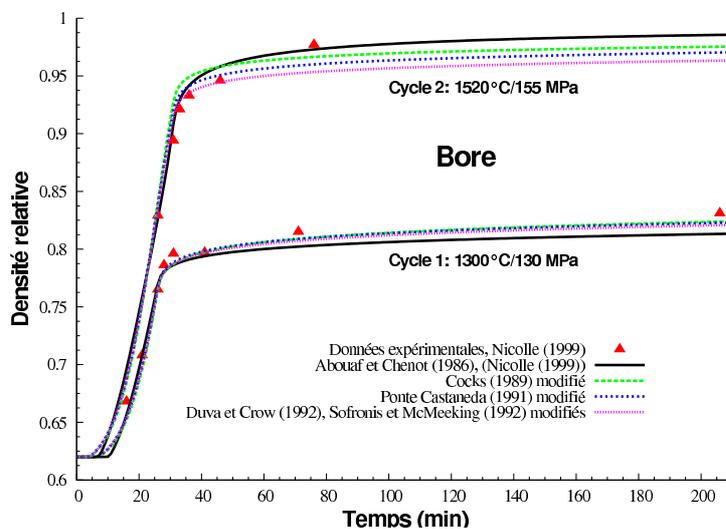


FIG. 2.8 – Evolution de la densité relative du bore durant la compaction isostatique à chaud pour les conditions décrites en Fig. 2.6. La densité initiale relative est de 62%. Les modèles micromécaniques adoptant la nouvelle porosité pour les fonctions  $f$  et  $c$  sont capables de reproduire l'évolution des densités expérimentales mesurées par Nicolle (1999). Une différence mineure est observée entre notre approche et le modèle d'Abouaf et Chenot (1986).

La réponse du modèle d'Abouaf et Chenot (1986) identifié par Nicolle (1999) est également présentée sur ces deux figures. Puisque les modèles micromécaniques originaux sont capables de représenter le comportement des matériaux poreux pour de faibles porosités ( $\theta < 0,1 - 0,2$ ), et puisque la porosité initiale du matériau est en dehors de cet intervalle, les modèles micromécaniques originaux ne peuvent reproduire les données expérimentales, Figure 2.7. Comme cela a déjà été observé dans le travail de Cho et Kim (2001), les modèles micromécaniques conduisent à une faible densification. Ainsi aucune densification n'est prédite pour le premier cycle à 1300°C pour une pression de 130MPa alors que pour le second cycle de compaction à 1520°C et 150MPa, une densification est observée, mais la porosité après trois heures de compaction est trop importante signifiant que la vitesse de densification est sous-estimée. Ces résultats sont cohérents avec les résultats de la Figure 2.4 où il est montré que l'évolution de  $f(\theta)$  est fortement sous-estimée par les modèles mi-

cromécaniques originaux pour des matériaux contenant une grande porosité. Pour un état de contrainte donné, les vitesses de déformation viscoplastique et, par conséquent, la vitesse de densification prédite par les modèles originaux sont plus faibles que celles obtenues en adoptant le modèle d'Abouaf et Chenot (1986). Puisque la fonction  $f$  adoptée dans le modèle d'Abouaf et Chenot (1986) est choisie de manière à correspondre aux expériences, alors les prédictions de ce modèle sont proches des résultats expérimentaux.

Quand les modifications des approches micromécaniques sont intégrées, la densité relative  $(1 - \theta)$ , évolue de manière conforme aux résultats expérimentaux de Nicolle (1999) (voir Fig. 2.8). On note que pour le premier cycle CIC, les résultats des approches modifiées proposées sont plus proches des données expérimentales que ceux qui sont obtenus en utilisant le modèle d'Abouaf et Chenot (1986). Ceci s'explique par le fait que pour le premier essai de CIC, la porosité finale est proche de 20%. En effet, la Figure 2.4 montre que pour des porosités proches de 20%, le terme  $f$ , pour les approches modifiées, est plus proche de la valeur expérimentale que pour le modèle d'Abouaf et Chenot (1986). Puisque le terme  $f$  possède une plus grande valeur pour les modèles modifiés, une plus grande vitesse de déformation viscoplastique est obtenue et, par conséquent, une diminution plus importante de la porosité se produit, en accord avec les tendances expérimentales. Au contraire, pour le deuxième essai, la porosité finale est inférieure à 5%. Dans cette gamme de faible porosité, le terme  $f$  du modèle d'Abouaf et Chenot (1986) est plus important ce qui induit une plus grande vitesse de déformation viscoplastique. Par conséquent, la porosité finale avec cette approche est inférieure à celle qui est issue des modèles micromécaniques modifiés.

### 2.2.3.2 Densification du plomb

Dans une deuxième comparaison, la densification du plomb à  $150^{\circ}C$  durant la compaction à chaud est considérée. Les résultats expérimentaux de Geindreau *et al.* (1999a) sont

utilisés pour identifier les paramètres des modèles proposés :  $A$ ,  $n$ ,  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\theta_0$ .

À partir des essais de compression réalisés à  $150^\circ C$  et des vitesses de déformation comprises dans la gamme  $[5 \cdot 10^{-6} s^{-1}; 10^{-3} s^{-1}]$ , l'exposant  $n$  et le préfacteur  $A$  obtenus par Geindreau *et al.* (1999b), sont :  $A = 8,6 \cdot 10^{-14} MPa^{-n} s^{-1}$  et  $n = 11$ . On note que puisque les essais sont considérés seulement à  $150^\circ C$ , la dépendance en température de  $A$  et  $n$  n'est pas envisagée ici. Celle-ci pourrait être obtenue en réalisant des essais de compression à différentes températures.

Geindreau *et al.* (1999a) ont réalisé des essais de compression à  $150^\circ C$  pour différentes porosités initiales. Sur la Figure 2.3, on observe qu'après 0,02-0,03 de déformation axiale, la contrainte axiale atteint un plateau. À ces faibles déformations, on considère alors que la porosité du matériau poreux reste inchangée. À partir de l'équation (2.41), la somme ( $f + c$ ) peut être évaluée pour différentes porosités. Geindreau *et al.* (1999a) ont réalisé également des essais de compaction à chaud à  $150^\circ C$ , pour des contraintes axiales appliquées comprises entre  $2,8 MPa$  et  $11,3 MPa$ . Dans cette étude, les essais effectués à  $4,2 MPa$  et  $11,3 MPa$  sont sélectionnés. Durant les expériences de compaction à chaud, l'évolution de la porosité a été mesurée, voir Figure 2.9, et la vitesse de déformation volumique correspondante ( $tr(\underline{D})$ ) est calculée en utilisant la relation (2.44).

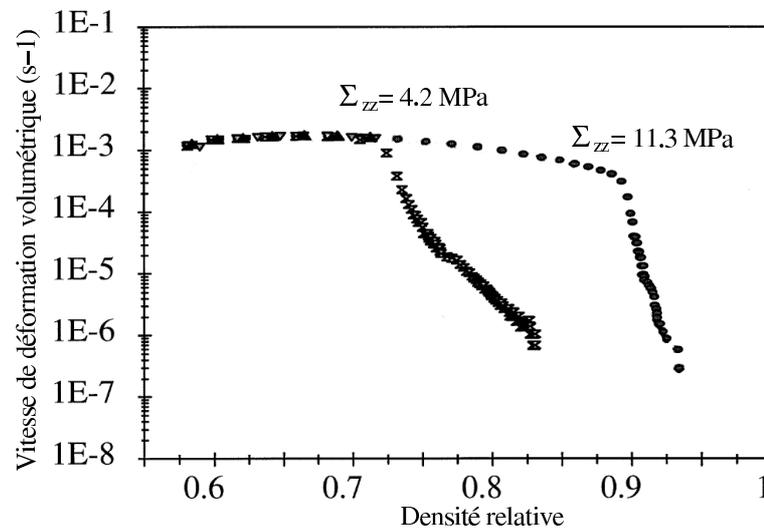


FIG. 2.9 – Evolution de la vitesse volumétrique ( $tr(\underline{D})$ ) en fonction de la densité relative ( $1-\theta$ ) durant les essais de compaction à chaud sous des pressions axiales de 4,2 MPa et 11,3 MPa et une température de  $150^{\circ}C$  (Geindreau *et al.*, 1999a).

En se basant sur ces résultats (essais de compression et essais de compaction à chaud) et à partir des équations (2.41) et (2.53), les fonctions expérimentales  $f$  et  $c$  ont pu être identifiées. Les paramètres identifiés sont présentés en Table 2.4.

| Plomb                                | $\theta_o$ | $\alpha$ | $\beta$ |
|--------------------------------------|------------|----------|---------|
| Cocks (1989) modifié                 | 0,46       | 1,6      | 0,33    |
| Ponte-Castaneda (1991) modifié       | 0,46       | 1,4      | 0,33    |
| Duva et Crow (1992) modifié          | 0,46       | 1,5      | 0,33    |
| Sofronis et McMeeking (1992) modifié | 0,46       | 1,5      | 0,48    |

TAB. 2.4 – Jeu de paramètres  $\theta_o$ ,  $\alpha$  et  $\beta$  pour les modèles modifiés pour le plomb.

Les Figures 2.10 et 2.11 présentent les dépendances en porosité des termes  $f$  et  $c$ , évaluées à partir des expériences et prédites par le modèle d'Abouaf et Chenot (1986) et les modèles micromécaniques originaux et modifiés.

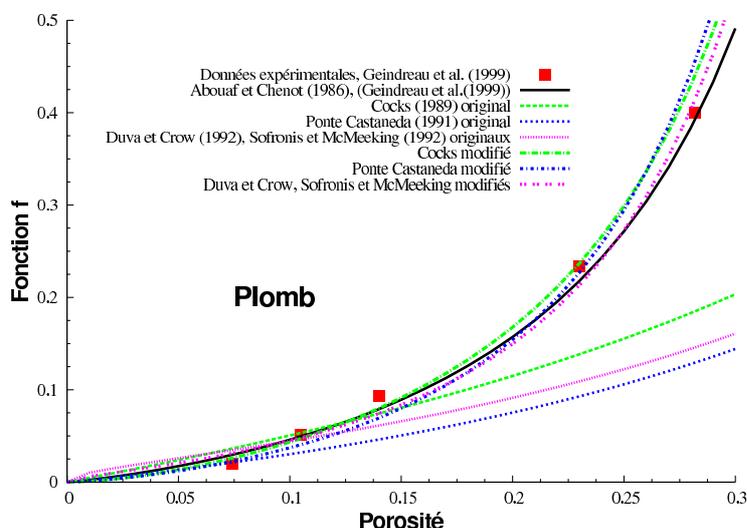


FIG. 2.10 – Evolution du terme  $f$  en fonction de la porosité pour le plomb. Comme pour la Fig. 2.4, en adoptant la modification proposée pour la dépendance en porosité de  $f$ , une bonne concordance est observée entre les données expérimentales de Geindreau *et al.* (1999a) et les modèles modifiés. Le modèle d'Abouaf et Chenot (1986) permet aussi d'avoir une bonne concordance puisque basée sur les expériences.

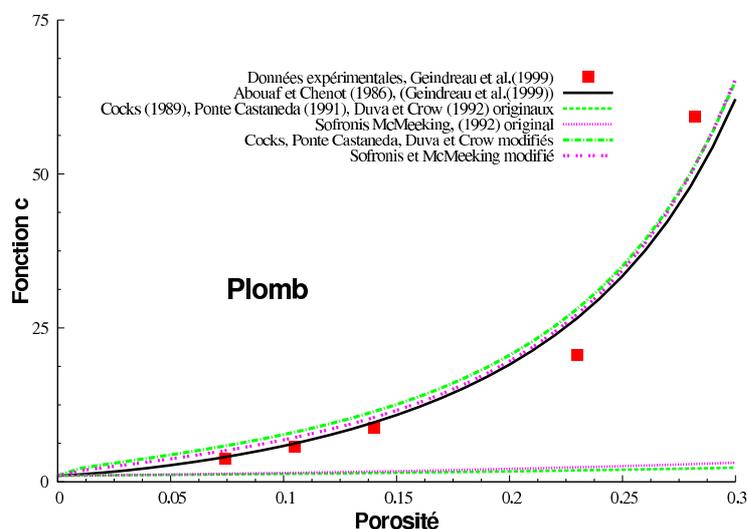


FIG. 2.11 – Evolution du terme  $c$  en fonction de la porosité. Comme pour la Fig. 2.5, en adoptant la modification proposée pour la dépendance en porosité de  $c$ , une bonne concordance est observée entre les données expérimentales de Geindreau *et al.* (1999a) et les modèles proposés.

Comme pour le bore, il est clair que les termes  $f$  et  $c$  des modèles micromécaniques mod-

ifiés et le modèle d'Abouaf et Chenot (1986) sont capables de représenter avec une bonne précision les résultats expérimentaux obtenus par Geindreau *et al.* (1999a).

Dès lors que  $f$  et  $c$  sont identifiés, nous avons recherché à prédire la densification des échantillons soumis aux pressions suivantes : 11,3 MPa et 4,2 MPa. Les résultats sont présentés en Figure 2.12.

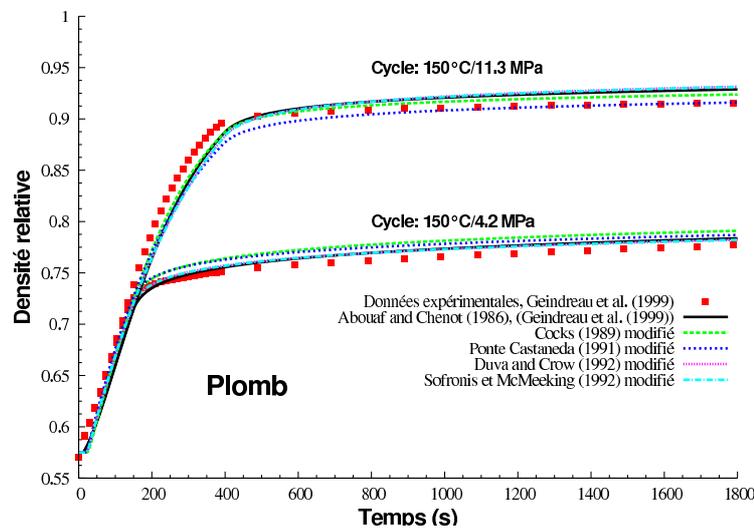


FIG. 2.12 – Evolution de la densité relative en fonction du temps pour le plomb durant la compaction à chaud à  $150^{\circ}\text{C}$  et avec une pression de 4,2 MPa et 11,3 MPa. Les modèles micromécaniques modifiés et le modèle d'Abouaf et Chenot (1986) peuvent prédire la vitesse de densification des échantillons de plomb obtenue par Geindreau *et al.* (1999a). La densité relative initiale est de 58%.

La porosité initiale est proche de 42,5%. Comme dans les expériences, la densification croît quand la pression augmente. La porosité résiduelle est de 24% après 30 min de palier à 4,2 MPa alors que la porosité est seulement de 8% à 9% pour une contrainte uniaxiale de 11,3 MPa. On peut mentionner que les modèles micromécaniques modifiés de même que le modèle d'Abouaf et Chenot (1986) peuvent représenter la densification du plomb avec une bonne précision. Pour une pression de 4,2 MPa, l'écart maximum entre les expériences et les prédictions est de 1% de porosité. À 11,3 MPa, l'écart peut atteindre 3% de porosité. Le léger

écart entre les prédictions et les expériences peut être expliqué par les différences observées entre les termes  $f$  et  $c$  expérimentaux et ajustés. À partir de l'équation (2.53), on constate que la vitesse de densification est reliée à la pression appliquée et au terme  $fc/(4f + c)$ . Compte tenu des valeurs relatives de  $f$  et  $c$  pour le plomb, voir Figures 2.10 et 2.11, il est clair que le terme  $fc/(4f + c)$  peut être correctement approximé par  $f$ . Par conséquent, les variations dans la prédiction de la densification sont principalement dues à la différence dans l'extrapolation du terme  $f$ .

### 2.2.3.3 Étude paramétrique

À partir des deux premiers essais (CIC sur du bore et CC sur du plomb) la forte sensibilité des résultats vis-à-vis des termes  $f$  et  $c$  est clairement montrée. Par conséquent, une bonne prédiction de la densification du matériau poreux durant le processus d'élaboration implique une description précise des termes  $f$  et  $c$ .

Pour analyser l'influence sur l'évolution de la densité relative des nouveaux paramètres  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\theta_o$  introduits dans le présent modèle, une étude paramétrique est réalisée. Le matériau de référence est le plomb. Les essais de compaction à chaud de la section 2.2.3.2 sont considérés. Le modèle modifié de Cocks, défini par les équations (2.28) - (2.30) et (2.38), est adopté dans cette partie. Les valeurs de référence des paramètres sont :  $\theta_o = 0,46$ ,  $\alpha = 1,6$  et  $\beta = 0,33$ . Dans cette section, la porosité initiale du matériau poreux est de 42,5%.

$\theta_o$  joue un rôle important pour les fonctions  $f$  et  $c$  puisque  $f \rightarrow \infty$  et  $c \rightarrow \infty$  pour  $\theta \rightarrow \theta_o$ . Par conséquent, une augmentation de  $\theta_o$  conduit à une forte diminution de la valeur de  $f$  et  $c$ , à porosité fixée. Ceci est clairement représenté sur les Figures 2.13 et 2.14. Pour une porosité de 20%, une augmentation de  $\theta_o = 0,46$  à  $\theta_o = 0,51$  conduit à la diminution de la valeur de  $f$  de 0,2 à 0,15, et pour  $c$  de 25 à 20. Pour une porosité donnée  $\theta$ , un accroissement des valeurs de  $\alpha$  et  $\beta$ , conduit à la réduction des valeurs des nouvelles porosités  $\theta_{nf}$  et  $\theta_{nc}$ .

Par conséquent, les valeurs des termes  $f$  et  $c$  diminuent également. Ces effets sur  $f$  et  $c$  se traduisent naturellement en terme de densification.

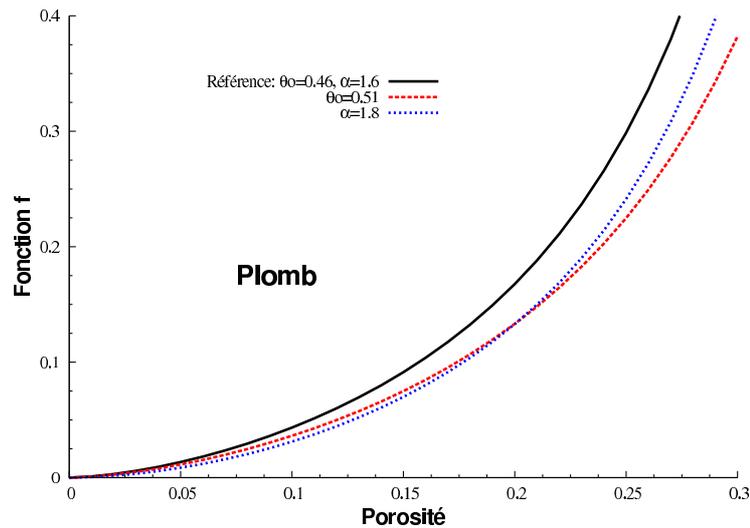


FIG. 2.13 – Effet des paramètres  $\theta_0$  et de  $\alpha$  sur l'évolution de  $f$ . Les paramètres du matériau de référence correspondent au plomb. Le modèle de Cocks (1989) modifié est adopté.

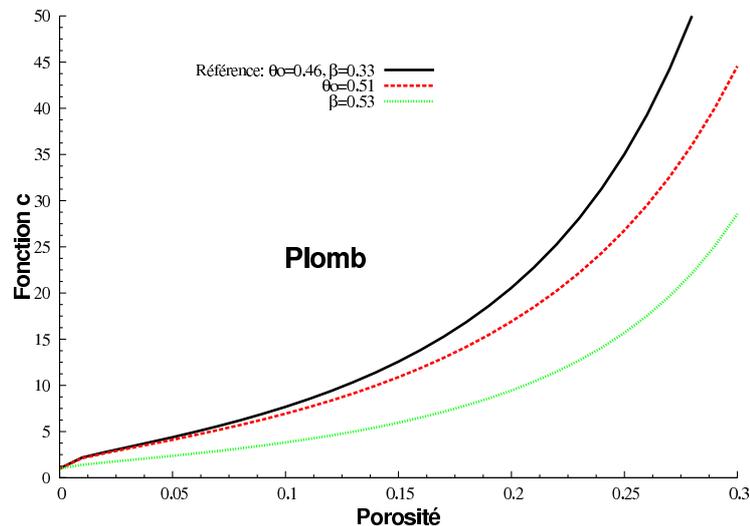


FIG. 2.14 – Effet des paramètres  $\theta_0$  et de  $\beta$  sur l'évolution de  $c$ . Les paramètres du matériau de référence correspondent au plomb. Le modèle de Cocks (1989) modifié est adopté.

Comme précédemment mentionné, à partir de l'équation 2.53, les prédictions de la den-

sification durant la compaction à chaud sont influencées par la contrainte axiale et le terme  $\frac{fc}{4f+c}$ , lequel peut être approximé par  $f$ . En conséquence, une variation de  $\beta$  est presque sans effet sur l'évolution de la densification, voir Figure 2.15.

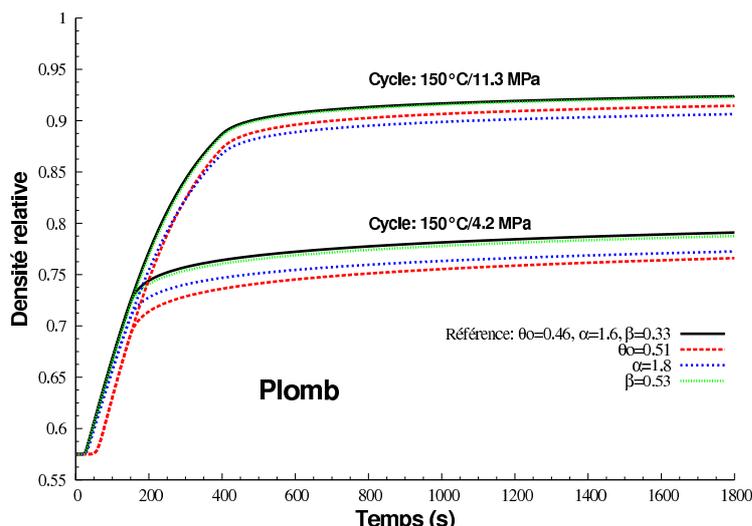


FIG. 2.15 – Effet des paramètres  $\theta_o$ ,  $\alpha$  et de  $\beta$  sur l'évolution de la densité relative en fonction du temps. Les essais de référence de compaction à chaud sont réalisés à 150°C pour 4, 2MPa et 11, 3MPa. Les paramètres du matériau de référence correspondent au plomb. Le modèle de Cocks (1989) modifié est adopté.

Au contraire, une augmentation de  $\theta_o$  ou de  $\alpha$ , induit une baisse de la valeur de  $f$  et donc une diminution de la densification. Pour ces deux nouvelles valeurs de  $\theta_o$  ou  $\alpha$ , la Figure 2.15, montre que le matériau présente une trop grande porosité à la fin de la compaction à chaud. Pour le premier essai (contrainte axiale de 4, 2MPa), la porosité finale est proche de 25%. Avec  $\theta_o = 0,51$ , la densité est plus faible que pour  $\alpha = 1,8$ , les autres paramètres restant inchangés. Ce résultat peut se comprendre en considérant l'évolution de  $f$  présentée en Figure 2.13. En effet, pour une porosité proche 25%, la valeur de  $f$  est plus petite pour  $\theta_o = 0,51$  que pour  $\alpha = 1,8$ . Au contraire, le deuxième essai est réalisé avec une plus haute pression axiale de 11, 3MPa et la porosité finale est proche de 10%. Dans ce domaine, le terme  $f$  prédit par le modèle modifié de Cocks pour  $\theta_o = 0,51$  a une valeur plus grande que pour  $\alpha = 1,8$ . La

densité finale avec  $\theta_o = 0,51$  est alors plus importante. Pour une porosité comprise dans l'intervalle suivant  $[0,22; 0,425]$ , le terme  $f$  avec  $\theta_o = 0,51$  est plus petit que pour  $\alpha = 1,8$  ce qui conduit à une densification durant la compaction à chaud initialement plus rapide avec  $\alpha = 1,8$  (voir Figure 2.15 pour  $t < 230s$ ). Pour  $\theta < 0,22$  (ce qui est le cas pour  $t > 230s$  et pour une contrainte axiale de  $11,3MPa$ ), la valeur de  $f$  avec  $\theta_o = 0,51$  devient plus grande qu'avec  $\alpha = 1,8$ . En conséquence, un croisement des courbes de densification est observé dans la Figure 2.15 et la densité finale obtenue avec  $\theta_o = 0,51$  est plus importante.

Cette étude paramétrique, montre clairement que parmi les trois nouveaux paramètres introduits dans ce travail, seuls  $\theta_o$  et  $\alpha$  présentent une influence significative sur les prédictions de la densification lors des essais de compaction à chaud et compaction isostatique à chaud.  $\theta_o$  a une certaine signification physique, puisqu'elle représente une porosité critique qui caractérise la perte de résistance du matériau poreux. Expérimentalement, elle peut être reliée à la porosité du précompacté. La variation de  $\theta_o$  est plutôt limitée, dans une gamme variant de 0,3 à 0,5.

Dans cette étude sur le comportement des milieux poreux, il est montré que les prédictions basées sur l'approche proposée dans cette thèse, sont aussi précises que celles obtenues en utilisant le modèle d'Abouaf et Chenot (1986). Cependant, ces modèles modifiés présentent au moins deux avantages principaux. Premièrement, les termes  $f$  et  $c$  ont une structure connue résultant initialement des techniques d'homogénéisation. Deuxièmement, seuls trois paramètres ont été introduits dans le modèle proposé. Pour simuler les expériences, cinq paramètres doivent être utilisés pour les fonctions de forme  $f$  et  $c$  définies par les relations (2.34) et (2.35) souvent utilisées pour le modèle d'Abouaf et Chenot (1986). De par ces deux avantages, notre étude présente un intérêt pour la modélisation du comportement des matériaux poreux et sera utilisée pour simuler la densification des matériaux poreux via le procédé «Frittage Flash».

## 2.3 Conclusion

De nombreux modèles micromécaniques sont disponibles dans la littérature pour décrire le comportement d'un corps poreux. La plupart de ces modèles sont valables lorsque le corps poreux a une faible porosité. Pour étendre la validité de ces modèles à de plus grandes porosités, nous avons introduit deux nouvelles porosités  $\theta_{nf}$  et  $\theta_{nc}$ . Trois nouveaux paramètres  $\theta_o$ ,  $\alpha$  et  $\beta$  sont alors à identifier.  $\theta_o$  représente une porosité critique caractérisant la perte de résistance du matériau. Les modèles micromécaniques modifiés sont maintenant capables de décrire les stades 1 et 2 de la compaction du matériau dans une gamme de porosité comprise entre 0 et 40%. Une stratégie d'identification des paramètres, similaire à la méthodologie proposée par plusieurs auteurs pour la définition des paramètres impliqués dans le modèle d'Abouaf et Chenot (1986), a été adoptée. En se basant sur les mesures de densification de Nicolle (1999) et de Geindreau *et al.* (1999a) durant la compression, la compaction à chaud et la compaction isostatique à chaud, les paramètres  $\theta_o$ ,  $\alpha$  et  $\beta$  pour le bore et le plomb sont obtenus. Comparés aux modèles micromécaniques originaux, les modèles modifiés sont capables de reproduire la densification observée durant la compaction à chaud et la compaction isostatique à chaud. Une étude paramétrique réalisée sur les trois nouveaux paramètres révèle l'importance d'une caractérisation précise des paramètres matériaux afin d'avoir une certaine confiance dans la description du comportement du matériau poreux. Les prédictions basées sur les modèles proposés sont proches de celles obtenues avec le modèle d'Abouaf et Chenot (1986). Un avantage de notre nouvelle approche est que les termes  $f$  et  $c$  ont des expressions mathématiques connues car, initialement dérivées des techniques d'homogénéisation et modifiées avec un changement simple de variables. Par ailleurs, les fonctions  $f$  et  $c$  souvent utilisées pour le modèle d'Abouaf et Chenot (1986) (voir les équations (2.34) et (2.35)) font intervenir cinq paramètres. La modification proposée dans

ce travail introduit seulement trois paramètres  $\theta_o$ ,  $\alpha$  et  $\beta$ . Dans la section suivante, ce modèle sera implémenté dans le logiciel ABAQUS et des simulations de cycles « Frittage Flash » seront réalisées.



## **Chapitre 3**

# **MODELISATION DU PROCEDE**

## **« FRITTAGE FLASH »**

### **3.1 Introduction**

Ce dernier chapitre concerne la mise en place d'une modélisation numérique thermo-électro-mécanique du « Frittage Flash » pour simuler la densification d'une poudre de nickel. Le modèle du chapitre précédent est implémenté sous ABAQUS. Ce modèle a été appliqué à la simulation numérique d'essais de densification réalisés par M. Foad Naimi du laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne de l'Université de Bourgogne à Dijon, sous la responsabilité du Professeur Frédéric Bernard. Ces essais ont été réalisés selon un protocole identifié avec M. Foad Naimi. Ce protocole a été établi à partir de campagnes expérimentales qui ont permis de préciser la procédure d'acquisition des données et le pilotage des cycles attendus. Cette modélisation numérique du procédé a pour objectif d'évaluer l'influence des grandeurs physiques thermo-électro-mécaniques participant à la densification du matériau. La première partie de ce chapitre décrit la configuration du procédé « Frittage Flash » utilisé dans ce mémoire et les conditions d'élaboration d'un disque en nickel. Dans une seconde

partie, le modèle numérique thermo-électro-mécanique du procédé sur le logiciel ABAQUS est présenté. La troisième partie du chapitre concerne l'identification des paramètres  $\theta_0$ ,  $\alpha$  et  $\beta$  de la loi de compaction du matériau à partir de deux essais de densification d'un nickel. Enfin, la dernière partie confronte la modélisation numérique du procédé à des essais de densification d'un nickel pour différentes histoires de chargement (intensité électrique et température).

## **3.2 Description du procédé « Frittage Flash » et de l'élaboration d'un nickel**

### **3.2.1 Caractéristiques machine et géométrie de l'outillage**

Le procédé « Frittage Flash » modélisé dans ce mémoire s'appuie sur une machine de technologie FCT Systeme GmbH, référencée HP D 125 et illustrée en Figure 3.1. Sur cette photographie, nous pouvons voir le dispositif dans le hall d'assemblage chez FCT Systeme GmbH. Ce dispositif est maintenant localisé au laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne (ICB) de l'Université de Bourgogne, à Dijon. Ce dispositif est capable de fournir une puissance électrique maximale de  $300kW$  (ou un courant et une tension électrique de  $10V$  et de  $30kA$ , respectivement) et une force de compaction variant de  $20$  à  $1250kN$ . La température maximale tolérée durant le process est de  $2400^{\circ}C$ . Le dispositif permet d'élaborer un échantillon d'un diamètre maximal de  $150mm$ . Dans cette technologie, seule l'électrode inférieure est mobile et sa course maximale est de  $200mm$ .



FIG. 3.1 – Procédé « Frittage Flash » (FCT Systeme GmbH, HP D 125) étudié et modélisé dans ce mémoire. Le système est localisé au laboratoire interdisciplinaire Carnot de Bourgogne (ICB), de l'Université de Bourgogne à Dijon.

En Figure 3.1, la flèche indique l'accès à l'enceinte. Celle-ci est sous atmosphère contrôlée pouvant contenir un gaz sous pression (de  $5 * 10^{-2}$  à  $1100\text{mbar}$ ). À l'intérieur de cette enceinte est placé, au sein d'un outillage, l'échantillon de poudre à densifier. Dans ce mémoire, nous allons considérer un seul outillage dimensionné par le constructeur du procédé pour élaborer des échantillons d'un diamètre de  $60\text{mm}$  et d'une hauteur de  $10\text{mm}$ . Cet outillage est composé de deux entretoises, de deux pistons et d'une matrice de forme cylindrique, voir Figure 3.2. Les entretoises en graphite d'une hauteur de  $85\text{mm}$ , représentées en Figure 3.3 sont coniques afin de mieux transférer l'effort et canaliser les lignes de densité de courant des électrodes vers les pistons.

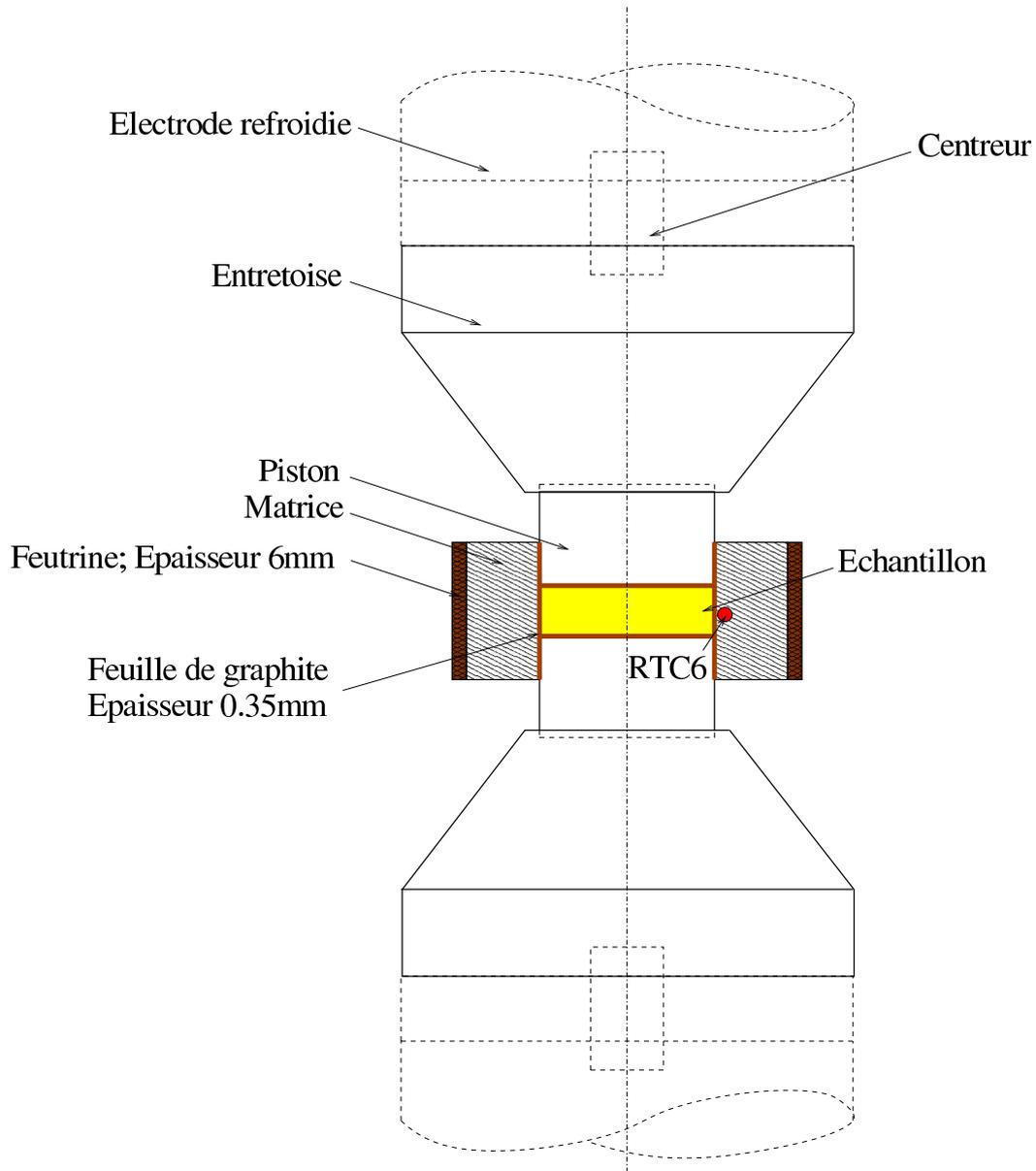


FIG. 3.2 – Vue schématique de l'outillage composé d'entretoises (ou spacer en graphite), de la matrice (graphite), des pistons (graphite) et de l'échantillon. Cet outillage permet l'élaboration d'échantillons de hauteur  $10\text{mm}$  et de diamètre  $60\text{mm}$ .

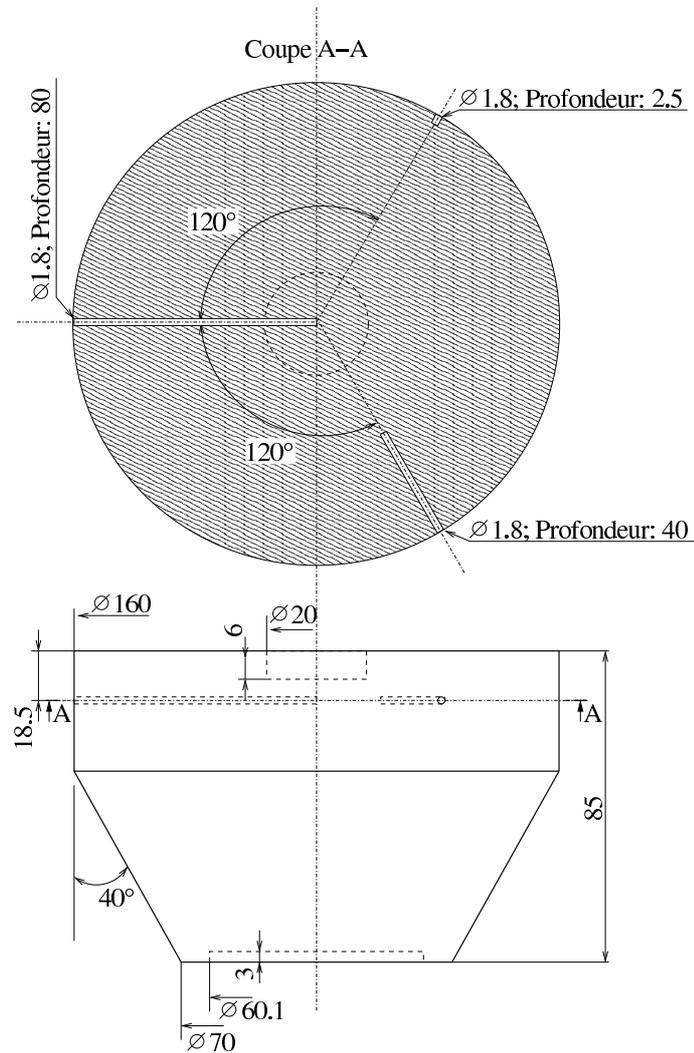


FIG. 3.3 – Entretoise en graphite assurant la liaison entre l'électrode et le piston. Sa forme conique permet de mieux transférer les efforts et de canaliser les lignes de densité de courant vers le piston. Les perçages perpendiculaires à l'axe de révolution permettent d'insérer des thermocouples. Dimensions en *mm*.

Le plus grand diamètre de l'entretoise correspond à celui des électrodes (160*mm*). Il est doté d'un trou non débouchant de diamètre 20*mm* et d'une profondeur de 6*mm* permettant d'accueillir un centreur cylindrique assurant l'alignement de l'entretoise avec l'électrode comme le montre la Figure 3.2. Sur la paroi latérale de l'entretoise à 18,5*mm* de son bord supérieur, des perçages (diamètre 1,8*mm*) ont été réalisés à différentes profondeurs

(80mm, 40mm et 2,5mm de la paroi) afin d'insérer des thermocouples. Sa section inférieure d'un diamètre de 70mm, présente un évidement (diamètre 60,1mm ; profondeur 3mm) dans lequel s'insère le piston afin de conserver l'alignement du montage. Les pistons en graphite (diamètre de 60mm ; hauteur de 35mm, Figure 3.4) sont insérés partiellement dans la matrice et compriment l'échantillon. Ce dernier, placé entre les pistons, est entouré par la matrice. Comme le montre la Figure 3.5, la matrice en graphite (diamètre extérieur 110mm et intérieur 60,7mm ; hauteur 48mm) est dotée, à mi-hauteur, de deux perçages diamétralement opposés (diamètre 1,8mm, profondeurs 24,65mm et 2,5mm) afin d'insérer des thermocouples. La matrice est maintenue au contact des pistons et de l'échantillon par adhérence. L'adhérence est obtenue à l'aide de feuilles flexibles en graphite de structure anisotrope, d'épaisseur 0,35mm placées entre la paroi intérieure de la matrice et l'assemblage « pistons-échantillon ». Deux autres feuilles de graphite sont placées entre les pistons et l'échantillon. Ces feuilles ont pour rôle d'éviter un collage de l'échantillon sur l'outillage durant la densification. De plus, ces feuilles permettent d'améliorer le contact entre l'échantillon et les différentes pièces de l'outillage. Une feutrine en graphite d'une épaisseur de 6mm entoure la matrice afin de limiter les pertes par rayonnement vers l'extérieur.

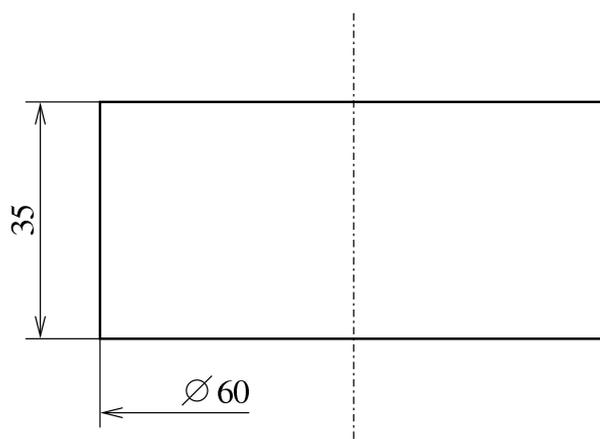


FIG. 3.4 – Piston en graphite transférant l'effort mécanique à l'échantillon. Dimensions en mm.

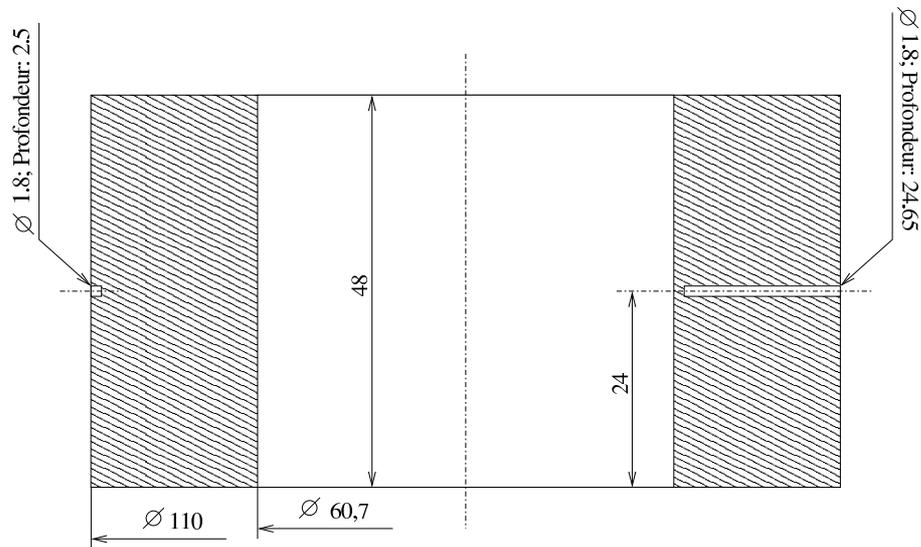


FIG. 3.5 – Matrice en graphite permettant de contenir radialement l'échantillon durant son élaboration. Les perçages transversaux permettent d'insérer des thermocouples. Dimensions en *mm*.

### 3.3 Elaboration d'un disque dense en nickel par « Frittage Flash »

Dans cette section, nous présentons un essai expérimental type qui servira à alimenter et valider notre modèle numérique. Cet essai a permis d'élaborer un disque de nickel dense d'un diamètre de 60mm et d'une épaisseur de 10mm. La poudre de nickel utilisée est une poudre micronique Alfa Aesar présentant une pureté de 99,9%. La taille des grains de poudre est comprise entre 3 et 7 $\mu$ m. Afin d'obtenir un disque en nickel complètement densifié, les conditions de température et de chargement mécanique ont été déterminées en s'aidant des résultats de Minier (2008).

| Température de frittage (°C) | 50°C.min <sup>-1</sup> |             | 200°C.min <sup>-1</sup> |             |
|------------------------------|------------------------|-------------|-------------------------|-------------|
|                              | 30MPa                  | 70MPa       | 30MPa                   | 70MPa       |
| 450                          | 32,9 ± 0,2%            | 24,5 ± 0,1% | 35,6 ± 0,1%             | 25,1 ± 0,2% |
| 600                          | 16,4 ± 0,3%            | 8,1 ± 0,1%  | 16,8 ± 0,1%             | 9 ± 0,1%    |
| 650                          | -                      | -           | 7,1 ± 0,1%              | 3 ± 0,1%    |
| 750                          | 6,1 ± 0,1%             | 2,4 ± 0,2%  | 6,2 ± 0,1%              | 2,3 ± 0,1%  |
| 800                          | -                      | 1,7 ± 0,1%  | 4,6 ± 0,1%              | 1,9 ± 0,2%  |
| 900                          | -                      | 1,3 ± 0,1%  | 3,5 ± 0,3%              | -           |

TAB. 3.1 – Porosités finales après des cycles de densification pour différentes conditions de chargement : température de frittage, vitesse de montée en température et chargement mécanique (Minier, 2008).

Le Tableau 3.1 issu des travaux de Minier (2008) sur la densification du nickel par « Frittage Flash », indique pour une vitesse de montée en température, une température de frittage et un chargement mécanique donnés, la porosité finale obtenue dans l'échantillon. Le Tableau 3.1 est un guide plutôt qu'une source précise pour l'élaborateur car les résultats ont été obtenus sur des disques d'un diamètre de 15mm et d'une hauteur de 10mm. L'auteur a utilisé une poudre micronique de nickel Alfa Aesar présentant une pureté de 99,9% et une taille moyenne des grains de poudre de  $4,3 \pm 1,5 \mu m$ . La poudre est polycristalline avec une taille estimée de cristallites de  $137 \pm 4 nm$ . Les disques de nickel ont été élaborés sur une technologie « Frittage Flash » de Syntex corporation . La température de frittage est mesurée dans la matrice, à mi-hauteur de la matrice et à 5,3mm du bord latéral de l'échantillon. Durant l'élaboration du matériau, cette température croît linéairement jusqu'à la température de frittage avec une vitesse de montée de 200°Cmin<sup>-1</sup> ou de 50°Cmin<sup>-1</sup>. Elle est ensuite maintenue à la température de frittage durant 10 minutes avant la phase de refroidissement. Quant au chargement imposé par les pistons sur l'échantillon (30MPa ou 70MPa), il est obtenu comme le rapport de la force mécanique fournie par le système sur la section circulaire de l'échantillon. Notons que ce chargement mécanique est constant durant l'essai.

Les conditions retenues pour notre étude, afin d'obtenir un nickel dense sont une température de frittage de 900°C et un chargement mécanique constant de 70MPa sur l'échan-

tillon. Ces conditions permettent d'espérer une porosité dans l'échantillon autour de  $1,3 \pm 0,2\%$ . Afin de mesurer la température de frittage, durant l'élaboration du nickel, un thermocouple noté *RTC6* est positionné à mi-hauteur de la matrice et à  $2,35\text{mm}$  du bord de l'échantillon, voir Figure 3.2. Pour atteindre la température de  $900^\circ\text{C}$ , en *RTC6*, deux solutions peuvent être envisagées. L'opérateur peut imposer l'évolution de la température en *RTC6* au moyen d'un système asservi qui ajuste l'alimentation électrique, voir, (Minier, 2008). Cependant, cette solution demande un certain nombre d'essais préliminaires pour ajuster les paramètres du système asservi. Du fait de l'asservissement, le signal électrique alimentant le système est complexe. La deuxième possibilité est d'imposer une alimentation électrique constante en laissant la température *RTC6* atteindre naturellement la température de frittage voulue. Cependant la montée en température n'est pas contrôlée mais est le résultat d'un équilibre thermique entre effet Joule, diffusion de la chaleur et pertes par convection et rayonnement. Dans le cadre de notre étude, nous avons choisi d'imposer une alimentation électrique constante et de simuler alors la densification du matériau avec un signal électrique simple.

Avant d'appliquer le courant électrique, le matériau est précompacté sous un chargement mécanique constant à une vitesse de  $25\text{MPa}/\text{min}$  pour atteindre  $70\text{MPa}$ . Ce chargement est maintenu durant toute la durée du process. L'alimentation électrique est ensuite appliquée. La Figure 3.6, montre les valeurs efficaces du courant et de la tension électrique du signal pulsé. La tension fournie par le système n'est pas mesurée aux bornes de l'assemblage modélisé. Cette valeur correspond à la mesure plus globale au sein du procédé « Frittage Flash » et donc plus importante que celle simulée.

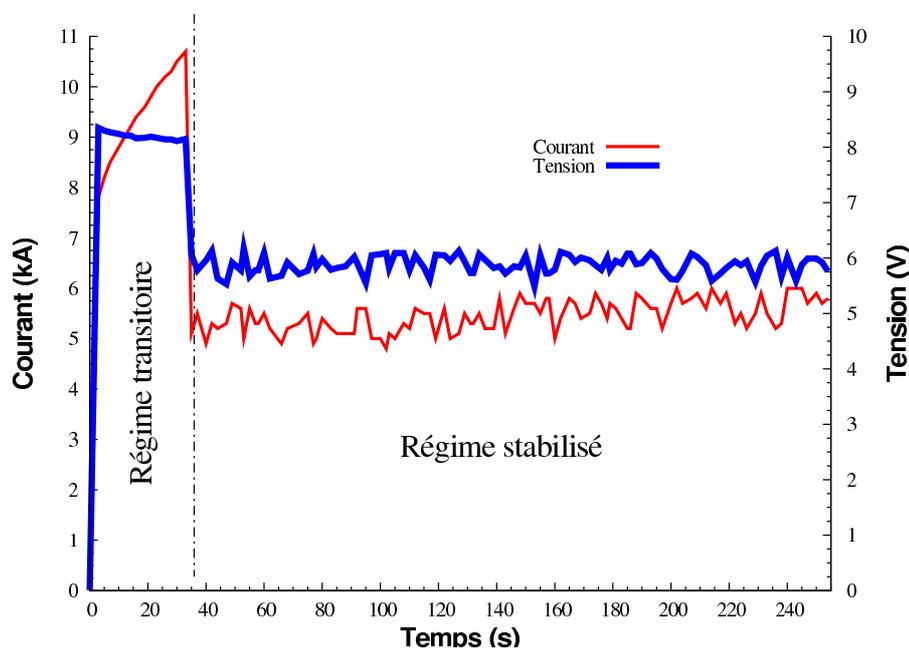


FIG. 3.6 – Evolutions du courant et de la tension électrique mesurées pendant l'essai. On note, au départ du cycle, dans le régime transitoire, un pic de tension et de courant non contrôlé d'une durée de 35s. Ensuite le courant et la tension se stabilisent.

Ce signal est composé d'une série d'impulsions de 12 pulses séparés d'un temps mort de 6ms. Chaque pulse d'une durée de 2ms est séparé par un temps mort de 1ms comme illustré en Figure 3.7.

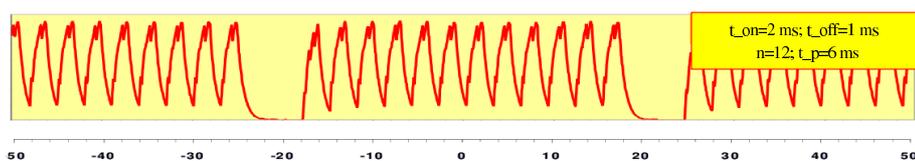


FIG. 3.7 – Forme du signal pulsé utilisée dans les essais expérimentaux de densification du nickel, FCT Systeme GmbH.

Sur la Figure 3.6, on constate dès les premiers instants, une élévation de la tension et du courant électrique. Cette alimentation transitoire se maintient durant 35s. L'essai dure 4min20s, temps nécessaire pour atteindre la température de frittage de 900°C. La durée du régime transitoire en courant est variable suivant les essais. De manière évidente, ceci n'est

pas sans influence sur l'évolution de la température. En effet, la sur-alimentation électrique conduit, dès les premiers instants, à une rapide augmentation de la température suivant une asymptote oblique dont la pente correspond à une vitesse de montée en température de  $750^{\circ}\text{Cmin}^{-1}$  comme le montre la Figure 3.8. Après 35s, le courant électrique se stabilise. Ainsi, la vitesse de montée en température diminue progressivement pour atteindre une valeur de  $95^{\circ}\text{Cmin}^{-1}$  après 160s. Une fois la température de frittage atteinte ( $900^{\circ}\text{C}$  pour le thermocouple *RTC6*), le chargement mécanique et l'alimentation électrique cessent et le refroidissement du procédé commence.

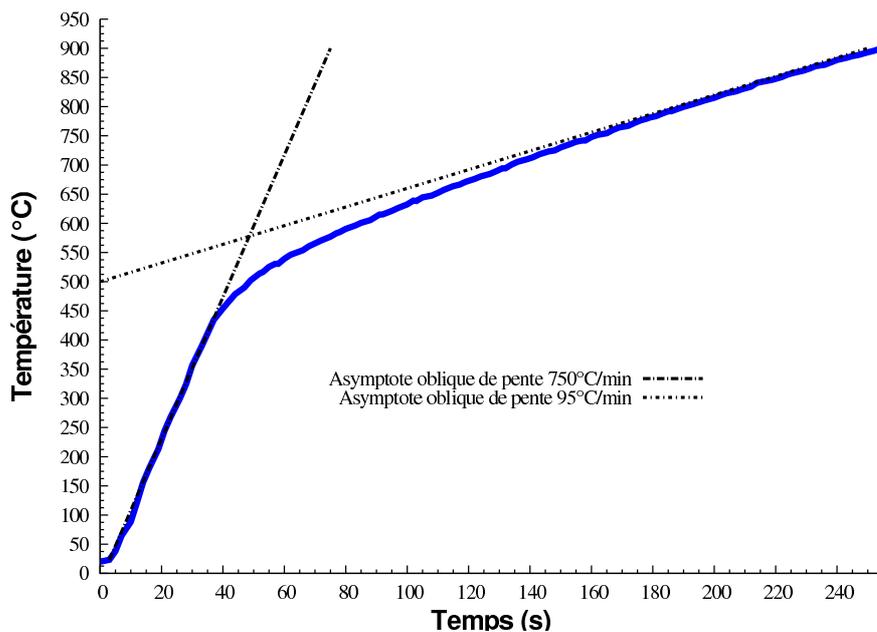


FIG. 3.8 – Evolution de la température mesurée au niveau du thermocouple *RTC6*, voir Figure 3.2. La forte croissance de la température au départ du cycle est induite par la sur-alimentation électrique montrée en Figure 3.6.

Durant la montée en température, la densification du nickel se produit. Cette dernière s'observe sur la Figure 3.9, qui présente le déplacement de l'électrode inférieure (mesuré via un capteur de déplacement). Cependant, en toute rigueur, pour obtenir le retrait réel

de l'échantillon, les déformations élastique et thermique des pièces intermédiaires, entre l'électrode inférieure et supérieure (hors échantillon) doivent être extraites de la mesure du capteur de déplacement. Notons, sur la Figure 3.9, que l'origine de la courbe correspond au stade où le matériau poreux, à température ambiante, est déjà soumis au chargement mécanique de  $70MPa$ . Ainsi, durant la densification, une partie des déformations élastiques du montage est déjà extraite de la courbe décrite en Figure 3.9. Nous supposons, dans la suite, que les déformations élastiques liées aux évolutions des modules d'élasticité avec la température de même que les dilatations thermiques de l'ensemble électrodes-entretoises-pistons sont négligeables. Ainsi, nous supposons que la courbe du déplacement de la Figure 3.9 correspond au retrait de l'échantillon.

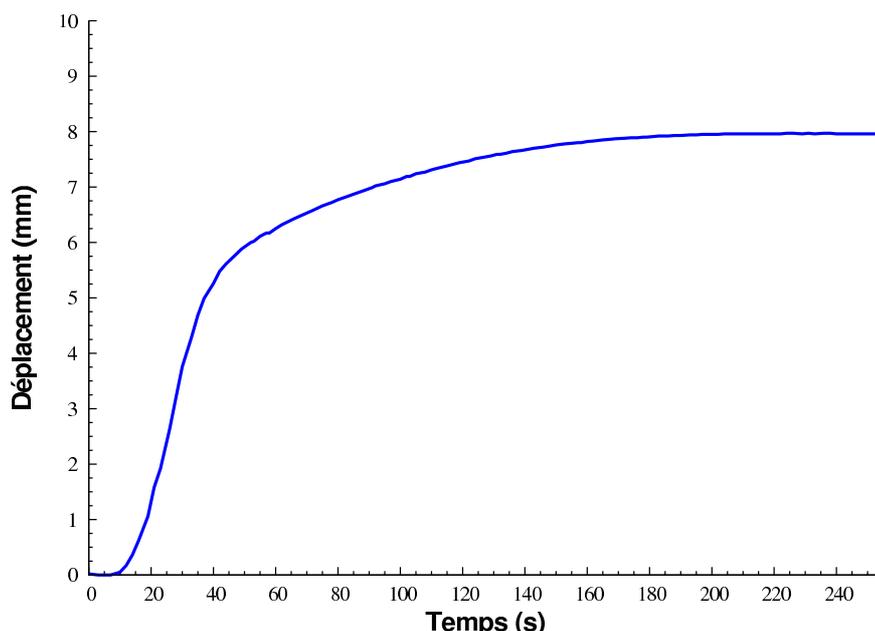


FIG. 3.9 – Evolution du déplacement de l'électrode inférieure mesurée par un capteur de déplacement. L'origine de la courbe correspond à l'échantillon chargé mécaniquement ( $70MPa$ ) à température ambiante. Ce déplacement est supposé égal au retrait de l'échantillon. On constate une forte augmentation du déplacement due à une élévation importante de la température, voir Figure 3.8

On constate, sur la Figure 3.9, durant la phase où la température croît rapidement, un

retrait important de l'échantillon. Après 35s, la montée de la température comme le retrait décélère progressivement. Ainsi, on observe une certaine corrélation entre l'évolution de la température et le retrait.

Quatre essais de densification suivant le même protocole que l'expérience précédemment décrite ont été réalisés, voir tableaux 3.2 et 3.3. Ils diffèrent en vitesse de montée en température et en température de frittage finale. Ces essais serviront à valider notre modélisation. Ces cycles sont tous réalisés sous vide ( $5 * 10^{-2} mbar$ ) et sous un chargement mécanique de  $70MPa$  appliqué sur l'échantillon.

| Expériences |   | Evolutions courant/tension                     |   |                  |   |
|-------------|---|--|---|------------------|---|
|             |   | Régime transitoire<br>(pic de courant/tension) |   | Régime stabilisé |   |
| Nom         | Température de frittage ( $^{\circ}C$ ) | Durée (s)                                      | Pente de l'asymptote oblique ( $^{\circ}C.min^{-1}$ ) | Durée (s)        | Pente de l'asymptote oblique ( $^{\circ}C.min^{-1}$ ) |
| A-1-900     | 900                                     | 35   | 750   | 219              | 95  |
| A-2-750     | 750                                     | 7  | 560   | 238              | 120   |
| A-3-413     | 413                                     | 19   | 735   | 43               | 180   |
| A-4-760     | 760                                     | 32   | 790   | 141              | 100   |

TAB. 3.2 – Expériences réalisées au laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne pour différentes évolutions de la température. Tous les essais sont réalisés sous un chargement mécanique de  $70MPa$ .

| Essais  | Masse (g) | Hauteur finale $h_f$ (mm) | Diamètre final $D_f$ (mm) | Porosité finale $\theta_f$ estimée |
|---------|-----------|---------------------------|---------------------------|------------------------------------|
| A-1-900 | 249,00    | 9,93                      | 59,84                     | 0,6%                               |
| A-2-750 | 253,00    | 10,81                     | 60,05                     | 7,6%                               |
| A-3-413 | 250,95    | 14,27                     | 60,29                     | 30,8%                              |
| A-4-760 | 249,15    | 10,25                     | 60,00                     | 4,0%                               |

TAB. 3.3 – Masse, hauteur, diamètre et porosité après densification.

Le tableau 3.3 montre les porosités estimées<sup>1</sup> après densification. Les conditions de l'essai A-1-900 permettent d'obtenir un matériau quasi dense (0,6%). Remarquons que pour

<sup>1</sup>La porosité finale est estimée par la relation suivante :  $\theta = 1 - \frac{M}{\rho V}$ , où  $M$  est la masse de l'échantillon mesurée au moyen d'une balance électronique commerciale. Le volume  $V$  est obtenu en mesurant la hauteur et le diamètre à l'aide d'un calibre à coulisse. La masse volumique  $\rho$  du nickel dense a pour valeur  $8900kg.m^{-3}$ .

les essais A-2-750 et A-4-760, les conditions de frittage sont presque identiques (même température maximale de frittage) mais ils diffèrent dans l'histoire de la température. En effet, nous constatons que la durée du régime transitoire (où le signal électrique est important) n'est que de 7s pour l'essai A-2-750 comparée au 32s de l'essai A-4-760. Pour ce dernier, cela implique une température de frittage plus importante durant la densification et donc une porosité finale plus faible (4% contre 7,6% pour A-4-760). L'ensemble de ces cycles est décrit plus en détail dans la suite. Afin d'accéder à la distribution des températures et des porosités au sein de l'échantillon, des simulations thermo-électro-mécaniques de ces essais ont été réalisées à l'aide d'un modèle numérique présenté dans la section suivante.

### **3.4 Développement du couplage thermo-électro-mécanique dans le logiciel ABAQUS**

#### **3.4.1 Couplage thermo-électro-mécanique**

Le « Frittage Flash » est un procédé englobant des aspects mécanique, thermique et électrique. La modélisation numérique du système, conduite avec le logiciel ABAQUS, doit tenir compte de cet aspect multiphysique. Cependant, ce logiciel ne dispose pas d'un module thermo-électro-mécanique qui permet une simulation couplée du procédé. Pour pallier cette difficulté, nous allons utiliser les modules mécanique et thermo-électrique de ce logiciel. À l'aide de scripts PYTHON, nous avons optimisé un dialogue entre les modules thermo-électrique et mécanique mis en place par ABAQUS dans le cadre de travaux menés par Nexter Munitions. Cette méthode impose de structurer ce couplage multiphysique de manière séquentielle afin de transférer les données nécessaires (température, maillage, etc ...) d'un module à l'autre. Dans ce travail, un couplage thermo-électro-mécanique a été mis en place en s'inspirant de la procédure avec ce même logiciel.

La simulation complète va être réalisée en  $N$  étapes. Si la durée du cycle « Frittage Flash » vaut  $t_s$  alors chaque étape durera  $\delta t = \frac{t_s}{N}$ . À chaque étape, les problèmes thermo-électrique et mécanique sont résolus de manière séparée. Cette procédure commence, comme le montre la Figure 3.10, par l'utilisation du module thermo-électrique afin de calculer, sur un intervalle de temps  $\delta t$ , l'histoire du champ de température lors de la compaction du matériau. Cette histoire est ensuite transférée vers le module mécanique. Dans le module mécanique et sur ce même intervalle  $\delta t$ , la combinaison de l'histoire de la température et de la sollicitation mécanique générée par le piston permet de calculer la densification de l'échantillon. Pour ce faire, il est fait appel au modèle de comportement proposé dans le chapitre 2. L'implémentation du modèle est discutée en section 3.4.4. À la fin du calcul mécanique, la position des nœuds du maillage a évolué suite à la déformation élastique et thermique des pièces du dispositif expérimental et à la densification de l'échantillon. Par conséquent, le maillage statique utilisé par le module thermo-électrique nécessite une mise à jour à chaque intervalle  $\delta t$  du calcul. Comme chaque module est basé sur la même discrétisation spatiale, cette actualisation est réalisée en remplaçant les anciennes coordonnées des nœuds du calcul thermo-électrique par les nouvelles issues du calcul mécanique. La porosité est également transférée afin de modifier les paramètres thermo-électriques de l'échantillon dépendant de cette grandeur. Enfin, durant la densification, la déformation viscoplastique induit une génération de chaleur au sein de l'échantillon. Celle-ci est transférée sous la forme d'un flux de chaleur volumique vers le module thermo-électrique. Afin d'assurer la continuité des grandeurs mécaniques, thermiques et électriques lors de la simulation du procédé, les grandeurs mécaniques sont sauvegardées automatiquement par le logiciel. En revanche, ce processus automatisé n'est pas applicable pour le module thermo-électrique car le maillage évolue au cours du temps. Les champs de température et du potentiel électrique, sont extraits du calcul précédent pour être utilisés comme conditions initiales pour l'intervalle suiv-

ant. Ce schéma séquentiel, montré en Figure 3.10, est réitéré, à chaque intervalle de temps  $\delta t$ , jusqu'à la fin de la simulation.

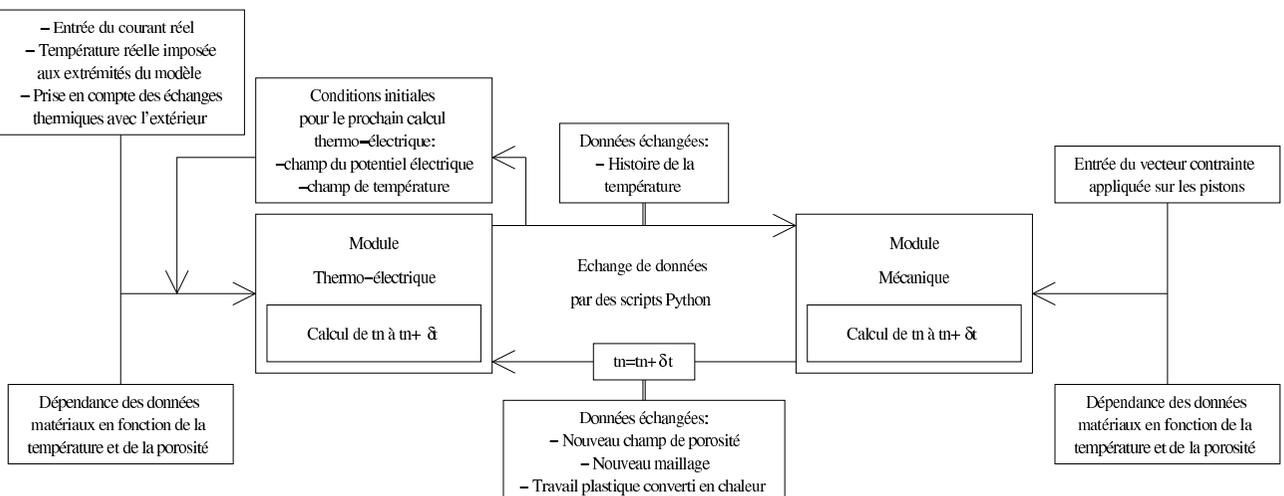


Fig. 3.10 – Architecture d'une simulation sous ABAQUS du procédé « Frittage Flash ». L'ap-pel des modules thermique-électrique et mécanique se fait séquentiellement. Des scripts PYTHON permettent le transfert des données entre les modules.

### 3.4.2 Module thermo-électrique

#### 3.4.2.1 Équations de champ

Le module thermo-électrique permet de traiter de manière générale, les problèmes thermiques liés à l'application ou non d'un courant électrique. Deux équations de champ sont résolues dans ce module. La première est la conservation de la charge électrique :

$$\text{div}(\vec{J}) = r_c \quad (3.1)$$

où  $\vec{J}$  est la densité de courant en  $A/m^2$  reliée par la loi de Ohm au potentiel électrique :

$$\vec{J} = -\underline{\sigma}^E \cdot \text{grad}(\phi^E) \quad (3.2)$$

$\underline{\sigma}^E$  est la matrice des conductivités électriques et  $\phi^E$  est le potentiel électrique.  $r_c$  est une source volumique de courant.

La seconde équation de champ considérée par le logiciel est l'équation de la chaleur :

$$\rho C_p \dot{T} = \text{div}(\vec{q}) + P_{ec} + r \quad (3.3)$$

où  $\rho$  et  $C_p$  sont la masse volumique et la chaleur spécifique.  $\vec{q}$  est le flux de chaleur par conduction. Il est relié au champ de température par la loi de Fourier :

$$\vec{q} = -\underline{\lambda} \cdot \text{grad}(T) \quad (3.4)$$

$\underline{\lambda}$  est la matrice des conductivités thermiques. Dans l'équation (3.3),  $P_{ec}$ , représente la source de chaleur volumique induite par effet Joule :

$$P_{ec} = \text{grad}(\phi^E) \cdot \underline{\sigma}^E \cdot \text{grad}(\phi^E) \quad (3.5)$$

et le terme  $r$  de l'équation (3.3) correspond à une source de chaleur volumique.

### 3.4.2.2 Conditions aux limites thermo-électriques

Des conditions aux limites doivent être imposées à la frontière du système. Classiquement, cela peut être des conditions en température imposée (type Dirichlet), en flux imposé (type Neumann) ou mixte. Parmi les conditions aux limites mixtes en thermique, on peut alors citer la convection pour laquelle le flux surfacique sortant est donné par :

$$\Phi_{conv} = h_c(T - T_e) \quad (3.6)$$

où  $h_c$  est le coefficient de convection et  $T_e$ , la température du milieu ambiant extérieur au domaine d'étude. Lorsque les températures deviennent importantes, les phénomènes radiatifs sont alors significatifs. À titre d'exemple, l'échange entre un corps gris et un corps noir séparé par un milieu transparent implique que le flux surfacique sortant du corps gris vaut :

$$\Phi_{fr} = \epsilon \sigma_S (T^4 - T_e^4) \quad (3.7)$$

où  $\sigma_S = 5,669 * 10^{-8} W m^{-2} K^{-4}$  et  $\epsilon$  sont la constante de Stefan-Boltzmann et l'émissivité du corps gris, respectivement. Dans le « Frittage Flash » l'effet du rayonnement sera pris en compte. Par ailleurs, des conditions aux limites en température seront imposées lorsque des mesures de température seront disponibles à la frontière du domaine. Concernant la partie électrique du module, les conditions aux limites de type Dirichlet (potentiel électrique  $\phi^E$  imposé) ou Neumann (densité de courant  $\vec{J}$  imposée) seront utilisées.

### 3.4.2.3 Résolution

L'ensemble de ces équations est résolu sous ABAQUS via la forme faible des équations (3.1) et (3.3). Par application des théorèmes de Green et de la divergence, ces nouvelles équations

tions s'expriment alors sous la forme de :

$$I_T = \int_V (\rho C_p \dot{T} - r - P_{ec}) \delta T dV + \int_V \text{grad}(\delta T) \cdot \underline{\lambda} \cdot \text{grad}(T) dV - \int_{\partial V} \Phi_f \delta T dS = 0 \quad (3.8)$$

$$I_{\phi^E} = \int_V \text{grad}(\delta \phi^E) \cdot \underline{\sigma}^E \cdot \text{grad}(\phi^E) dV - \int_V r_c \delta \phi^E dV - \int_{\partial V} \vec{J} \cdot \vec{n} \delta \phi^E dS = 0 \quad (3.9)$$

où  $V$  et  $\partial V$  sont le volume et la frontière du domaine.  $\delta T$  et  $\delta \phi^E$  sont des champs virtuels de température et du potentiel électrique, respectivement vérifiant les conditions aux limites de type Dirichlet.  $\vec{n}$  est la normale sortante.

Les champs virtuels et réels de température et du potentiel électrique sont ensuite discrétisés spatialement en utilisant la méthode des éléments finis. La discrétisation temporelle de la température utilise un schéma d'intégration implicite aux différences finies. Une fois les fonctionnelles des équations (3.8) et (3.9) discrétisées, deux systèmes couplés d'équations non linéaires sont obtenus et résolus par la méthode de Newton-Raphson.

### 3.4.3 Module mécanique

#### 3.4.3.1 Équations de champ

Le module mécanique est destiné à la résolution des problèmes de mécanique statique ou transitoire où les effets d'inertie peuvent être négligés. L'équation de champ principale est l'équation d'équilibre statique :

$$\text{div}(\underline{\Sigma}) + \vec{f}_d = \vec{0} \quad (3.10)$$

où  $\vec{f}_d$  est la force volumique.

Les conditions aux limites en déplacement ou en contrainte peuvent être considérées sur la frontière du domaine.

La démarche numérique employée dans le module mécanique est identique à celle du

module thermo-électrique. La formulation faible de l'équation (3.10) s'écrit sous la forme :

$$I_M = \int_V \underline{\Sigma} : \delta \underline{D} dV - \int_V \vec{f}_d \cdot \delta \vec{v} dS - \int_{\partial V} \vec{t} \cdot \delta \vec{v} dS = 0 \quad (3.11)$$

avec  $\delta \vec{v}$  le champ virtuel de vitesse.  $\delta \underline{D}$  est la vitesse de déformation virtuelle définie comme la partie symétrique du gradient du champ virtuel de vitesse. Les champs virtuels sont ensuite discrétisés spatialement par la méthode des éléments finis. La résolution du problème mécanique est réalisée en utilisant la méthode de Newton-Raphson.

### 3.4.4 Subroutine UMAT : Implémentation du comportement thermo-mécanique du nickel poreux

La subroutine UMAT de ABAQUS permet d'intégrer une loi de comportement spécifique. L'objectif de cette subroutine est d'actualiser le champ de contrainte et les variables internes (porosité) à partir de l'incrément total de déformation fourni par le logiciel. Ainsi, le comportement du matériau poreux, abordé dans le chapitre 2, doit être reformulé et discrétisé en temps. Compte tenu de l'équation (2.1), l'incrément de déformation total  $\Delta \underline{\epsilon}^{tot}$  se décompose en une composante élastique  $\Delta \underline{\epsilon}^e$ , thermique  $\Delta \underline{\epsilon}^{th}$  et viscoplastique  $\Delta \underline{\epsilon}^{vp}$ .

$$\Delta \underline{\epsilon}^{tot} = \Delta \underline{\epsilon}^e + \Delta \underline{\epsilon}^{th} + \Delta \underline{\epsilon}^{vp} \quad (3.12)$$

En réalité, ABAQUS fournit à l'utilisateur non pas  $\Delta \underline{\epsilon}^{tot}$  mais  $\Delta \underline{\epsilon}^{tot} - \Delta \underline{\epsilon}^{th}$ . La partie thermique  $\Delta \underline{\epsilon}^{th}$  est gérée directement par le code ABAQUS. Ainsi, l'incrément de déformation fourni par le logiciel se réduit alors à :

$$\Delta \underline{\epsilon} = \Delta \underline{\epsilon}^e + \Delta \underline{\epsilon}^{vp} \quad (3.13)$$

Il convient d'actualiser l'ensemble des variables (contrainte  $\underline{\Sigma}_{t+\Delta t}$ , porosité  $\theta_{t+\Delta t}$ ) en fin de pas connaissant leurs valeurs à  $t$  ( $\underline{\Sigma}_t$ ;  $\theta_t$ ).  $\Delta t$  représente le pas de temps de discrétisation

temporelle au sein du module mécanique. Il est bien plus petit que  $\delta t$ , pas de temps correspondant au dialogue séquentiel entre les modules. L'évolution de la porosité donnée par l'équation (2.44) est discrétisée au premier ordre par le schéma suivant :

$$\frac{\theta_{t+\Delta t} - \theta_t}{\Delta t} = 3(1 - \theta_{t+\Delta t}) \frac{\Delta \epsilon_m^{vp}}{\Delta t} \quad (3.14)$$

avec

$$\Delta \epsilon_m^{vp} = \frac{1}{3} tr (\Delta \underline{\epsilon}^{vp}) \quad (3.15)$$

Cette discrétisation temporelle adopte un schéma implicite. Compte tenu de (3.14), la porosité  $\theta_{t+\Delta t}$  s'écrit :

$$\theta_{t+\Delta t} = \frac{\theta_t + 3\Delta \epsilon_m^{vp}}{1 + 3\Delta \epsilon_m^{vp}} \quad (3.16)$$

On note que  $\theta_{t+\Delta t}$  ne dépend que de l'inconnue  $\Delta \epsilon_m^{vp}$ , puisque  $\theta_t$  est connue.

Le tenseur des contraintes est décomposé en parties sphérique et déviatorique. La pression  $\Sigma_m$  à  $t + \Delta t$  s'écrit sous la forme :

$$\Sigma_{mt+\Delta t} = \Sigma_{mt} + \dot{\Sigma}_m \Delta t \quad (3.17)$$

où  $\dot{\Sigma}_m$  est donnée par la relation (2.21) et s'exprime sous la forme discrétisée suivante :

$$\dot{\Sigma}_m = 3K_{t+\Delta t} \left( \frac{\Delta \epsilon_m}{\Delta t} - \frac{\Delta \epsilon_m^{vp}}{\Delta t} \right) + \frac{K_{t+\Delta t} - K_t}{\Delta t K_{t+\Delta t}} \Sigma_{mt+\Delta t} \quad (3.18)$$

avec

$$\Delta \epsilon_m = \frac{1}{3} tr (\Delta \underline{\epsilon}) \quad (3.19)$$

où le module élastique de compressibilité  $K_{t+\Delta t}$  dépend de la porosité  $\theta_{t+\Delta t}(\Delta \epsilon_m^{vp})$  (voir équation (2.23)) et de la température  $T_{t+\Delta t}$ . En effet, l'histoire de la température  $T_{t+\Delta t}$  est connue puisqu'elle provient du calcul thermo-électrique qui a été réalisé précédemment.

Compte tenu des équations (3.18) et (3.19), on en déduit :

$$\Sigma_{mt+\Delta t} = (\Sigma_{mt} + 3K_{t+\Delta t} (\Delta\epsilon_m - \Delta\epsilon_m^{vp})) \frac{K_{t+\Delta t}}{K_t} \quad (3.20)$$

Notons que  $\Sigma_{mt+\Delta t}$  dépend uniquement de  $\Delta\epsilon_m^{vp}$  puisque  $\Delta\epsilon_m$  est fourni par le logiciel. La partie déviatorique du tenseur  $\underline{\Sigma}$  s'exprime à  $t + \Delta t$  en utilisant la loi de Hooke (2.21) :

$$\underline{S}_{t+\Delta t} = \underline{S}_t + \tilde{\underline{S}}\Delta t \quad (3.21)$$

avec  $\tilde{\underline{S}}$  exprimé par (2.21) et s'écrivant sous la forme discrétisée comme suit :

$$\tilde{\underline{S}} = 2G_{t+\Delta t} \left( \frac{\Delta\epsilon'}{\Delta t} - \frac{\Delta\epsilon'^{vp}}{\Delta t} \right) + \frac{G_{t+\Delta t} - G_t}{\Delta t G_{t+\Delta t}} \underline{S}_{t+\Delta t} \quad (3.22)$$

avec

$$\Delta\epsilon' = \Delta\epsilon - \Delta\epsilon_m \underline{I} \quad (3.23)$$

où  $\Delta\epsilon'$  (resp.  $\Delta\epsilon'^{vp}$ ) est le déviateur de  $\Delta\epsilon$  (resp.  $\Delta\epsilon^{vp}$ ).  $G_{t+\Delta t}$  est le module élastique de cisaillement qui dépend de la porosité  $\theta_{t+\Delta t}(\Delta\epsilon_m^{vp})$  (voir équation (2.22)) et de la température  $T_{t+\Delta t}$ . En combinant les équations (3.21) et (3.22),  $\underline{S}_{t+\Delta t}$  s'écrit :

$$\underline{S}_{t+\Delta t} = \left( \underline{S}_t + 2G_{t+\Delta t} (\Delta\epsilon' - \Delta\epsilon'^{vp}) \right) \frac{G_{t+\Delta t}}{G_t} \quad (3.24)$$

Dans la suite, nous allons montrer que  $\Delta\epsilon'^{vp}$  peut s'exprimer en fonction de l'inconnue  $\Delta\epsilon_m^{vp}$ . En se référant au chapitre 2 et à la définition du potentiel viscoplastique, l'équation (2.48) peut s'écrire sous la forme suivante :

$$\frac{\Delta\epsilon_m^{vp}}{\Delta t} = 3A\Phi^{n-1} f_{t+\Delta t} \Sigma_{mt+\Delta t} \quad (3.25)$$

Il en est de même pour la partie déviatorique du tenseur de vitesse de déformation viscoplastique (voir équation (2.49)) :

$$\frac{\Delta \underline{\epsilon}'^{vp}}{\Delta t} = \frac{3}{2} A \Phi^{n-1} c_{t+\Delta t} \underline{S}_{t+\Delta t} \quad (3.26)$$

Par combinaison des équations (3.25) et (3.26), la relation entre  $\Delta \underline{\epsilon}'^{vp}$  et  $\Delta \epsilon_m^{vp}$  est obtenue :

$$\Delta \underline{\epsilon}'^{vp} = \frac{1}{2} \Delta \epsilon_m^{vp} \frac{c_{t+\Delta t}}{f_{t+\Delta t}} \frac{\underline{S}_{t+\Delta t}}{\Sigma_{mt+\Delta t}} \quad (3.27)$$

Notons que les termes  $f_{t+\Delta t}$  et  $c_{t+\Delta t}$  dépendent de la porosité  $\theta_{t+\Delta t}(\Delta \epsilon_m^{vp})$  (voir les expressions (2.38) du modèle de Cocks modifié). En remplaçant l'expression de  $\Delta \underline{\epsilon}'^{vp}$  (3.27) dans l'équation (3.24),  $\underline{S}_{t+\Delta t}$  s'écrit :

$$\underline{S}_{t+\Delta t} = \frac{\underline{S}_t + 2G_{t+\Delta t} \Delta \underline{\epsilon}'^{vp}}{\frac{G_t}{G_{t+\Delta t}} + G_{t+\Delta t} \Delta \epsilon_m^{vp} \frac{c_{t+\Delta t}}{f_{t+\Delta t}} \frac{1}{\Sigma_{mt+\Delta t}}} \quad (3.28)$$

Ainsi  $\underline{S}_{t+\Delta t}$  ne dépend que de l'inconnue  $\Delta \epsilon_m^{vp}$  puisque  $\Delta \underline{\epsilon}'^{vp}$  est donnée par le logiciel. Afin d'actualiser le tenseur des contraintes il est donc nécessaire de connaître  $\Delta \epsilon_m^{vp}$ . En rappelant la définition de la contrainte équivalente  $\Phi$  donnée par (2.30) :

$$\Phi^2 = 9f_{t+\Delta t} \Sigma_{mt+\Delta t}^2 + \frac{3}{2} c_{t+\Delta t} \underline{S}_{t+\Delta t} : \underline{S}_{t+\Delta t} \quad (3.29)$$

et en substituant cette dernière expression dans la relation (3.25), l'équation (3.25) devient :

$$(\Delta \epsilon_m^{vp})^2 - (3A f_{t+\Delta t} \Sigma_{mt+\Delta t} \Delta t)^2 \left( 9f_{t+\Delta t} \Sigma_{mt+\Delta t}^2 + \frac{3}{2} c_{t+\Delta t} \underline{S}_{t+\Delta t} : \underline{S}_{t+\Delta t} \right)^{n-1} = 0 \quad (3.30)$$

$\Delta \epsilon_m^{vp}$  est solution de cette équation non linéaire. Á la suite, la porosité, la pression et la contrainte déviatorique sont actualisées par les relations (3.16), (3.20) et (3.28), respectivement.

L'utilisation de la méthode de Newton-Raphson pour la résolution de la partie mécanique

du procédé (voir équation (3.11)) impose de définir la matrice tangente. En plus d'actualiser les contraintes et les variables internes (ici la porosité), il est nécessaire de définir la matrice Jacobienne :

$$\underline{J}_{\text{acobien}} = \frac{\partial \Delta \underline{\Sigma}}{\partial \Delta \underline{\epsilon}} \quad (3.31)$$

Cette matrice est calculée numériquement.

L'apport de chaleur lié au travail plastique est calculé par la relation suivante

$$P_{tp} = \beta_{TQ} \underline{D}^{vp} : \underline{\Sigma} \quad (3.32)$$

où  $\beta_{TQ}$  est le coefficient de Taylor-Quinney. Cet apport de chaleur (source volumique) est ensuite transféré dans le terme  $r$  de l'équation (3.3) et utilisé lors du prochain calcul thermo-électrique.

Le développement du couplage thermo-électro-mécanique avec le logiciel ABAQUS et l'implémentation de la loi de comportement de l'échantillon dans la subroutine UMAT constitue une première étape dans la modélisation du procédé. Il est ensuite nécessaire de renseigner les conditions aux limites, les conditions initiales et les paramètres matériaux pour les quatre essais expérimentaux de ce mémoire (A-1-900, A-2-750, A-3-417 et A-4-760). La prochaine section a pour objectif de décrire cette procédure qui finalise la préparation de la simulation.

### 3.5 Simulation numérique du « Frittage Flash ».

Cette section expose les différents points concernant la mise en place des simulations numériques du « Frittage Flash » pour les quatre essais (A-1-900, A-2-750, A-3-417 et A-4-760). La géométrie de la partie modélisée est d'abord présentée. Les conditions aux limites

réelles appliquées sur cette géométrie sont ensuite détaillées. Enfin les paramètres physiques et les conditions initiales implémentés dans le modèle sont discutés.

### **3.5.1 Géométrie**

La géométrie axisymétrique retenue pour la simulation numérique comprend les entretoises (ou spacer), la matrice, les pistons, l'échantillon, les feuilles de graphite et la feutrine, voir Figure 3.11. La partie des entretoises comprenant le centreur et les trous destinés à recevoir les thermocouples, n'est pas considérée.

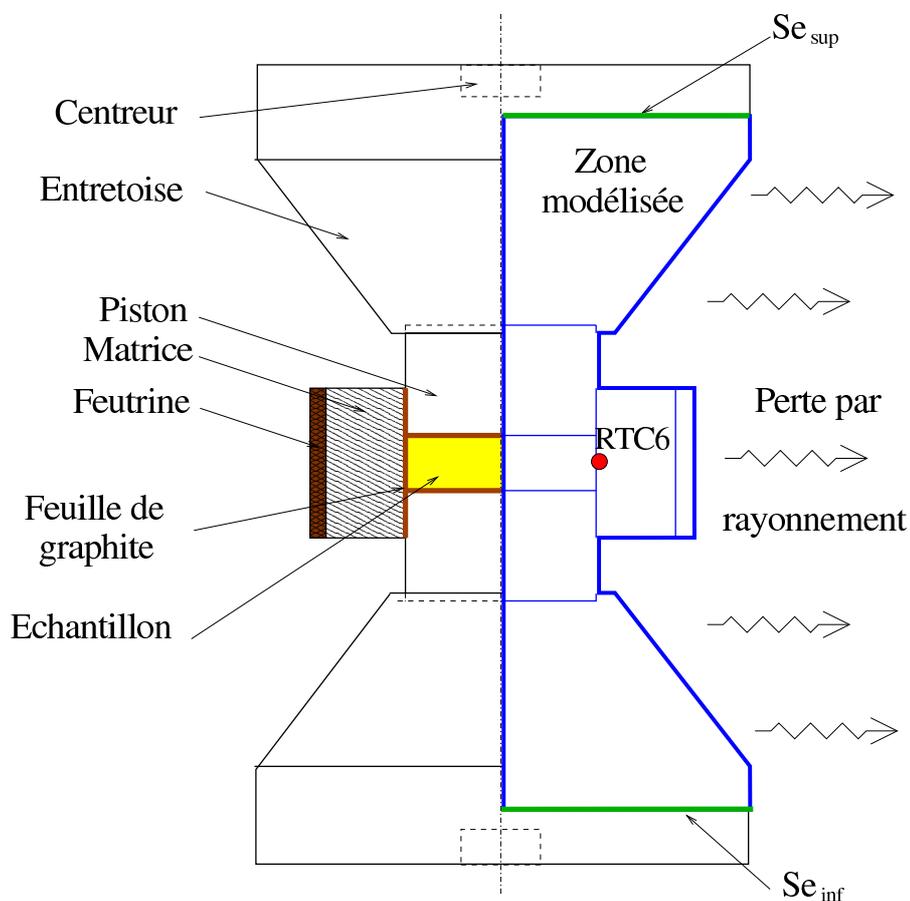


FIG. 3.11 – Zone modélisée pour les simulations numériques thermo-électro-mécaniques du procédé «Frittage Flash». Les conditions aux limites thermique électrique et mécanique sont appliquées sur les sections  $Se_{sup}$  et  $Se_{inf}$  des entretroises supérieure et inférieure. Les parois latérales de l'assemblage sont soumises à des pertes par rayonnement et libres de contraintes.

Cette géométrie est ensuite maillée en utilisant, dans les modules thermo-électrique et mécanique, des éléments rectangulaires linéaires à quatre noeuds (Nom élément dans ABAQUS : Module thermo-électrique : DCAX4E et Module mécanique : CAX4R) et développés pour des problèmes axisymétriques. Le détail du maillage ainsi qu'une étude de convergence sont développés en Annexe A.

### 3.5.2 Conditions aux limites

Les conditions aux limites imposées à la frontière du modèle se divisent en trois groupes : les conditions aux limites de nature thermique, électrique et mécanique.

#### 3.5.2.1 Conditions aux limites thermiques

Le système de refroidissement dans les électrodes situées aux extrémités de la partie modélisée est relativement complexe et peu connu. Dans cette première approche, nous avons choisi d'imposer à chaque extrémité du montage l'histoire de température obtenue via des thermocouples. Lors d'un essai de calibration sur un nickel dense (chargement mécanique de  $70\text{MPa}$ , température maximale en  $RTC6$  de  $750^\circ\text{C}$ , échantillon de  $60\text{mm}$  de diamètre et de  $10\text{mm}$  de hauteur), l'évolution du champ de température a été mesurée par trois thermocouples positionnés sur la section  $Se_{sup}$  au centre ( $T1$ ), à  $40\text{mm}$  du centre ( $T2$ ) et sur son bord (à  $80\text{mm}$  du centre ( $T3$ )), voir Figure 3.12. Grâce à ces trois thermocouples, il a été possible d'évaluer la distribution spatiale de la température le long de  $Se_{sup}$ . La Figure 3.12, présente la mesure des trois températures. On observe une température plus importante au centre de l'entretoise que sur son bord. On note également une légère différence de température, entre  $T1$  et  $T2$  d'une valeur moyenne de  $15^\circ\text{C}$  alors qu'entre  $T2$  et  $T3$ , la différence de température est plus importante, avec une différence moyenne de  $35^\circ\text{C}$ . On constate ainsi les rapports moyens de  $\frac{T2}{T1} = 0,94$  et de  $\frac{T3}{T1} = 0,8$ .

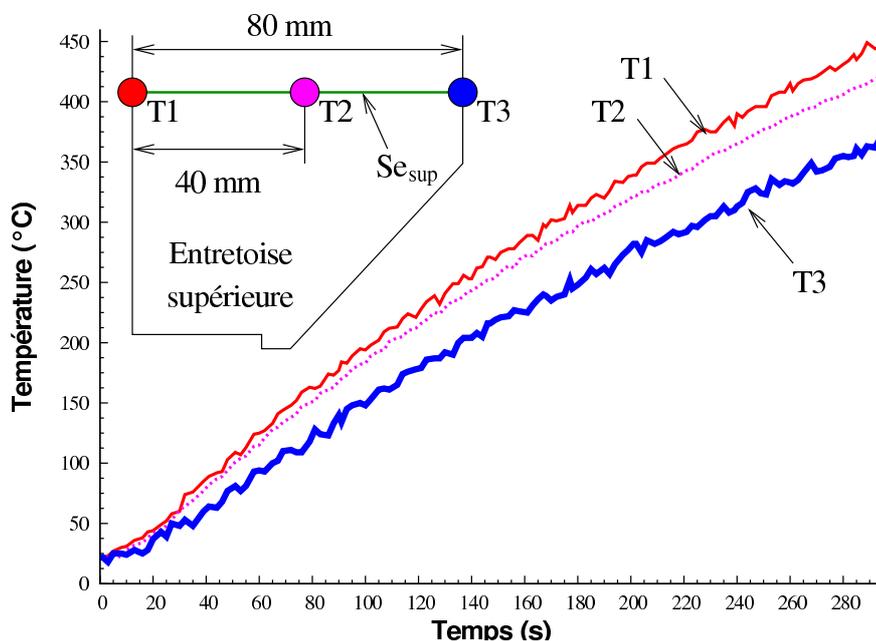


FIG. 3.12 – Evolution des températures sur la section  $Se_{sup}$  de l'entretoise supérieure. Dans cet essai de calage, les thermocouples  $T1$ ,  $T2$  et  $T3$  sont placés au centre, à  $40\text{mm}$  du centre et sur le bord de la section  $Se_{sup}$ .

Lors des quatre essais réalisés, un nouveau positionnement des thermocouples est adopté. Des thermocouples  $TA1$  et  $TA2$  ont été placés au centre et au bord de la section  $Se_{sup}$  de l'entretoise supérieure et un thermocouple  $TA3$  au centre de section  $Se_{inf}$  de l'entretoise inférieure. Cette configuration, montrée en Figure 3.13 a été utilisée pour valider la symétrie ou non du champ de température par rapport au centre de l'échantillon. Les Figures 3.13 et 3.14 montrent les températures mesurées par  $TA1$ ,  $TA2$  et  $TA3$  durant les expériences A-1-900, A-2-750, A-3-413 et A-4-760. La différence de température entre les deux entretoises n'est pas négligeable pour les essais A-1-900 et A-1-750. On note des différences moyennes de température de  $55^{\circ}\text{C}$  pour A-1-900, de  $60^{\circ}$  pour A-1-750. Ces résultats indiquent que le champ de température n'est pas tout à fait symétrique dans le dispositif par rapport au centre de l'échantillon. En revanche pour les essais A-3-413 et A-4-760, les différences de tem-

pérature sont moins importantes. Elles sont de  $8^{\circ}\text{C}$  pour l'essai A-3-413 et de  $2^{\circ}\text{C}$  pour l'essai A-4-760 indiquant que le champ de température est quasi-symétrique.

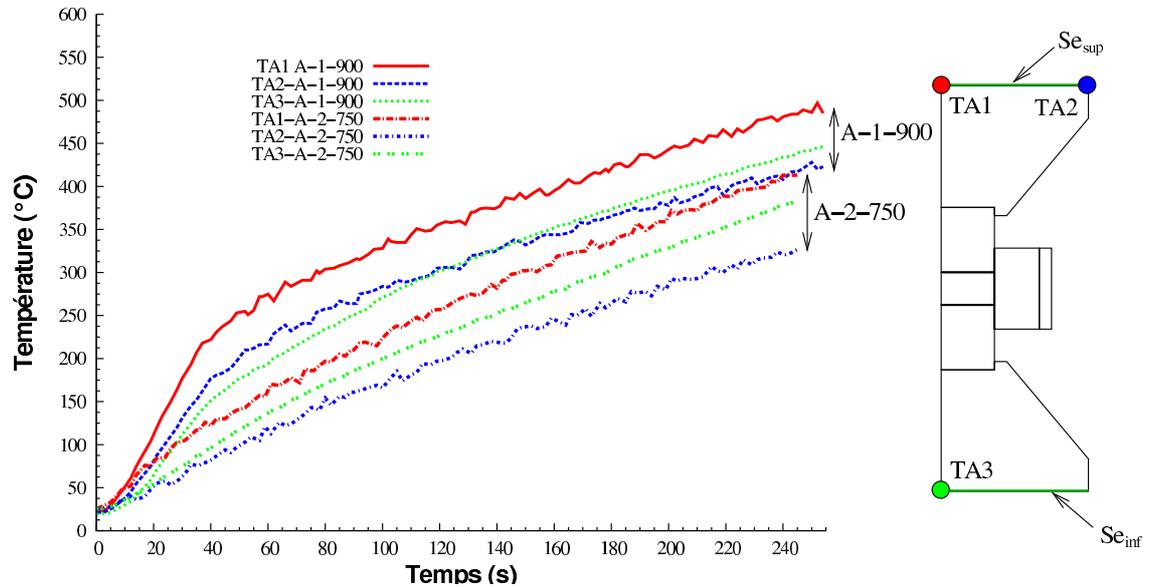


FIG. 3.13 – Evolution des températures  $TA1$ ,  $TA2$  et  $TA3$  mesurées sur les sections  $Se_{sup}$  et  $Se_{inf}$  des entretoises supérieure et inférieure pour les essais A-1-900 et A-2-750.

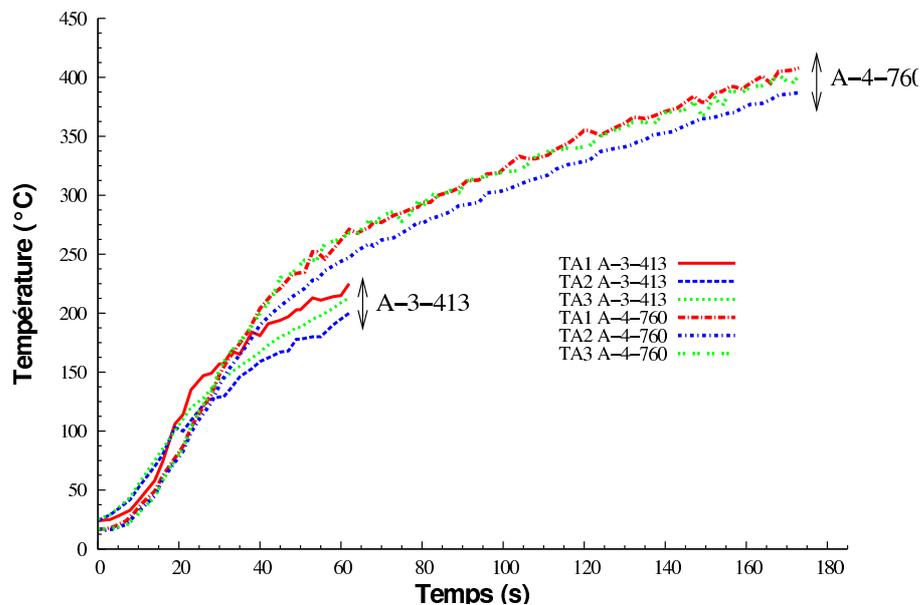


FIG. 3.14 – Evolution des températures  $TA1$ ,  $TA2$  et  $TA3$  mesurées sur les sections  $Se_{sup}$  et  $Se_{inf}$  des entretoises supérieure et inférieure pour les essais A-3-413 et A-4-760.

Compte tenu des données expérimentales, nous allons imposer le champ de température sur les sections  $Se_{sup}$  et  $Se_{inf}$ . Ce champ de température devra tenir compte de la non-symétrie entre haut et bas et de la non uniformité de la température sur les sections  $Se_{sup}$  et  $Se_{inf}$  des entretoises. Afin de préciser les conditions aux limites en température des essais expérimentaux A-1-900, A-2-750, A-3-413 et A-4-760, nous proposons de définir une évolution de la distribution de température sur la section des entretoises conforme aux mesures réalisées précédemment. Pour les quatre essais expérimentaux, les températures au centre et au bord de  $Se_{sup}$  sont connues. Nous allons supposer par ailleurs que la température en  $T2$  se déduit de  $T1$  via le rapport  $\frac{T2}{T1} = 0,94$  (voir l'essai de calibration 3.12). Nous aurions aussi pu adopter une distribution spatiale linéaire. Mais l'essai de calibration a montré une dépendance en position non linéaire de la température. Par conséquent, la distribution de température sur l'entretoise supérieure est interpolée spatialement par un polynôme de degrés 2 défini comme suit :

$$T_{sup}(r, t) = TA1(t) \left( \frac{(8 * 10^{-2} - r)(4 * 10^{-2} - r)}{3,2 * 10^{-3}} + \frac{r(8 * 10^{-2} - r)}{1,6 * 10^{-3}} 0,94 \right) - \frac{r(4 * 10^{-2} - r)}{3,2 * 10^{-3}} TA2(t) \quad (3.33)$$

où  $r$  est la position radiale par rapport au centre de la section  $Se_{sup}$  comprise entre 0 et 0,08m. Les températures  $TA1$  et  $TA2$ , sont les mesures obtenues lors des quatre expériences. L'expression (3.33) est ensuite appliquée sur les noeuds de la section de l'entretoise supérieure. Quant à la section de l'entretoise inférieure, la distribution de température est supposée identique à son homologue supérieur. En revanche, son amplitude est modifiée afin que la température en son centre puisse se corrélérer avec la valeur mesurée par  $TA3$ . Ainsi l'évolution de la distribution en température s'écrit :

$$T_{inf}(r, t) = \frac{TA3(t)}{TA1(t)} T_{sup}(r, t) \quad (3.34)$$

Le rapport  $\frac{T_{A3}(t)}{T_{A1}(t)}$  varie de 0,57 à 1 pour l'essai A-1-900, de 0,7 à 1 pour l'essai A-2-750, de 0,91 à 1,2 pour l'essai A-3-413 et est égal à 1 pour l'essai A-4-760.

Les pertes par convection sont négligées puisque l'enceinte est sous vide. En revanche, les pertes par rayonnement sur les parois latérales de l'assemblage sont considérées. Elles nécessitent de connaître la température de la paroi de l'enceinte refroidie. Un thermocouple est positionné sur la paroi refroidie. L'évolution est montrée pour les quatre essais sur les Figures 3.15 et 3.16. Cette mesure fournit le terme  $T_e$  de l'équation (3.7). Dans nos simulations, l'émissivité du graphite est égale à 0,8 et de 0,99 pour la feutrine (donnée fournisseur Carbone Lorraine).

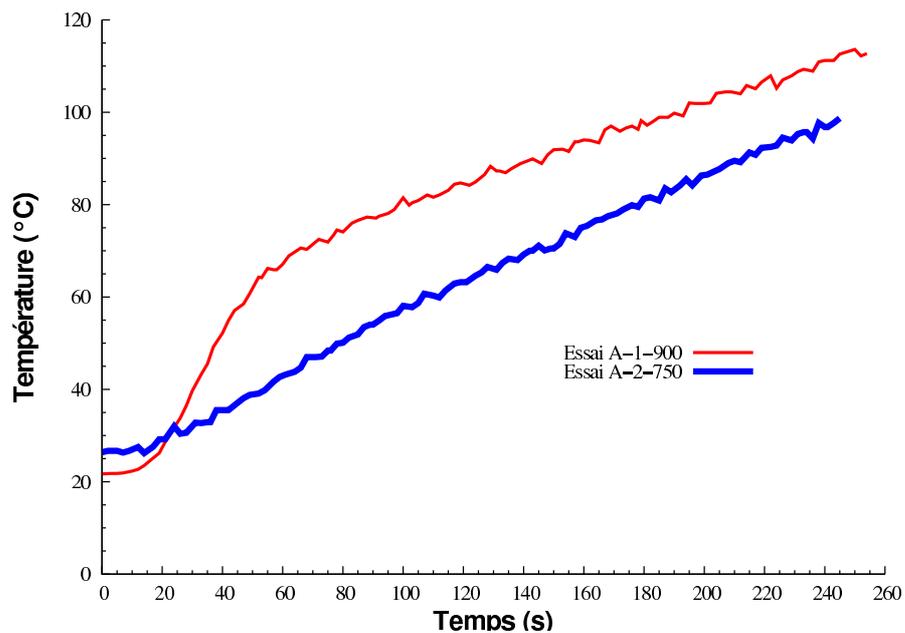


FIG. 3.15 – Evolution de la température mesurée sur la paroi refroidie de l'enceinte pour les essais A-1-900 et A-2-750. Cette mesure permet de définir le terme  $T_e$  dans l'équation (3.7) des pertes par rayonnement.

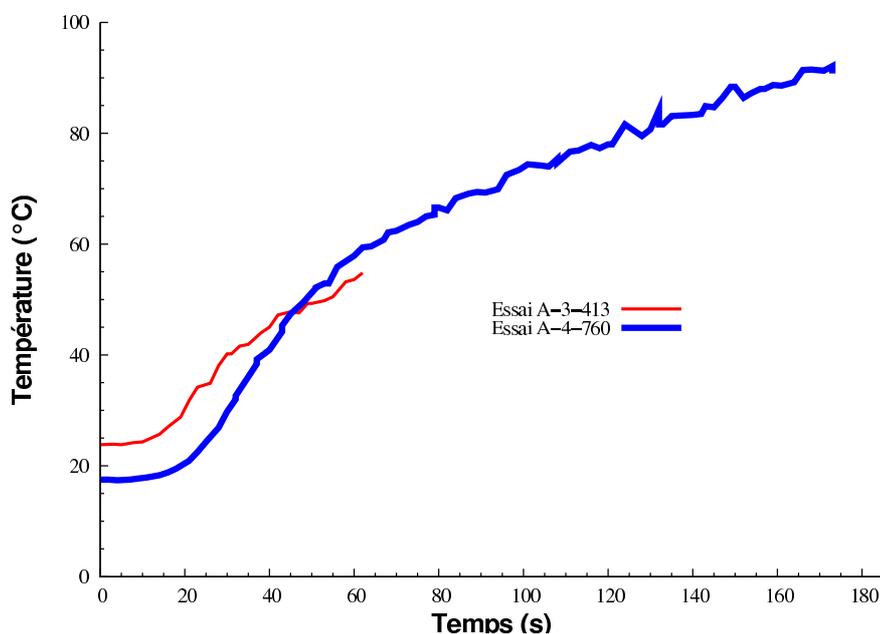


FIG. 3.16 – Evolution de la température mesurée sur la paroi refroidie de l’enceinte, pour les essais A-3-413 et A-4-760. Cette mesure permet de définir le terme  $T_e$  dans l’équation (3.7) des pertes par rayonnement.

Notons que pour ces simulations, les résistances thermiques et électriques des contacts entre les pièces sont négligées.

### 3.5.2.2 Conditions aux limites électriques

Les sections  $S_{e_{sup}}$  et  $S_{e_{inf}}$  des entretoises supérieure et inférieure, sont également soumises à des conditions aux limites électriques. Ces conditions peuvent être soit en courant soit en tension. Étant donné que la tension fournie par le système n’est pas mesurée aux bornes de la partie modélisée, il est préférable d’appliquer un courant. En effet, ce dernier est conservé le long du procédé puisque les électrodes sont montées en série avec l’outillage. Nous n’avons pas d’information sur la répartition du courant. Il paraît évident alors de supposer une répartition uniforme sur la section. Le courant est donc appliqué sur l’entretoise

supérieure  $Se_{sup}$  via une densité de courant.

Les évolutions de la densité de courant sont montrées en Figures 3.17 et 3.18 pour les essais A-1-900, A-2-750, A-3-413 et A-4-760. Ces informations seront donc utilisées pour définir la condition à la limite en courant imposée sur  $Se_{sup}$ .

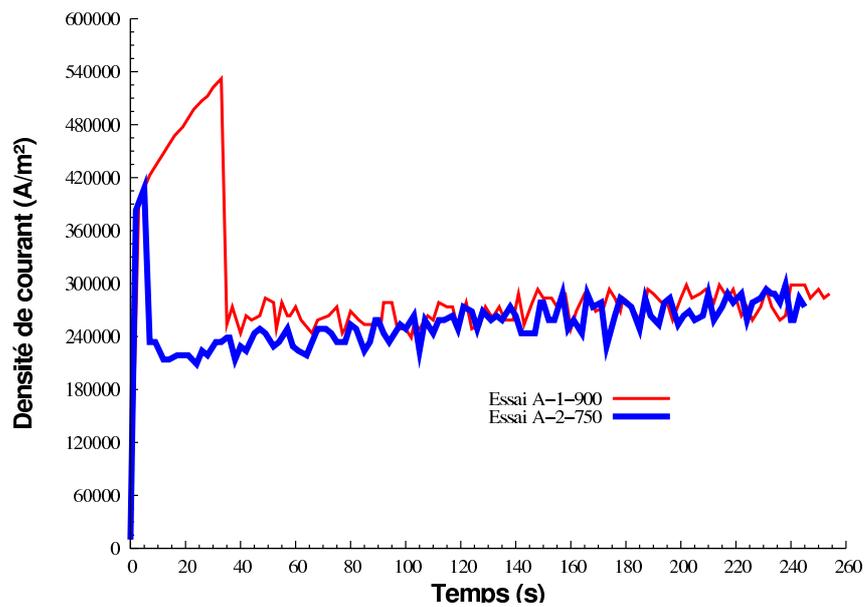


FIG. 3.17 – Evolution de la densité de courant mesurée au niveau de la section de l'entretoise supérieure pour les essais A-1-900 et A-2-750.

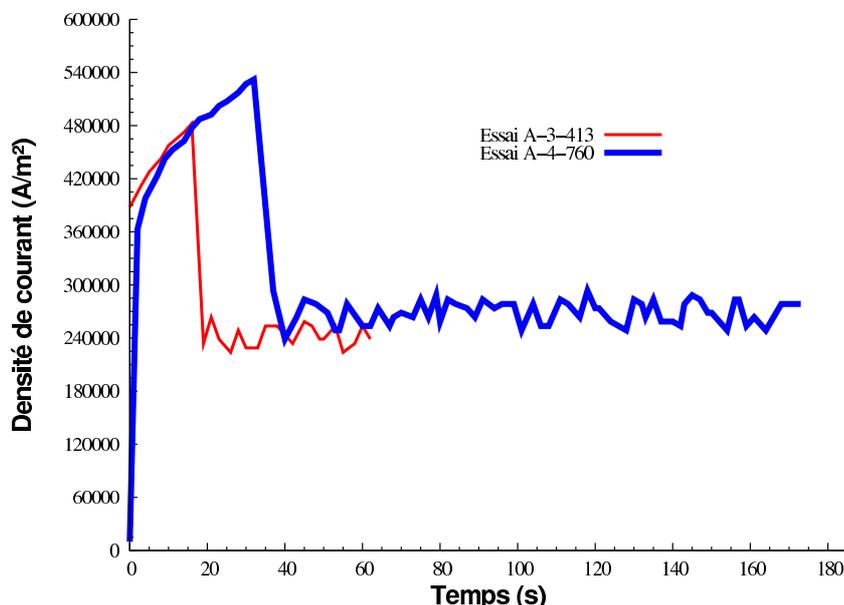


FIG. 3.18 – Evolution de la densité de courant mesurée au niveau de la section de l'entretoise supérieure pour les essais A-3-413 et A-4-760.

La section  $Se_{inf}$  du spacer inférieur, est soumise à un potentiel nul.

### 3.5.2.3 Conditions aux limites mécaniques

Les sections  $Se_{sup}$  et  $Se_{inf}$  des entretoises supérieure et inférieure sont soumises également à des conditions aux limites mécaniques. Dans la technologie étudiée, l'entretoise supérieure est immobile. Quant à la section  $Se_{inf}$  de l'entretoise inférieure, elle est soumise à un chargement mécanique constant de  $9.85MPa$  durant le process. Il est supposé uniforme sur la section. Cela correspond à un chargement mécanique de  $70MPa$  appliqué sur l'échantillon. La surface latérale du système est supposée libre de contraintes.

La gestion du contact mécanique entre les pièces est gérée par le logiciel ABAQUS qui utilise un algorithme basé sur la méthode des pénalités limitant la pénétration des parties de l'assemblage.

Puisque le frottement entre la matrice et l'ensemble « pistons-échantillon » n'est pas intégré dans notre modèle numérique, un déplacement d'un noeud de la matrice est imposé. Ce déplacement est égal à la moitié de celui de l'entretoise inférieure afin d'assurer la conservation de la symétrie de l'assemblage par rapport au centre de l'échantillon. Des mesures sur la position de la matrice lors des essais A-2-750 et A-3-413 confirment que le système a tendance à conserver sa symétrie, voir Tableau 3.4.

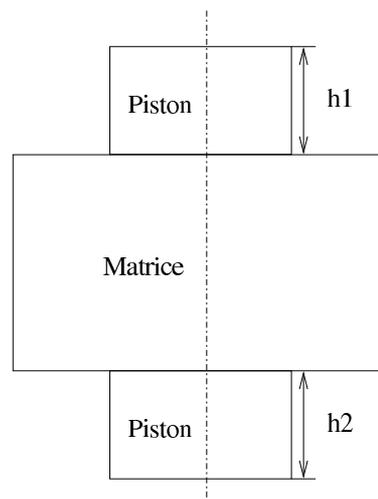


FIG. 3.19 – Mesure de la position de la matrice avant et après l'essai. Les mesures sont réalisées sans chargement mécanique de l'ensemble.

| Hauteur en mm  | Avant densification | Après densification |
|----------------|---------------------|---------------------|
| essais A-2-750 |                     |                     |
| h1             | 20,71               | 16,17               |
| h2             | 21,65               | 16,97               |
| essais A-3-413 |                     |                     |
| h1             | 20,52               | 17,48               |
| h2             | 21,64               | 19,01               |

TAB. 3.4 – Mesure des hauteurs h1 et h2 avant et après densification afin de contrôler si le système conserve sa symétrie par rapport au centre de l'échantillon durant l'élaboration du nickel. h1 et h2 sont définies en Figure 3.19.

La mise en place de ces simulations nécessite également de préciser les paramètres physiques caractérisant les différents matériaux impliqués dans le système. Notamment dans la

suite, nous allons nous à attacher à décrire les dépendances en température et en porosité (si cela est nécessaire) des données matériaux.

### 3.5.3 Données matériaux

Les matériaux intervenant dans la simulation du procédé « Frittage Flash » sont : le graphite référencé 2333 de Carbone Lorraine composant la matrice, les pistons et les entretoises, les feuilles de graphite (Papyex N998), la feutrine en graphite (RGV2000 Carbone Lorraine) ainsi que le nickel pour l'échantillon. Pour l'ensemble des matériaux, les paramètres nécessaires à la simulation du procédé sont : les conductivités électrique et thermique, la chaleur spécifique, la masse volumique et l'émissivité pour le module thermo-électrique et quant au module mécanique, la masse volumique, le module d'Young, le coefficient de Poisson et le coefficient de dilatation thermique. L'ensemble de ces données, pour chaque matériau, avec leur dépendance en température est indiqué en Annexe B.

Pour plus de détails, on peut noter que le graphite 2333 est isotrope et possède à température ambiante une résistivité électrique (définie comme l'inverse de la conductivité électrique) 177 fois supérieure à celle du nickel permettant une importante génération de chaleur par effet Joule. De plus, le graphite 2333 diffuse rapidement la chaleur et sa diffusivité (définie comme le rapport de la conductivité thermique sur le produit de la masse volumique et de la chaleur spécifique) est 3,45 fois plus importante que le nickel. Cependant, d'autres éléments de l'assemblage en graphite ne présentent pas les mêmes caractéristiques comme par exemple les feuilles de graphite et la feutrine (voir Annexe B). Les feuilles de graphite (Papyex de Carbone Lorraine) protègent la matrice et les pistons de l'échantillon. Elles sont constituées d'une multitude de couches en graphite toutes parallèles au plan de la feuille. Cette structure particulière confère, à ces feuilles, des propriétés physiques anisotropes. Les conductivités thermique et électrique sont comparables à celle du graphite 2333 dans les directions

du plan de la feuille. Cependant, à température ambiante, dans la direction orthogonale au plan de la feuille, leur conductivité thermique est divisée par 40 et la résistivité électrique est multipliée par 50 limitant la diffusion de la chaleur et le passage du courant dans cette direction. Concernant la feutrine en graphite (Carbone Lorraine) entourant la matrice afin de limiter les pertes par rayonnement, elle constitue un excellent isolant thermique entre la paroi latérale extérieure de la matrice et le milieu environnant puisque sa conductivité thermique est environ 1000 plus faible que le graphite 2333.

En Annexe B, nous pouvons constater que les propriétés de la feuille de graphite et de la feutrine ne sont pas toutes connues avec précision. Par conséquent, nous adoptons pour les feuilles de graphite, une chaleur spécifique, un module d'Young et un coefficient de Poisson identiques à ceux du graphite 2333. Concernant la feutrine, elle se présente sous la forme d'un matériau souple. Ainsi nous adoptons une valeur arbitraire faible de son module de Young ( $1000\text{MPa}$ ). À noter que son rôle est purement thermique (barrière thermique) et donc sa présence n'a pas d'effet de renforcement mécanique pour la matrice. Signalons également que la résistivité électrique choisie correspond à celle d'une feutrine d'un autre fournisseur (Sigratherm flexible graphite felt GFA 5). Le coefficient de Poisson est celui du graphite 2333.

Pour l'échantillon de nickel, les paramètres matériau dépendent également de la porosité. Des expressions développées dans la littérature, voir tableau 3.5, permettent d'exprimer la dépendance de la conductivité thermique, de la résistivité électrique, de la chaleur spécifique et de la masse volumique en fonction de la porosité  $\theta$  du nickel. La dépendance des modules d'élasticité et du coefficient de dilatation thermique ont été discutées dans le chapitre 2 (voir équations (2.20), (2.22) et (2.23)). Les paramètres  $A$ ,  $n$ ,  $\theta_0$ ,  $\alpha$  et  $\beta$  restent à ce stade, inconnus. Ils seront déterminés plus tard dans ce mémoire.

|                        |  |                                 |
|------------------------|--|---------------------------------|
| Chaleur spécifique     | $C_p(T, \theta) = C_p(T, \theta = 0)(1 - \theta)$                          | Chernikova <i>et al.</i> (1992) |
| Densité                | $\rho(T, \theta) = \rho(T, \theta = 0)(1 - \theta)$                        |                                 |
| Conductivité thermique | $\lambda(T, \theta) = \lambda(T, \theta = 0) \frac{2(1-\theta)}{2+\theta}$ | Maxwell (1873)                  |
| Resistivité électrique | $\rho_e(T, \theta) = \rho_e(T, \theta = 0) \frac{2+\theta}{2(1-\theta)}$   |                                 |

TAB. 3.5 – Dépendance des propriétés physiques du nickel en fonction de la porosité.

### 3.5.4 Conditions initiales

Comme nous l'avons vu précédemment, voir Figure 3.10, le calcul séquentiel débute par la détermination du champ de température dans le système sur un premier intervalle de temps  $\delta t$ . Des conditions initiales uniformes ont été imposées pour ce premier calcul thermo-électrique. Une température égale à la température ambiante ( $20^\circ C$ ) est appliquée à l'ensemble du système de même qu'un potentiel électrique nul. Concernant, le premier calcul via le module mécanique, une porosité uniforme est imposée à l'échantillon de nickel. Les porosités initiales des quatre essais sont données dans le Tableau 3.6 ci-dessous :

| Essais  | Porosités initiales |
|---------|---------------------|
| A-1-900 | 0,447               |
| A-2-750 | 0,465               |
| A-3-413 | 0,475               |
| A-4-760 | 0,458               |

TAB. 3.6 – Porosités initiales de l'échantillon de nickel pour les quatre essais.

Il est probable que des hétérogénéités de porosité puissent exister. Cependant, l'hypothèse d'un champ de porosité initiale uniforme permet de distinguer les gradients de porosité induits par le procédé de ceux produits par un champ initial de porosité non uniforme mais plus réel.

Enfin un déplacement nul est initialement imposé sur l'ensemble du modèle.

L'ensemble des conditions aux limites et initiales et les dépendances des paramètres matériau abordés précédemment sont implémentés dans les modules respectifs. Cependant, les

paramètres  $\theta_o$ ,  $\alpha$  et  $\beta$ , inclus dans la définition des fonctions de porosité  $f$  et  $c$  du chapitre précédent et les paramètres  $A$  et  $n$ , sont essentiels pour simuler la densification du nickel. Une procédure pour les déterminer est alors nécessaire. La prochaine section a pour objet de décrire cette procédure.

### 3.6 Identification des paramètres de la loi de compaction du nickel

La modélisation de la densification du nickel nécessite d'identifier les paramètres  $A$ ,  $n$  de la loi de fluage et  $\theta_o$ ,  $\alpha$  et  $\beta$  des modèles micromécaniques modifiés. Ces paramètres, traités dans le chapitre précédent, permettent aux modèles micromécaniques modifiés de décrire convenablement la densification réelle du matériau. L'ensemble des modèles micromécaniques modifiés, présenté dans le Chapitre 2, conduit à des résultats similaires. Nous allons donc retenir dans la suite le modèle de Cocks modifié.

L'identification des paramètres  $A$ ,  $n$ ,  $\theta_o$ ,  $\alpha$  et  $\beta$  requiert un protocole expérimental analogue à celui utilisé pour le modèle d'Abouaf. Il nécessite des essais de compression simple à différentes températures sur un nickel dense pour déterminer les paramètres de fluage  $A$  et  $n$  de l'équation (2.39) (voir chapitre 2, section 2.2.2.2) et des essais de compression sur corps poreux ainsi que des essais de compaction isostatique à chaud ou de compaction à chaud pour identifier  $f$  et  $c$ . Cependant, ces essais expérimentaux n'ont pu encore être réalisés sur le nickel étudié dans ce mémoire. Pour pallier ce problème, nous allons donc adopter les valeurs  $A$  et  $n$  de la littérature : (Norman et Duran, 1970). Norman et Duran (1970) ont réalisé des essais de fluage sur un nickel 270 dense (International Nickel Company) d'une pureté de 99.98%. Le nickel est polycristallin et la taille moyenne des grains est de  $200\mu m$ . Le fluage stationnaire est recherché pour des gammes de température et de contraintes comprises entre

260 et 650°C et entre 45 et 250 MPa, respectivement. Les résultats de ces essais conduisent à des vitesses de déformation viscoplastique de l'ordre de  $10^{-8}$  à  $10^{-5} s^{-1}$ . La loi de fluage identifiée dans ces travaux permet d'obtenir  $A(T)$  et  $n(T)$  :

$$A(T) = 2,06 * 10^{-8} \exp\left(\frac{-2,0662 * 10^4}{T}\right) \quad (3.35)$$

$$n(T) = 7 \quad (3.36)$$

où  $A(T)$  a pour unité  $MPa^{-n} s^{-1}$  et l'énergie d'activation vaut  $Q = 171,7 kJ mol^{-1}$  (voir équation (2.26)). Il reste à définir les fonctions  $f$  et  $c$  du potentiel viscoplastique. La compaction à chaud peut être remplacée, dans cette étude, par les essais de « Frittage Flash » puisque l'état de contrainte au sein de l'échantillon est identique. L'utilisation des essais de compaction à chaud ou de « Frittage Flash » conduit à la relation suivante (voir Chapitre 2, équation (2.53).) obtenue en considérant la matrice indéformable :

$$\frac{1}{9} \left| \frac{tr(\underline{D})}{A(T), \Sigma_{zz}^n} \right|^{\left(\frac{2}{n+1}\right)} = \frac{fc}{c+4f} \quad (3.37)$$

Cependant, cette équation ne permet pas d'isoler les fonctions de porosité  $f$  et  $c$ . Pour simplifier nous supposons que  $\alpha = \beta$ . Les termes  $f$  et  $c$  du modèle de Cocks modifié sont donc soumis au même changement de variable de porosité  $\theta_n = \left(\frac{\theta}{\theta_o}\right)^\alpha$ . En posant  $g(\theta) = \frac{fc}{c+4f}$  et à l'aide de l'équation (2.44), (3.37) peut se réécrire :

$$g(\theta) = \frac{fc}{c+4f} = \frac{1}{9} \left| \frac{\dot{\theta}}{(1-\theta)} \right|^{\left(\frac{2}{n+1}\right)} \quad (3.38)$$

À partir de la dépendance en porosité de  $g$  déterminée expérimentalement, il sera alors possible de trouver  $\alpha$  et  $\theta_o$  et ainsi  $f$  et  $c$  seront connus. Pour déterminer la fonction  $g$  à partir de l'équation (3.38), il est nécessaire d'obtenir par des essais expérimentaux, l'histoire de la

contrainte appliquée  $\Sigma_{zz}$ , de la porosité  $\theta$  et de la température  $T$ . L'expérience ne nous fournissant que des grandeurs macroscopiques, seules des valeurs moyennes sont accessibles. Sur les cycles expérimentaux présentés précédemment (voir Tableaux 3.2 et 3.3), les essais A-1-900 et A-2-750 ont été sélectionnés pour identifier la fonction  $g$ . L'essai A-1-900 a été choisi pour sa faible porosité finale (0.6%) puisqu'il permet de définir la fonction  $g$  sur une large gamme de porosité comprise entre 0.6 et 44.7%. Concernant l'essai A-2-750, il a été sélectionné pour sa faible vitesse de montée en température de frittage comme illustré en Figure 3.20 afin d'évaluer une possible influence de cette vitesse sur la fonction  $g$ . Les autres essais seront utilisés dans la suite pour valider le modèle.

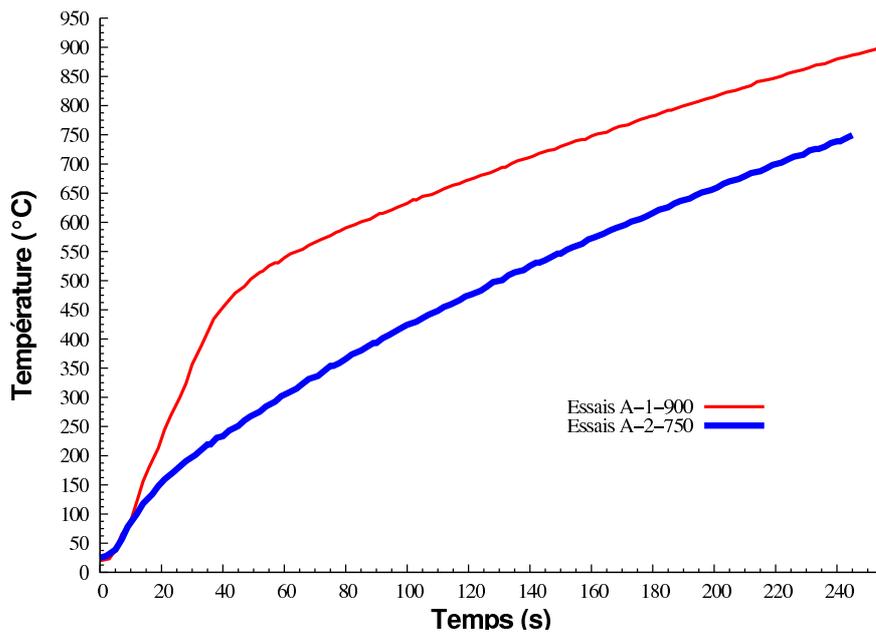


FIG. 3.20 – Evolution de la température de frittage pour les essais A-1-900 et A-2-750. On note des vitesses de montée en température distinctes induites par les différentes durées de la sur-alimentation électrique du système (voir Tableau 3.2 et Figure 3.17).

Pour ces deux essais, l'histoire de la contrainte moyenne  $\Sigma_{zz}$  dans l'échantillon est constante et vaut donc  $70\text{MPa}$ . Concernant l'histoire de la porosité, celle-ci est déterminée à partir de la mesure du déplacement de l'électrode (assimilé au retrait de l'échantillon, voir

section 3.3). En considérant la conservation de la masse de nickel et le diamètre de l'échantillon constant (60mm) durant l'essai, la porosité  $\theta(t)$  à l'instant  $t$  s'exprime par :

$$\theta(t) = 1 - \frac{(1 - \theta_f) h_f}{h(t)} \quad (3.39)$$

où  $h_f$  et  $\theta_f$  sont les hauteur et porosité finales mesurées à froid et définies dans le Tableau 3.3.  $h(t)$  est la hauteur de l'échantillon à l'instant  $t$  obtenue à partir du déplacement de l'électrode inférieure. Ainsi, à partir de l'évolution de la porosité (Figure 3.21) pour ces deux essais, la vitesse de densification ( $-\dot{\theta}$ ) est calculée numériquement. Le terme  $\frac{\dot{\theta}}{(1-\theta)}$  de l'équation (3.38) est alors connu expérimentalement. Notons que les porosités initiales du Tableau 3.6 dans la section 3.5.4 ont été déterminées par la relation (3.39).

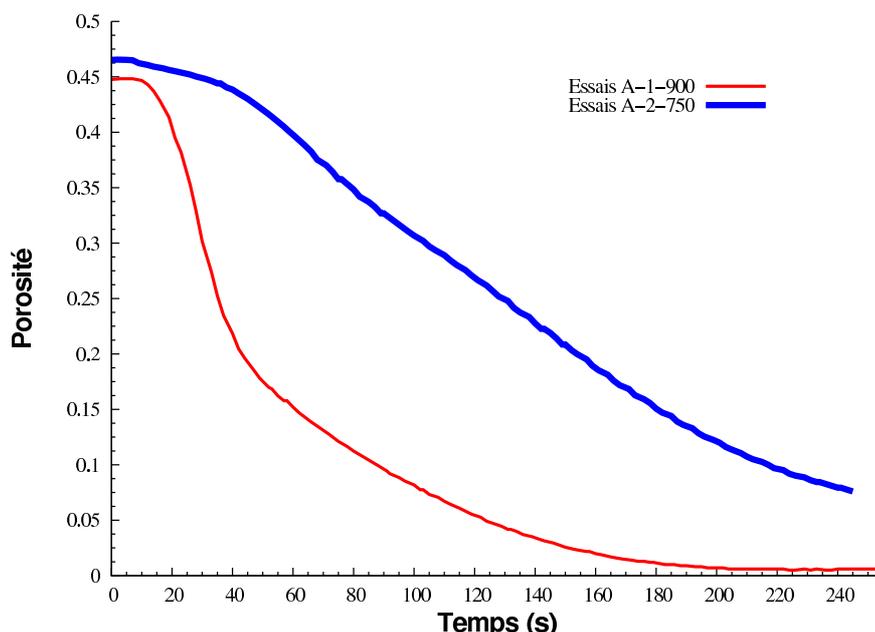


FIG. 3.21 – Evolution de la porosité pour les essais A-1-900 et A-2-750. Ces évolutions permettent de calculer le terme  $\frac{\dot{\theta}}{(1-\theta)}$  de l'équation (3.38).

Il reste alors à déterminer l'histoire de température moyenne dans l'échantillon. Du point de vue expérimental, seule la température en *RTC6* est mesurée. Sa proximité avec l'échan-

tillon, nous amène à considérer que cela conduit à une valeur proche de la température moyenne dans l'échantillon. Toutefois, Matsugi *et al.* (2003a) ont calculé (voir Figure 3.22] le champ de température dans le système obtenu via une simulation en considérant un échantillon de titane électriquement conducteur. On constate une différence de température de quelque dizaines de degrés ( $31^{\circ}\text{C}$ ) entre le centre de l'échantillon (position C1) et le bord intérieur de la matrice (position D3). Ce résultat sur un matériau conducteur, nous oblige à calculer la température moyenne dans l'échantillon de nickel par des simulations numériques thermo-électro-mécaniques couplées. Ces simulations sont détaillées dans la suite de ce mémoire. La température sera alors plus précise qu'en adoptant la valeur mesurée en *RTC6*. La fonction  $g(\theta)$  sera donc définie plus finement.

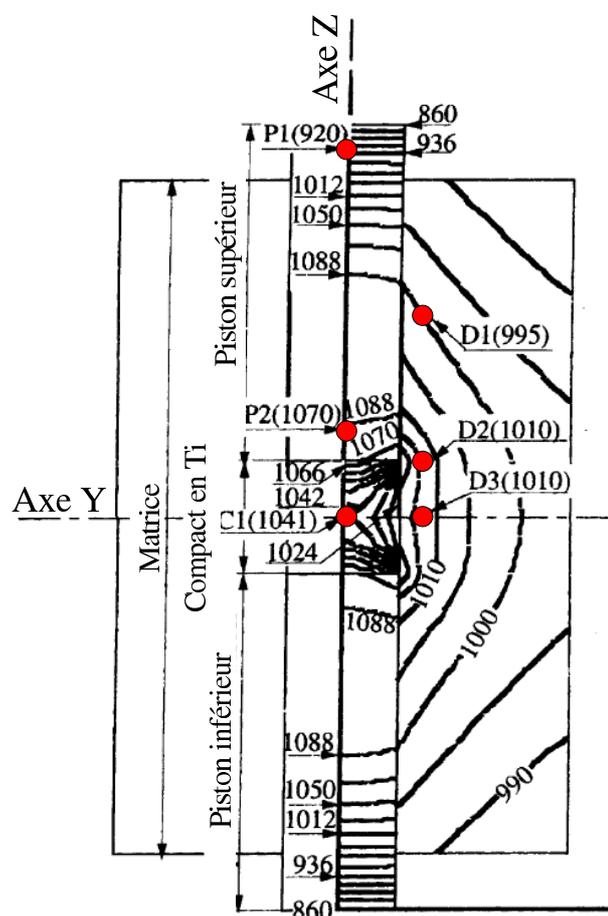


FIG. 3.22 – Distribution de la température dans le procédé « Frittage Flash ». (Matsugi *et al.*, 2003a).

### 3.6.1 Simulations numériques pour l'identification de la température moyenne de l'échantillon.

Les simulations numériques thermo-électro-mécaniques permettant d'obtenir la température moyenne dans l'échantillon doivent reproduire un champ de température le plus proche de l'expérience. Il est important de bien retrouver via la simulation, la température en *RTC6*. A ce stade, les paramètres  $\alpha$  et  $\theta_o$  ne sont pas connus. Par conséquent, le comportement viscoplastique du nickel n'est pas précisément défini. Cependant, nous recherchons le champ de température et celui-ci peut être déterminé avec précision sans connaître le

comportement plastique du matériau poreux. En effet, l'élévation de chaleur produite par la conservation du travail plastique au cours de la déformation est faible devant l'apport par effet Joule et donc n'influe que très peu sur le résultat final des températures. Par contre, il est important de tenir compte de la densification car cela modifie fortement les paramètres de conductivité, de masse volumique. Pour ce faire, nous allons réaliser la simulation des essais A-1-900 et A-2-750 en pilotant le champ de déplacement du piston plutôt qu'en imposant la force sur un échantillon. Les résultats avec ce nouveau pilotage sont présentés ci-dessous.

### 3.6.1.1 Conditions aux limites électriques

La Figure 3.23 montre l'évolution des températures calculées et mesurées en *RTC6* et sur la surface latérale du piston à  $5\text{mm}$  de l'entretoise supérieure (*P*). Dans cet exemple, la densité de courant électrique de l'essai A-2-750 décrite en Figure 3.17 a été appliquée sur la surface  $S_{e_{sup}}$ .

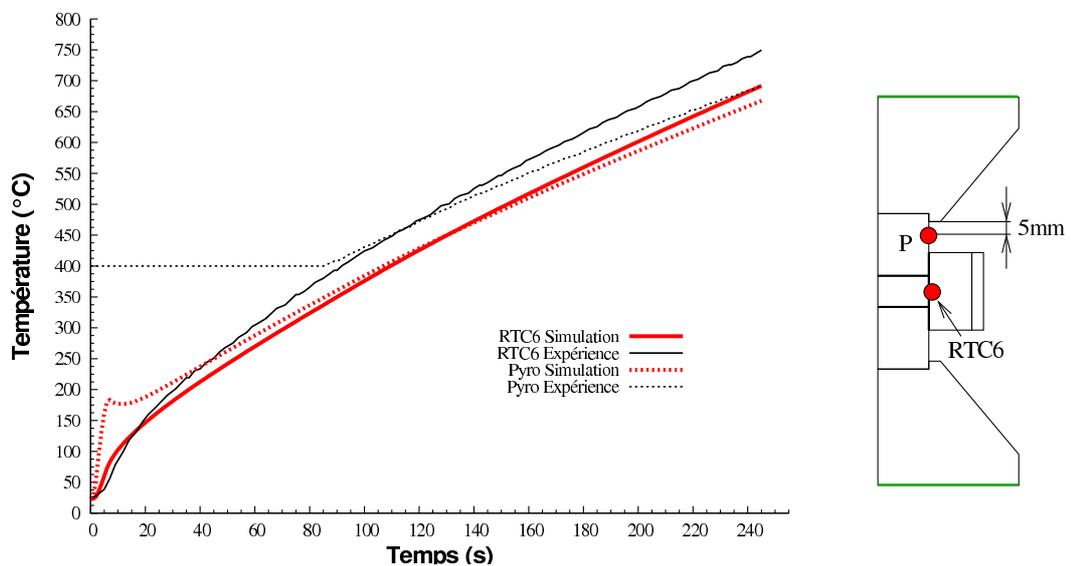


FIG. 3.23 – Evolution de la température obtenue en *RTC6* et en *P* avec la densité de courant de la Figure 3.17 pour l'essai A-2-750.

La température mesurée en *P* est obtenue par un pyromètre destiné à des mesures de

températures supérieures à  $400^{\circ}\text{C}$ . Les températures calculées ont été obtenues par une simulation qui sera présentée plus en détail ultérieurement. On constate que les températures calculées sont rapidement inférieures à celles mesurées. On note une différence en fin de cycle pour *RTC6* de  $58^{\circ}\text{C}$ . Par conséquent, l'utilisation de la densité de courant électrique expérimentale dans la simulation ne permet pas de reproduire précisément le champ de température au sein du système. Nous avons choisi alors d'ajuster l'amplitude de la densité de courant afin de corrélérer la température en *RTC6*, comme l'illustrent les Figures 3.24 et 3.25 pour les essais A-1-900 et A-2-750, respectivement. Rappelons que la position *RTC6* est la plus proche de l'échantillon et qu'il est nécessaire de reproduire le champ de température au voisinage de celui-ci pour ensuite espérer une simulation de la compaction précise.

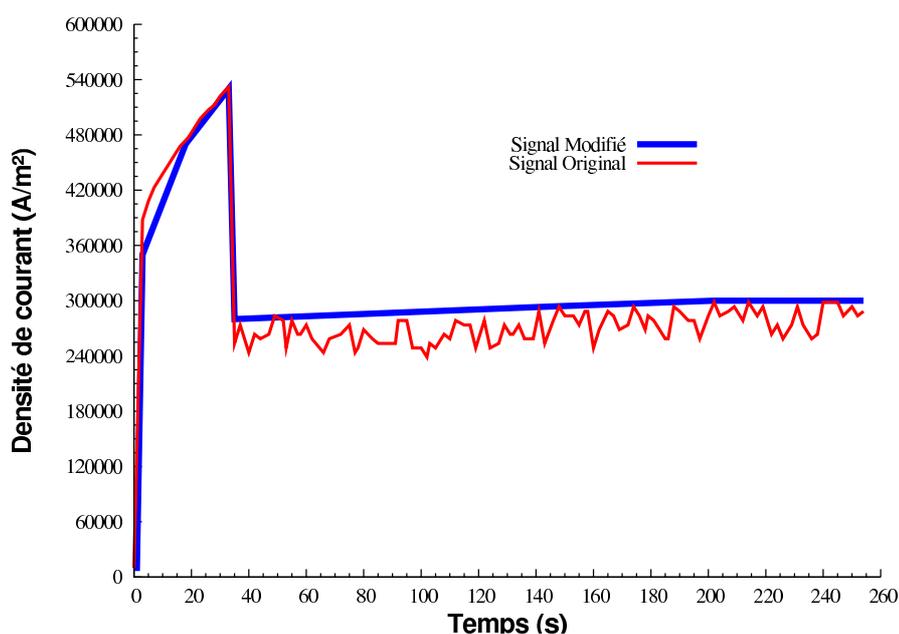


FIG. 3.24 – Evolution de la densité de courant imposée sur la section de l'entretoise supérieure pour l'essai A-1-900. On note que la densité de courant ajustée pour corrélérer la température en *RTC6* surestime le signal réel de la densité de courant après 40s.

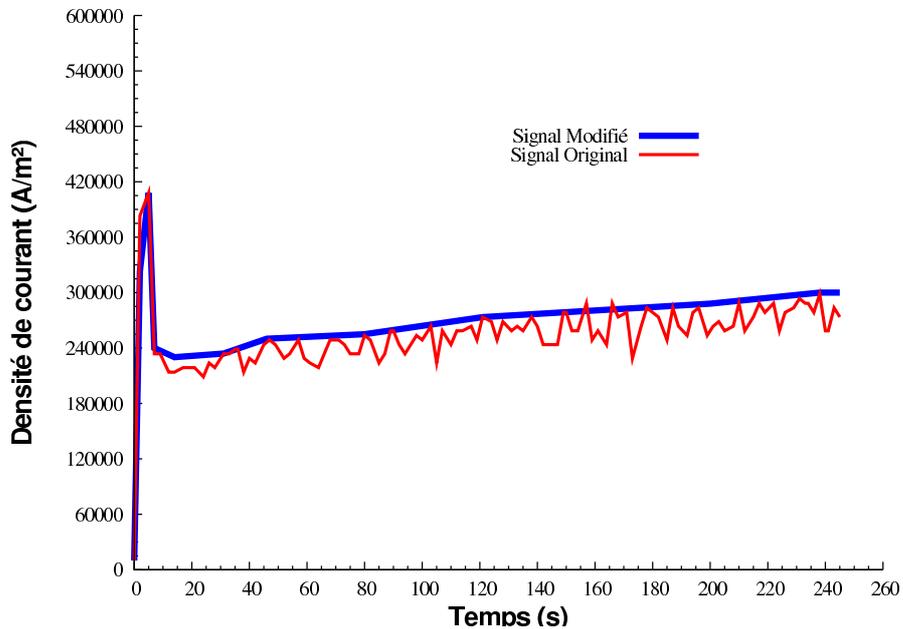


FIG. 3.25 – Evolution de la densité de courant imposée sur la section de l'entretoise supérieure pour l'essai A-2-750. On note que la densité de courant ajustée pour corrélérer la température en *RTC6* surestime le signal réel de la densité de courant.

Les figures 3.24 et 3.25 montrent, après le pic du signal électrique, une surestimation de la densité de courant d'environ 10% comparée à celle mesurée par le système. Ce résultat signifie que l'assemblage n'est pas suffisamment résistif électriquement pour produire de la chaleur. Cette différence peut être induite par l'absence des résistances électriques et thermique de contact entre les pièces. Par ailleurs, nous avons fait l'hypothèse d'une distribution de densité de courant uniforme sur la section  $S_{e_{sup}}$ . La Figure 3.26 montre l'évolution des températures en *RTC6* et en *P* obtenue avec l'application de la densité de courant modifiée de la Figure 3.25 pour l'essai A-2-750.

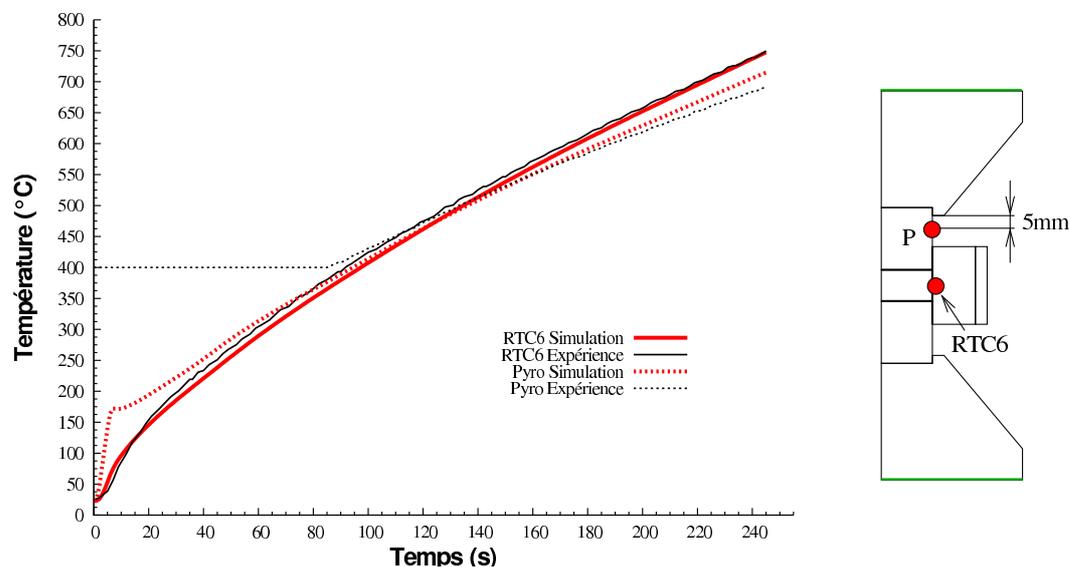


FIG. 3.26 – Evolution de la température obtenue en *RTC6* et en *P* avec la densité de courant modifiée, appliquée en Figure 3.25 pour l’essai A-2-750.

On constate une bonne reproduction de la température en *RTC6* mais également en *P*. Ce résultat indique que le champ de température dans l’ensemble matrice piston échantillon est bien représenté avec la densité de courant modifiée.

### 3.6.1.2 Conditions aux limites mécaniques

Comme déjà précisé et puisque le comportement du nickel n’est pas encore connu à ce stade, il est préférable d’imposer le déplacement suivant l’axe  $z$  plutôt qu’un vecteur contrainte sur la section  $Se_{inf}$ , afin de pouvoir reproduire, dans l’échantillon, un champ de température proche des conditions de l’expérience. En effet, le déplacement de l’entretoise inférieure modifie les résistances thermique et électrique globales du système ce qui influence le champ de température. De plus, ce déplacement conduit à la fermeture des porosités dans l’échantillon modifiant de fait les propriétés thermo-électro-physiques (conductivités électrique et thermique, chaleur spécifique, masse volumique) du nickel. Les déplacements

réels suivant  $z$ , mesurés dans les deux essais et montrés en Figure 3.27, sont donc imposés à la section  $Se_{inf}$  de l'entretoise inférieure.

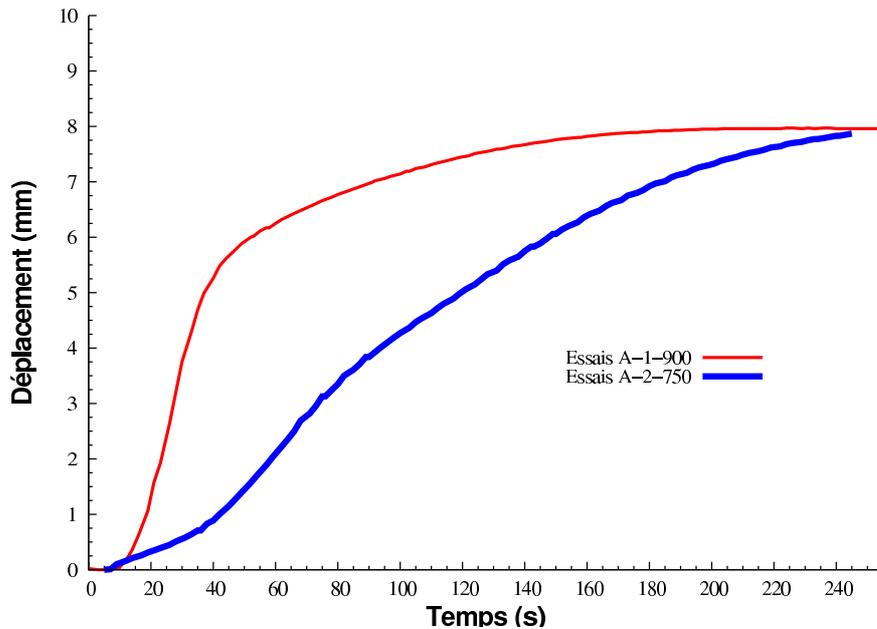


FIG. 3.27 – Déplacement imposé sur la section  $Se_{inf}$  de l'entretoise inférieure pour les essais A-1-900 et A-2-750.

### 3.6.1.3 Données matériaux

L'ensemble des données matériaux abordé en section 3.5.3 est utilisé dans ces simulations. Il manque à ce stade  $\alpha$  et  $\theta_o$ . La détermination de la température moyenne dans l'échantillon doit permettre cette identification. Il a été constaté lors des simulations numériques que l'apport d'énergie par effet Joule est bien supérieur à l'apport lié à la conversion du travail plastique en chaleur. Par conséquent, comme nous nous intéressons à la détermination de la température uniquement, l'intégration du comportement plastique du matériau poreux dans ces simulations n'aura que peu d'influence sur cette température. D'ailleurs, bon nombre de simulations de la littérature ignorent complètement cet effet lorsque l'on recherche uniquement la température. Ainsi, dans cette partie uniquement, nous avons pris

des valeurs arbitraires, mais raisonnables des paramètres  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\theta_0$  qui sont ceux identifiés précédemment pour le plomb. Cependant, ce choix des paramètres induit, dans le matériau, des champs de contrainte qui se trouvent erronés. Par conséquent, seule la température sera une sortie fiable de ces simulations pilotées en déplacement.

#### **3.6.1.4 Etudes de convergence du maillage et du pas de temps $\delta t$**

Une étude de convergence sur le pas de temps  $\delta t$  et sur la densité du maillage a également été menée et est détaillée en Annexes A et C. Le pas de temps  $\delta t$ , correspond au temps physique du calcul accordé à chaque module dans le couplage séquentiel. Pour les simulations des deux essais A-1-900 et A-2-750, nous avons adopté un pas de temps  $\delta t = 10s$  et le maillage adopté contient 17257 éléments dont 2160 pour l'échantillon en nickel.

#### **3.6.2 Calcul de la température moyenne.**

Les résultats obtenus avec le logiciel ABAQUS, pour ces simulations ne permettent pas d'accéder directement à la température moyenne au sein de l'échantillon. Pour calculer la température moyenne, il est nécessaire de procéder à un post-traitement. Les calculs ont été réalisés en axisymétrique avec un maillage régulier au niveau de l'échantillon, comme le montre la Figure 3.28.

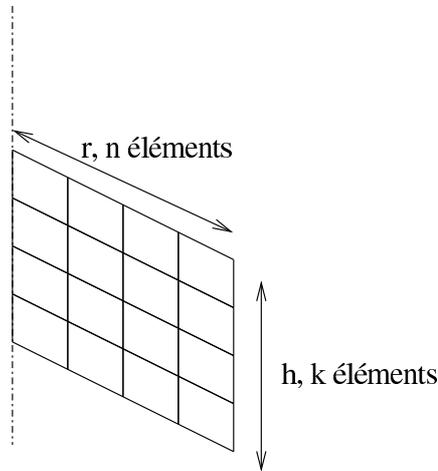


FIG. 3.28 – Maillage régulier où la température moyenne de chaque élément est calculée.  $r$  et  $h$  sont respectivement le rayon et la hauteur de l'échantillon.

Nous déterminons d'abord la moyenne de la température sur chaque élément. Nous obtenons alors  $nk$  valeurs de température, où  $n$  et  $k$  sont le nombre d'éléments du maillage suivant les directions radiales et verticales. La température moyenne sur un élément localisé sur la  $i$ ème ligne d'éléments et la  $j$ ème colonne d'éléments s'écrit  $\bar{T}_{e_{ij}}$ .

La température moyenne dans l'échantillon est calculée comme une moyenne pondérée par le volume des éléments. En effet, nous ne pouvons pas faire une simple moyenne sur la section de l'échantillon car le poids volumique respectif des éléments est différent. Les éléments du maillage se présentent, en 3D, comme des anneaux concentriques. Le volume d'un élément  $V_{e_{ij}}$  de température moyenne  $\bar{T}_{e_{ij}}$  s'exprime alors comme :

$$V_{e_{ij}} = \pi \left( \left( \frac{r}{n} j \right)^2 - \left( \frac{r}{n} (j-1) \right)^2 \right) \left( \frac{h}{k} i - \frac{h}{k} (i-1) \right) \quad (3.40)$$

où  $\frac{r}{n} j$  et  $\frac{r}{n} (j-1)$  sont les rayons extérieur et intérieur de l'anneau et  $r$  le rayon de l'échantillon en nickel. Le terme  $\frac{h}{k} i - \frac{h}{k} (i-1)$  représente l'épaisseur de l'anneau et  $h$  la hauteur de

l'échantillon. La température moyenne de l'échantillon s'écrit à chaque instant comme :

$$\bar{T}_e = \frac{\sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^k V e_{ij} \bar{T}_{e_{ij}}}{\pi r^2 h} = \frac{\sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^k (2j-1) \bar{T}_{e_{ij}}}{n^2 k} \quad (3.41)$$

L'évolution des températures moyennes dans l'échantillon pour les essais A-1-900 et A-2-750 est présentée en Figures 3.29 et 3.30 et comparée à celles calculées en *RTC6* (ou mesurées puisqu'elles sont confondues dans ces simulations). À noter que les simulations sont réalisées en pilotant en déplacement avec une intensité modifiée du courant. Pour ces deux essais, la température en *RTC6* considérée comme la température de frittage, est sous estimée par rapport à la température moyenne dans l'échantillon. Cette différence de température entre l'échantillon et la matrice a déjà été observée et discutée dans la littérature pour les échantillons conducteurs (Anselmi-Tamburini *et al.*, 2005). Cette différence provient d'un échauffement intense des pistons. Ceux-ci chauffent donc en premier lieu fortement l'échantillon. Puis l'énergie thermique est ensuite transmise à la matrice par conduction.

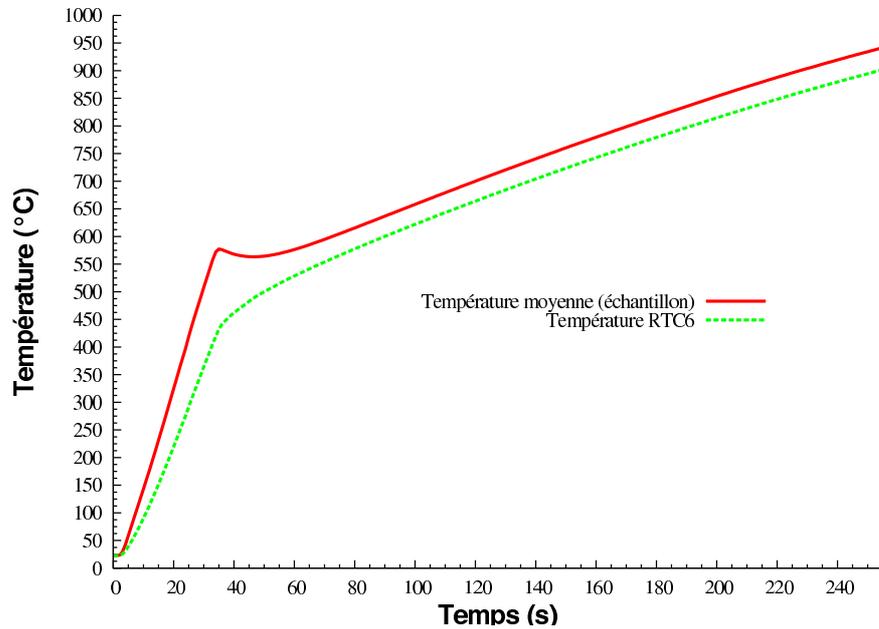


FIG. 3.29 – Evolution de la température en *RTC6* et de la température moyenne dans l'échantillon pour l'essai A-1-900. La température en *RTC6*, considérée comme la température de frittage, est inférieure à celle calculée dans l'échantillon.

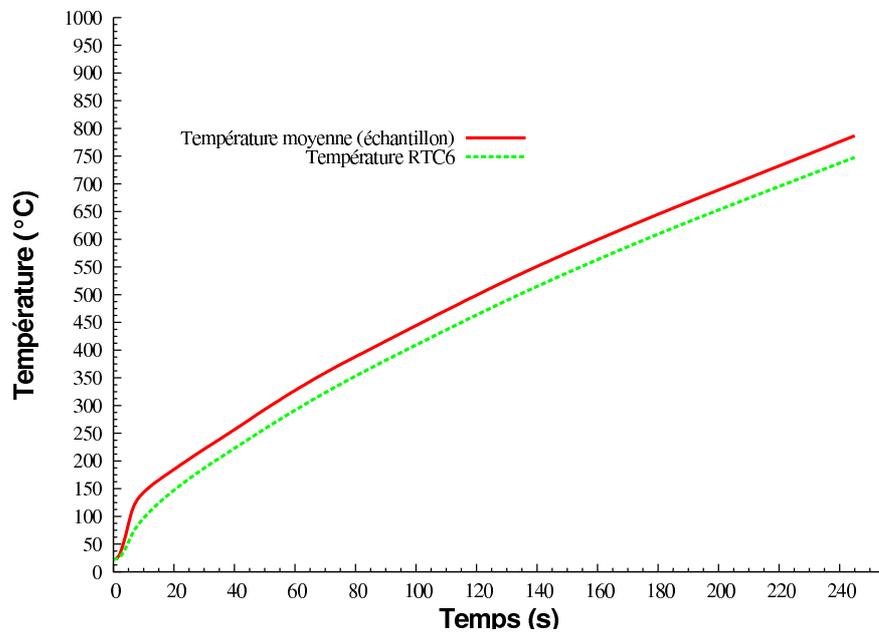
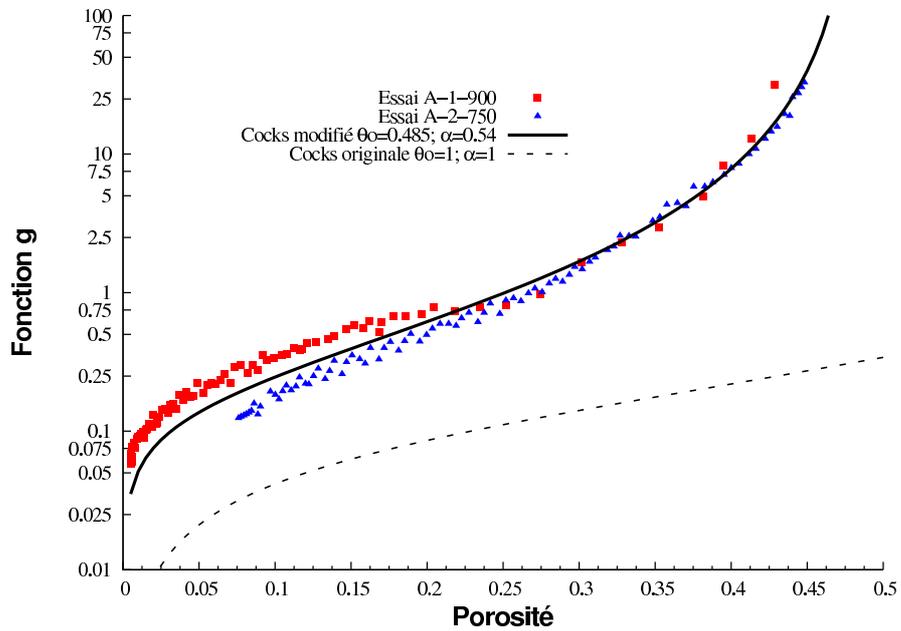


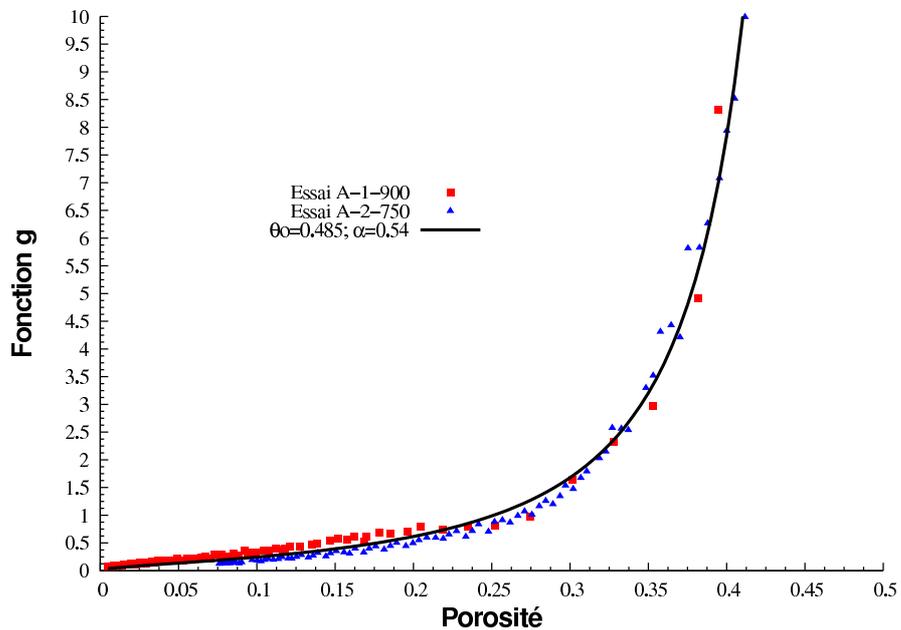
FIG. 3.30 – Evolution de la température en *RTC6* et de la température moyenne dans l'échantillon pour l'essai A-2-750. La température en *RTC6*, considérée comme la température de frittage, est inférieure à celle calculée dans l'échantillon.

Concernant l'essai A-1-900, on constate, en début de cycle, une différence importante entre ces deux températures, atteignant une valeur maximale de  $170^{\circ}C$ , à  $t = 35s$ . Cette phase correspond à la durée de sur-alimentation électrique du système observée en Figure 3.24. Après cette phase transitoire, la densité électrique se stabilise et la différence de température entre l'échantillon et *RTC6* diminue progressivement pour atteindre une valeur stationnaire de  $40^{\circ}C$ . Contrairement à l'essai A-1-900, la sur-alimentation électrique du système en début de cycle de l'essai A-2-750, est très courte ( $7s$ ) et influe peu sur la différence de température entre l'échantillon et *RTC6*. La valeur moyenne de cette différence est de  $37^{\circ}C$ .

Connaissant maintenant l'évolution de température au sein de l'échantillon, il nous est possible de calculer la fonction  $g(\theta)$  via la relation (3.38). La Figure 3.31 montre les valeurs de  $g(\theta)$  en échelle logarithmique 3.31(a) et décimale 3.31(b), pour les deux essais.



(a)

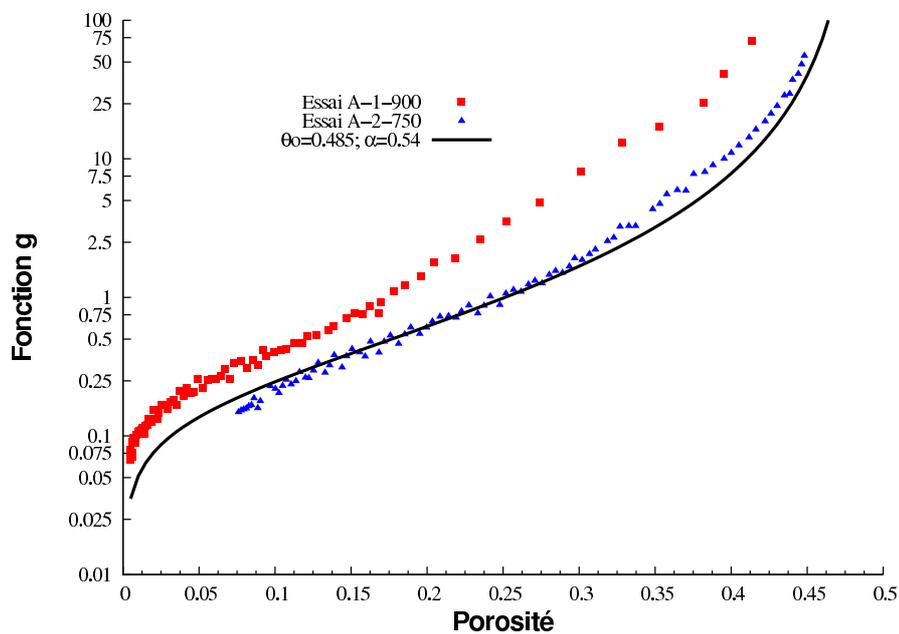


(b)

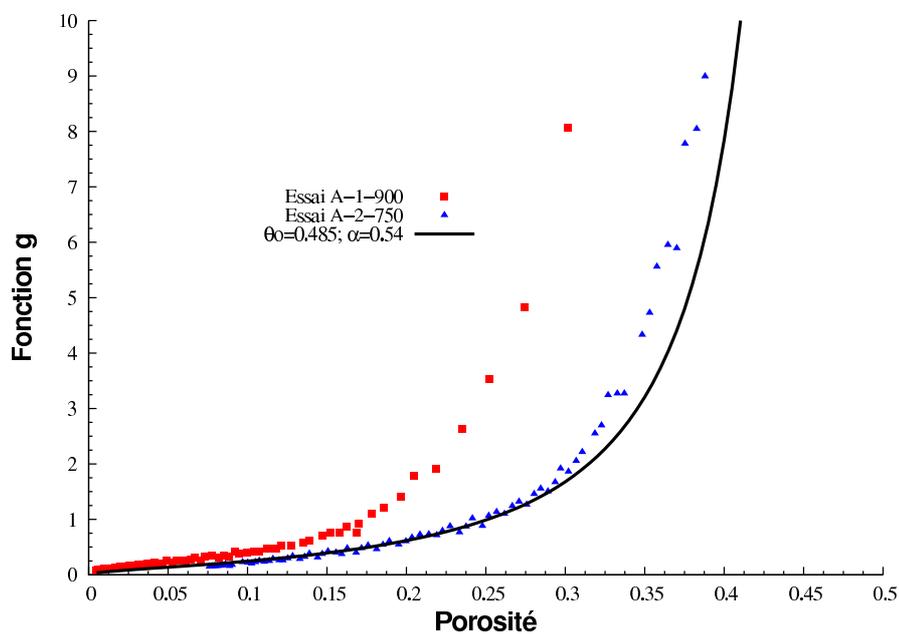
FIG. 3.31 – Evolution de  $g(\theta)$  pour les essais A-1-900 et A-2-750. a) Le modèle de Cocks modifié permet de représenter l'évolution de la fonction  $g(\theta)$  en ajustant les paramètres  $\alpha$  et  $\theta_0$  ( $\theta_0 = 0,485$  et  $\alpha = 0,54$ ) (échelle logarithmique). Le modèle original sous-estime considérablement la fonction  $g$  des essais A-1-900 et A-2-750 ( $\theta_0 = 1$  et  $\alpha = 1$ ). (b) échelle décimale.

On observe une croissance importante de  $g(\theta)$ , pour des porosités proches de 50% signifiant que le matériau est proche de sa perte de résistance. On note également, pour les deux essais, une superposition des valeurs de  $g(\theta)$ , pour des porosités supérieures à 30% correspondant au premier instant de la densification. Ce résultat est intéressant car il semble indiquer que  $g(\theta)$  expérimental est indépendant de la vitesse de montée en température. En effet, la vitesse de montée en température est de  $750^{\circ}Cmin^{-1}$  pour l'essai A-1-900 alors qu'elle n'est seulement que de  $560^{\circ}Cmin^{-1}$  pour l'essai A-2-750. Pour des porosités comprises entre 19 et 25%, la fonction  $g(\theta)$  de l'essai A-2-750 décroît progressivement alors qu'elle reste constante pour l'essai A-1-900. Pour ce dernier, cette période correspond au moment où la température moyenne de l'échantillon décroît progressivement après 35s. Enfin, pour des porosités inférieures à 19%, la fonction  $g(\theta)$  de l'essai A-1-900 recommence à décroître mais elle est supérieure à celle de l'essai A-2-750. Ainsi, l'histoire de la température moyenne semble influencer l'évolution de la fonction  $g(\theta)$  comme le montre l'essai A-1-900. Le modèle de Cocks modifié permet de représenter l'évolution de  $g(\theta)$  en ajustant les paramètres  $\alpha$  et  $\theta_o$ .  $\theta_o = 0,485$  et  $\alpha = 0,54$  sont choisies par minimisation. On constate un très bon accord pour les fortes porosités. Pour de faibles porosités, le modèle de Cocks modifié, se situe entre les points des essais A-1-900 et A-2-750, voir Figure 3.31. On constate également que le modèle de Cocks original sous-estime considérablement la fonction  $g$  des essais A-1-900 et A-2-750. Cette différence montre une fois de plus l'intérêt du changement de variables dans le modèle de Cocks. Dans cette section, nous avons éprouvé le besoin de calculer la température moyenne de l'échantillon afin d'obtenir la fonction  $g(\theta)$  de manière précise. Il est cependant naturel d'imaginer que la température en *RTC6* puisse être représentative de la température moyenne dans l'échantillon. Dans ce cas, on constate que les valeurs de  $g(\theta)$  obtenues expérimentalement pour les deux essais ne se superposent plus, voir Figure 3.32. Le modèle de Cocks modifié avec les paramètres précédemment identifiés permet d'approcher assez

fidèlement l'essai A-2-750. En effet, on a vu que la différence de température entre *RTC6* et la température moyenne est assez faible. Par contre, du fait des différences importantes entre les températures en *RTC6* et moyenne dans l'échantillon, au début de l'essai A-1-900 (voir, Figure 3.29), cette approximation se trouve mauvaise et donc fortement pénalisante.



(a)



(b)

FIG. 3.32 – Evolution de  $g(\theta)$  pour les essais A-1-900 et A-2-750 obtenues en utilisant la température en *RTC6* en échelles logarithmique (a) et décimale (b). Les fonctions  $g(\theta)$  ne sont plus superposées.

Pour les grandes porosités, la valeur de  $g(\theta)$  pour l'essai A-1-900 a considérablement augmenté puisque la température en RTC6 pour une porosité de 25% est  $170^{\circ}C$  plus faible que la température moyenne calculée dans l'échantillon. L'augmentation des valeurs de  $g(\theta)$  montre bien que les conditions de chargement thermique sont erronées en prenant en compte uniquement la mesure en RTC6. Cette dernière analyse montre qu'il est important de considérer des grandeurs pertinentes correspondants à l'état thermique de l'échantillon comme la température moyenne plutôt que l'évolution de la température en RTC6.

Les paramètres  $\alpha = \beta = 0,54$  et  $\theta_o = 0,485$  du nickel pour les prochaines simulations sont adoptés. Le comportement viscoplastique du nickel est maintenant identifié. Le couplage thermo-électro-mécanique est dorénavant en place et le modèle numérique est ainsi complet. Dans la section suivante, nous simulons l'ensemble des essais A-1-900, A-2-750, A-3-413 et A-4-760 pour comprendre les conditions d'élaboration du nickel dans le procédé « Frittage Flash ». Le pilotage en contraintes imposées sera naturellement adopté.

### **3.7 Simulation des essais A-1-900, A-2-750, A-3-413 et A-4-760.**

Dans cette section, nous appliquons le modèle numérique sur les essais A-1-900, A-2-750, A-3-413 et A-4-760. Les conditions d'entrée de la simulation abordées en section 3.5.2 sont adoptées dans le modèle. Un chargement mécanique de  $9,85MPa$  est imposé sur la section  $S_{e_{inf}}$  de l'entretoise inférieure. Les simulations des essais A-1-900, A-2-750 et A-4-760 ont été menées avec un pas de temps  $\delta t = 10s$  correspondant au temps physique de calcul accordé à chaque module dans le couplage séquentiel. Concernant l'essai A-3-413, le pas de temps est de  $\delta t = 5s$ . Les valeurs des pas de temps ont été optimisées en réalisant une étude de con-

vergence. Le nombre d'échanges de données réalisé entre les modules thermo-électrique et mécanique pour les essais A-1-900, A-2-750, A-3-413 et A-4-760 est respectivement de 26, 25, 13 et 18. Deux simulations pour chacun des cycles ont été réalisées. Une première simulation utilise la densité de courant modifiée permettant d'obtenir une distribution de température proche de l'expérience en reproduisant assez fidèlement le champ de température en *RTC6*. Quant à la deuxième simulation, elle permet d'évaluer la robustesse du couplage thermo-électro-mécanique en appliquant la densité de courant électrique originale (mesurée) sur le modèle.

### 3.7.1 Résultats et discussion des simulations de l'essai A-1-900

**Evolution de la température et de la porosité moyenne** La Figure 3.33 présente l'évolution de la température en *RTC6* et de la porosité moyenne dans l'échantillon. Le calcul de la porosité moyenne est réalisé de la même manière que celui de la température moyenne en utilisant la relation (3.41). Le terme  $\bar{T}_{e_{ij}}$  est remplacé par la porosité  $\bar{\theta}_{e_{ij}}$ .

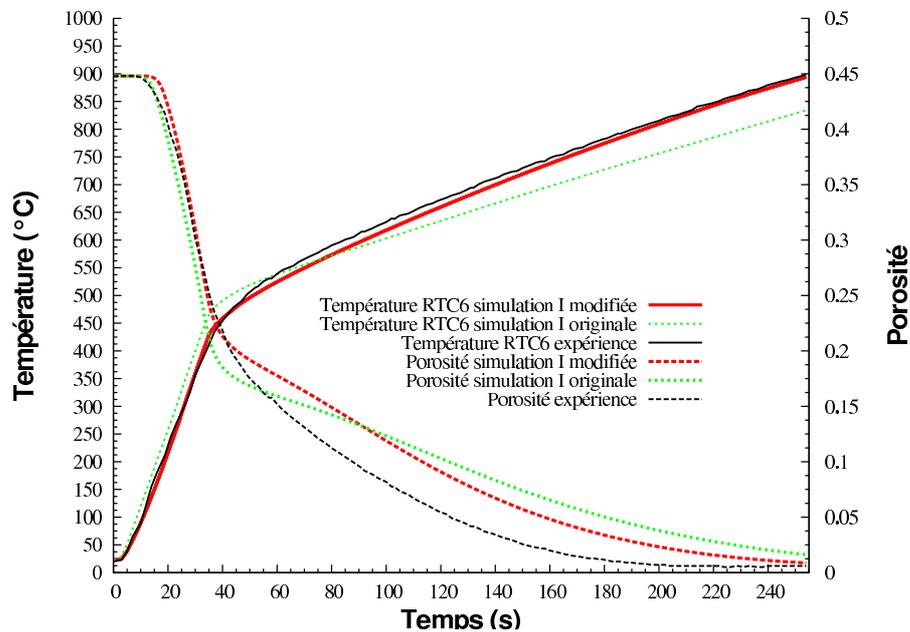


FIG. 3.33 – Comparaison des évolutions de température en *RTC6* et des porosités moyennes expérimentale et numérique pour l'essai A-1-900.

On observe sur la Figure 3.33, pour une valeur supérieure à 25% de porosité, une bonne corrélation entre la porosité calculée (avec la densité de courant modifiée) et celle estimée expérimentalement. En effet, comme le montre la Figure 3.31, le modèle de Cocks modifié reproduit fidèlement la valeur expérimentale de  $g$  pour l'essai A-1-900. En revanche, pour une porosité inférieure à 25%, la fonction  $g$  du modèle de Cocks modifié, sous-estime les points expérimentaux de l'essai A-1-900 et implique une densification plus faible du matériau comparativement à l'expérience. Ceci est observé sur la Figure 3.33. En effet, vers  $t = 100s$  on constate un écart maximal entre les porosités calculée et mesurée, lesquelles sont égales à 11,8% et 8,1%, respectivement. Après 200s, on observe, concernant l'expérience, une densification quasi-complète du matériau alors qu'à cette même période, la porosité calculée est de 2,5%. Cependant, on observe en fin de cycle (254s) des porosités expérimentale et calculée identiques.

Concernant les résultats des simulations impliquant la densité originale de courant, on remarque au départ du cycle sur la Figure 3.33 une surestimation de la température calculée en  $RTC6$  par rapport à celle mesurée avec une différence de température maximale de  $60^{\circ}C$  à  $35s$ . Ce stade correspond à la fin du régime transitoire de l'alimentation électrique. Après ce régime, on note une vitesse de montée en température plus faible que dans l'expérience, conduisant alors à un croisement des courbes à  $60s$  entre la température  $RTC6$  mesurée et calculée. À la fin du cycle, on constate une sous-estimation de la température calculée en  $RTC6$  de  $7\%$  par rapport celle mesurée. L'origine de la nécessité de modifier le courant appliqué pour bien reproduire la température en  $RTC6$  n'est pas encore élucidée. Cependant, comme cela a été discuté en section 3.6.1.1, les résistances de contact entre les pièces ont été négligées dans ces simulations. De plus, la densité de courant a été appliquée de manière uniforme sur la section  $S_{e_{sup}}$  de l'entretoise supérieure. Ces causes peuvent expliquer ces écarts entre les températures mesurée et calculée.

Avec la densité de courant originale, la température prédite après la surintensité est rapidement plus faible que la température expérimentale. Il est donc naturel d'observer une densification moins importante. Durant le régime transitoire du signal électrique de l'essai, la densification calculée du matériau est plus précoce (de  $5s$ ) comparée à celle mesurée puisque la température en  $RTC6$  est plus importante que celle obtenue par le thermocouple. Après  $40s$ , on note une décroissance de la vitesse de densification calculée. En effet, on note un écart maximal entre la porosité expérimentale et celle mesurée, vers  $t = 140s$ . À cet instant les porosités simulée et mesurée sont, respectivement, de  $8,3\%$  et  $3,4\%$ . Ainsi, dans la simulation, le matériau se densifie beaucoup moins et la porosité finale atteinte est de  $1,6\%$  alors que celle mesurée est de  $0,6\%$ .

**Cartographies de température et de porosité** La simulation numérique des essais permet également de connaître l'histoire du champ de température et de la densification au sein de l'échantillon. Les résultats de cette partie sont obtenus avec la simulation intégrant la densité de courant modifiée.

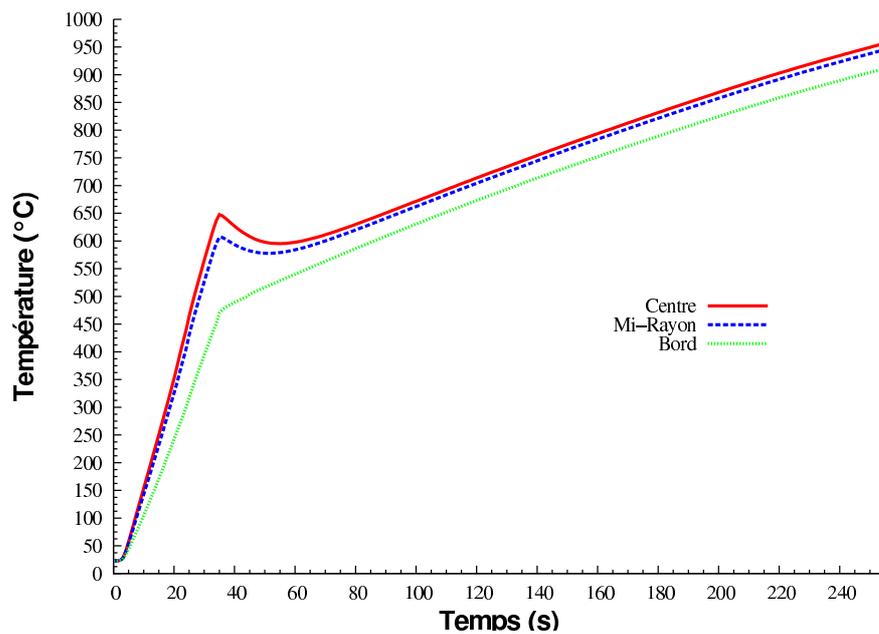


FIG. 3.34 – Evolution de la température au centre, à mi-hauteur et au bord de l'échantillon pour l'essai A-1-900.

La Figure 3.34 montre l'évolution de la température à mi-hauteur et au centre, sur le demi-rayon et au bord de l'échantillon pour l'essai A-1-900. On constate sur la Figure 3.34, une température au centre plus importante qu'au bord de l'échantillon avec une différence maximale de  $175^{\circ}\text{C}$  pour  $t = 35\text{s}$ . À la fin du cycle, on note une légère hétérogénéité de la température du centre vers le demi-rayon indiquant que la température est relativement homogène dans cette zone comme le montre la distribution radiale de la température sur la Figure 3.35. La température au centre vaut  $955^{\circ}\text{C}$  alors qu'au bord, elle vaut  $910^{\circ}\text{C}$ , pour  $t = 254\text{s}$ .

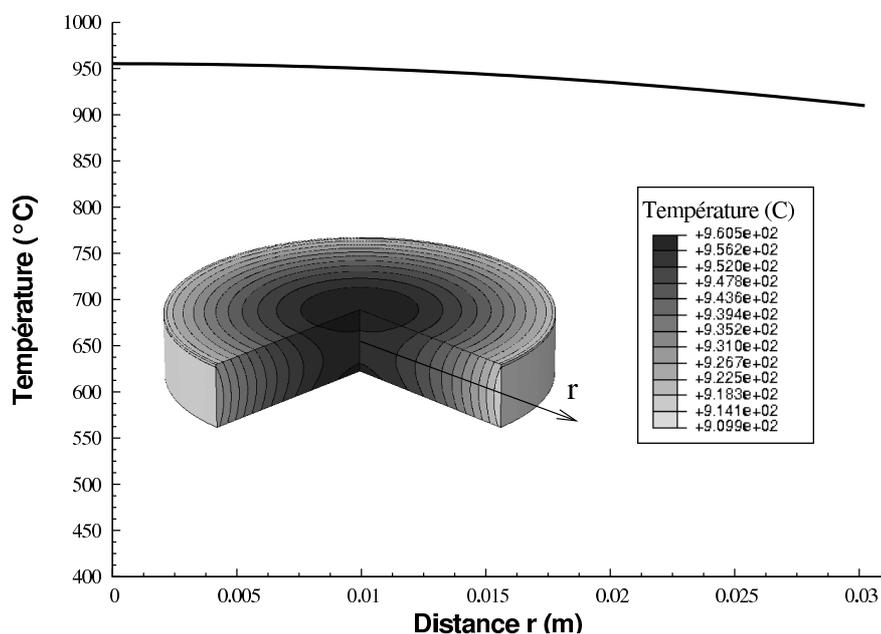


FIG. 3.35 – Distribution de la température dans l'échantillon le long du rayon de l'échantillon en fin de cycle ( $t = 254s$ ).

Cette répartition de la température dans l'échantillon est le résultat des échanges thermiques complexes au sein du système. Un échauffement intense est observé au niveau des feuilles de graphite horizontales comme le montre la cartographie de l'énergie volumique produite par effet Joule, voir Figure 3.36a). En effet, ces feuilles sont très résistives électriquement dans la direction hors plan. De plus la majorité de la densité de courant électrique du système traverse ces feuilles dans cette direction (voir, Figure 3.36b)) expliquant ainsi la forte génération de chaleur observée en Figure 3.36a) au niveau des feuilles de graphite. La Figure 3.36c), montre l'orientation du flux de chaleur sortant des feuilles de graphite et traversant l'échantillon en direction de la matrice. Ainsi le profil des températures de la Figure 3.35 résulte des échanges de chaleur dans l'échantillon comme montré en Figure 3.36c).

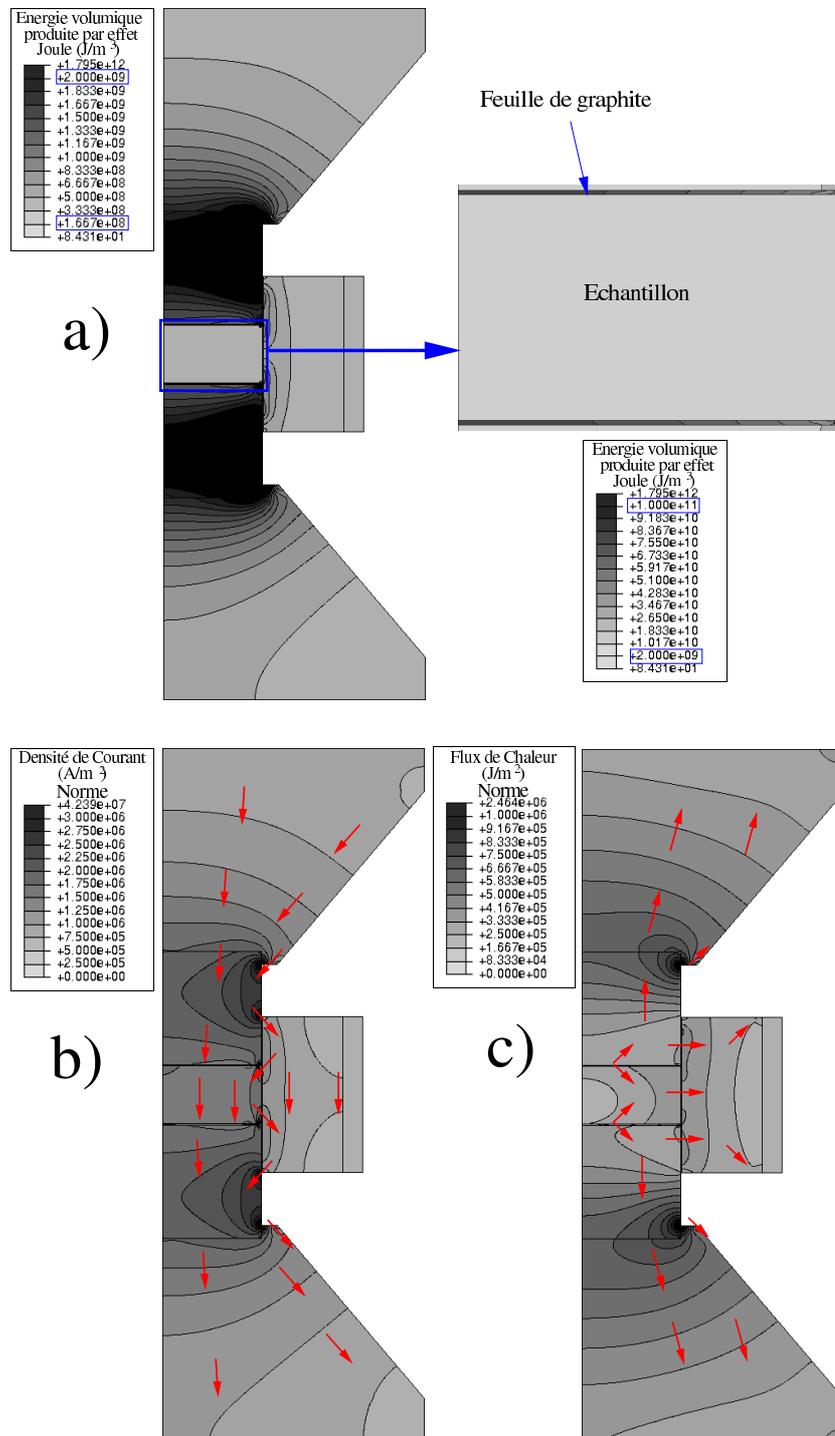


FIG. 3.36 – a) Distribution de l'énergie volumique générée par effet Joule ( $J/m^3$ ). b) Distribution de la norme de la densité de courant ( $A/m^2$ ). Les flèches sont orientées à titre indicatif pour montrer le sens du courant dans le système. c) Distribution de la norme du flux de chaleur ( $W/m^2$ ). Les flèches sont orientées à titre indicatif pour montrer le sens du flux de chaleur dans le système.

La Figure 3.37 montre l'évolution de la porosité au centre, à mi-rayon et au bord de l'échantillon. On constate une plus forte porosité au bord qu'au centre de l'échantillon. En effet, à  $t = 60s$ , les porosités au centre et au bord sont égales à 14% et à 26,1%.

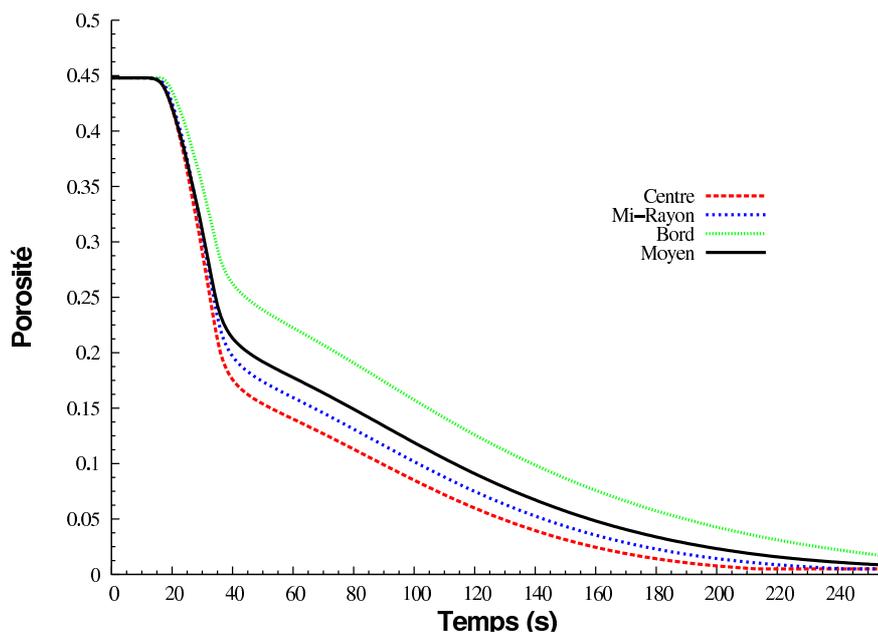


FIG. 3.37 – Evolution de la porosité au centre, à mi-hauteur et au bord de l'échantillon pour l'essai A-1-900.

La porosité à mi-rayon est relativement proche de celle du centre indiquant que la porosité est quasi-homogène sur un rayon de  $15mm$  dans l'échantillon. À  $t = 200s$ , temps où le matériau réel est complètement densifié, la différence de porosité entre le bord et le centre a diminué. On observe, en effet, sur la Figure 3.38 une porosité de 4,2% pour le bord et de 0,7% pour le centre du disque de nickel.

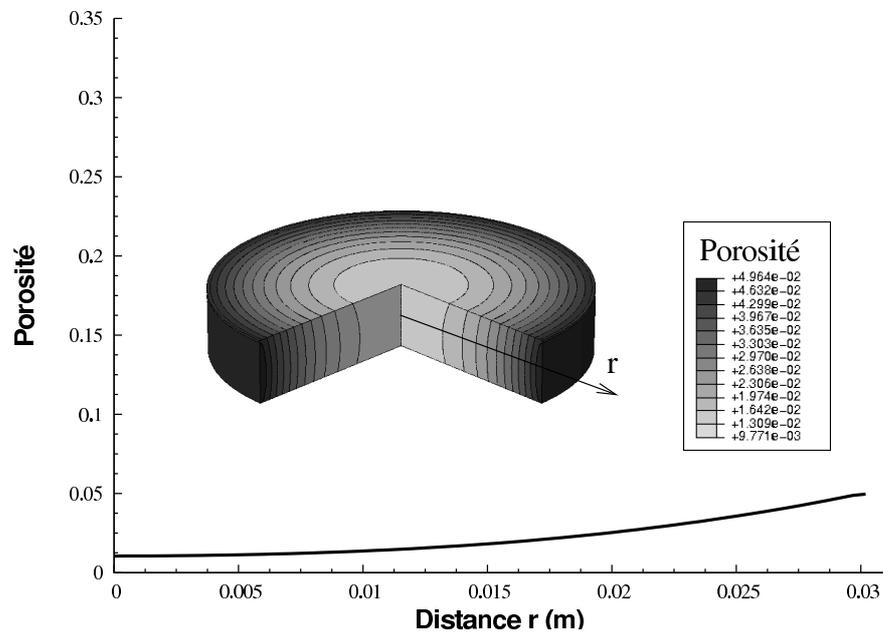


FIG. 3.38 – Distribution de la porosité dans l'échantillon le long du rayon de l'échantillon à  $t = 200s$ .

La densification du matériau est induite par le champ de température mais assistée également par la contrainte appliquée par les pistons sur l'échantillon. Nous allons présenter dans la suite quelques informations concernant les champs de contraintes dans le système.

**Analyse des contraintes de l'essai A-1-900** La Figure 3.39 montre l'évolution de la contrainte axiale au centre, à mi-rayon et au bord de l'échantillon. Cette contrainte résulte de l'application d'un chargement mécanique de  $70MPa$  des pistons sur l'échantillon. On constate, en Figure 3.39, que la contrainte axiale n'est pas homogène dans l'échantillon.

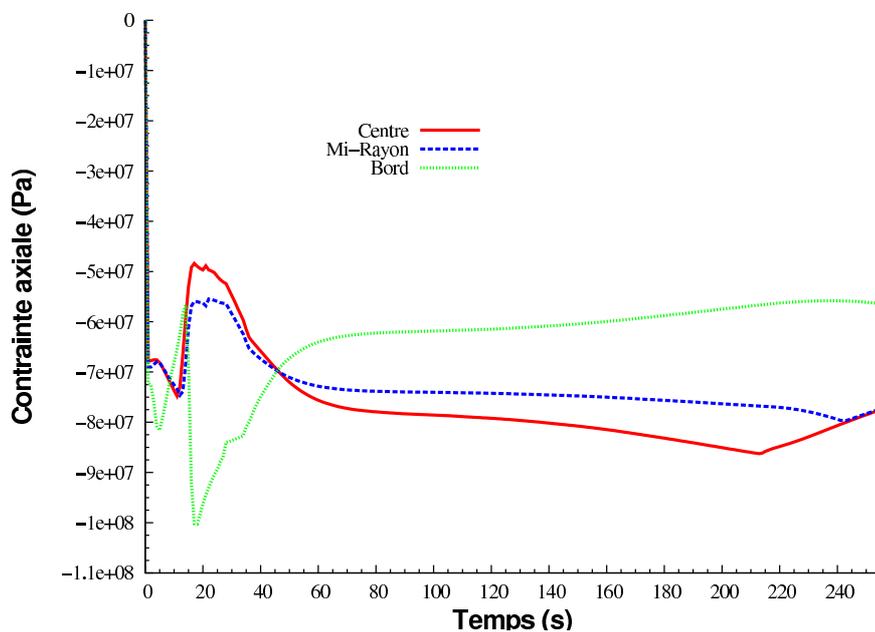


FIG. 3.39 – Evolution de la contrainte axiale au centre, à mi-rayon et au bord de l'échantillon pour l'essai A-1-900.

En effet, on observe à partir de 12s une augmentation brutale de la contrainte au bord de l'échantillon alors que cette dernière diminue dans le centre et à mi-rayon de l'échantillon. Pour expliquer cette différence d'évolution au niveau des contraintes, on constate à 12s, en Figure 3.40, un même retrait (diminution de la hauteur de l'échantillon) au bord qu'au centre de l'échantillon. Ceci est logique puisque le contact entre les pistons et l'échantillon est plan.

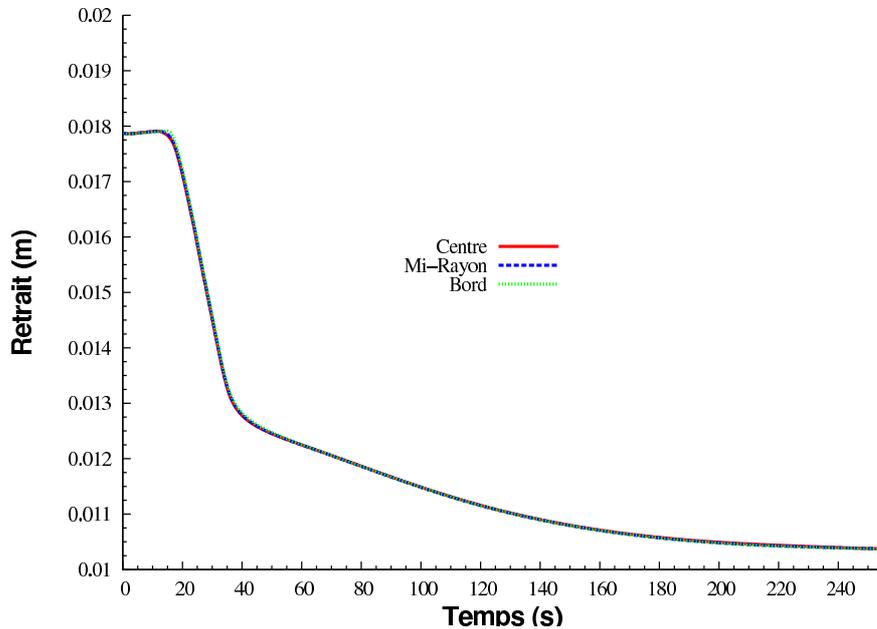


FIG. 3.40 – Evolution du retrait au centre, à mi-hauteur et au bord de l'échantillon pour l'essai A-1-900. On note que le retrait est identique pour les trois positions.

Ce retrait a deux origines physiques différentes. Il est le résultat d'un équilibre entre les champs hétérogènes de porosité et de température au sein de l'échantillon. Pour le centre, le retrait est contrôlé par une densification précoce, comme le montre la Figure 3.37. Pour le bord, ce retrait est assuré en partie par la déformation élastique du nickel qui augmente de surcroît la contrainte axiale dans cette partie de l'échantillon, puisque celle-ci est plus froide que le centre du matériau (voir Figure 3.39 à  $t = 20s$ ). Au centre du disque, la contrainte axiale décroît. Cependant vers 30s, les évolutions des contraintes axiales s'inversent entre le centre et au bord de l'échantillon. En effet, la contrainte au centre augmente progressivement à cause de la densification du matériau. Par ailleurs, la température est plus homogène à la fin de l'étape. Ainsi, afin de respecter l'équilibre du chargement mécanique, le bord de l'échantillon voit sa contrainte diminuer.

Cette analyse montre le potentiel de cet outil numérique qui ouvre la voie à des analyses

détaillées de la compaction du matériau à travers l'accessibilité à l'ensemble des contraintes  $\sigma_{rr}$ ,  $\sigma_{\theta\theta}$  et aussi la pression. La Figure 3.41 montre la répartition de la contrainte orthoradiale ( $\sigma_{\theta\theta}$ ) et radiale ( $\sigma_{rr}$ ) dans la matrice en fin de cycle.

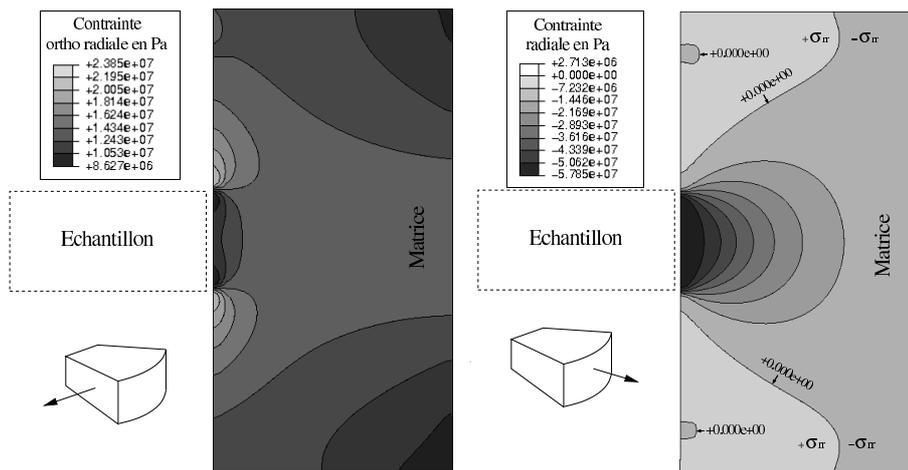


FIG. 3.41 – Distribution, en fin de cycle, des contraintes orthoradiale et radiale dans la matrice. On observe une forte concentration de contrainte à proximité de l'échantillon.

On note que la contrainte radiale ( $\sigma_{rr} < 0$ ) la plus importante dans la matrice est située à mi-hauteur et à proximité de l'échantillon. Sa valeur est environ égale à 7/6 de la contrainte axiale appliquée sur l'échantillon, montrant une interaction forte entre l'échantillon et la matrice générant de la compression au sein de la matrice. On note également que la matrice subit des contraintes orthoradiales élevées ( $\sigma_{\theta\theta}$ ) de traction, de l'ordre de 37% de la contrainte de rupture en flexion du graphite ( $76MPa$ ). Ces contraintes de traction orthoradiales sont reconnues être la cause des ruptures de la matrice.

Cet outil numérique permet ainsi d'obtenir une information sur l'état de contrainte dans la matrice, et peut être utilisé, également, pour optimiser le dimensionnement de l'outillage.

Pour l'ensemble des essais simulés, dans ce chapitre, la répartition des contraintes et leurs évolutions restent très similaires. C'est pourquoi l'étude des contraintes pour les essais A-2-750, A-3-413 et A-4-760 ne sera pas présentée dans la suite.

### 3.7.2 Résultats et discussion des simulations de l'essai A-2-750

**Evolution de la température et de la porosité moyenne.** La Figure 3.42 montre les évolutions de la température et de la porosité moyenne pour les simulations utilisant les courants électriques modifiés et mesurés.

On constate pour des porosités supérieures à 25%, une bonne corrélation entre la porosité calculée (avec la densité de courant modifiée) et celle mesurée. En effet, comme pour l'essai A-1-900, le modèle de Cocks reproduit bien les valeurs expérimentales de la fonction  $g$  de l'essai A-2-750, voir Figure 3.31. Cependant, pour des porosités inférieures à 25% la fonction  $g$  du modèle de Cocks modifié surestime les points expérimentaux de l'essai A-2-750. Par conséquent, la vitesse de densification de l'expérience est plus faible que celle obtenue par le modèle micromécanique modifié. Ceci conduit, en fin de cycle, à une porosité expérimentale moyenne dans l'échantillon plus grande que celle calculée pour l'essai A-2-750. En Figure 3.42, la porosité expérimentale vaut 7,6% alors que celle simulée vaut 4,4%.

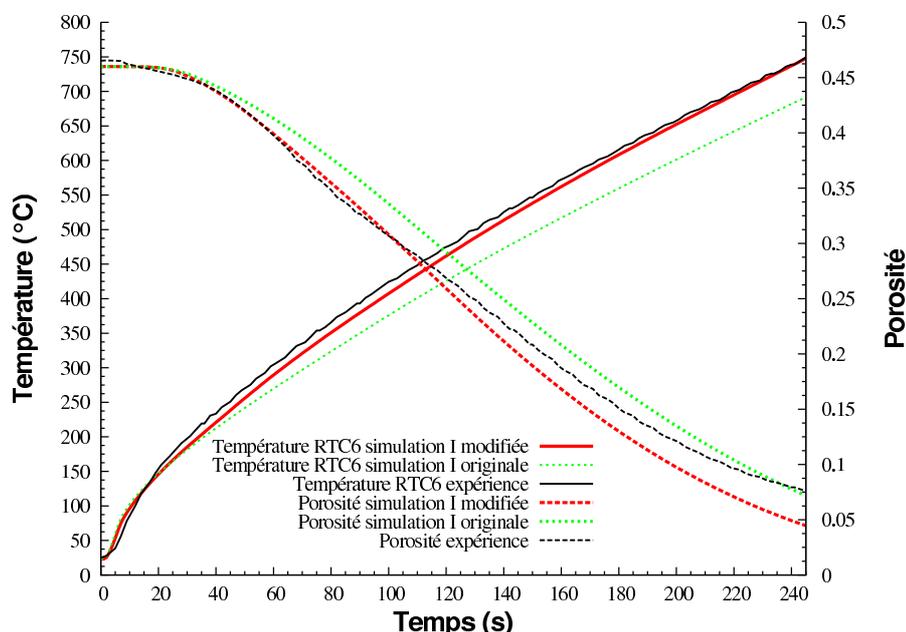


FIG. 3.42 – Comparaison des évolutions de la température en *RTC6* et de la porosité moyenne expérimentale et numérique pour l'essai A-2-750.

Concernant les résultats de la simulation appliquant la densité originale de courant, on constate une très faible surestimation de la température durant le régime transitoire de l'alimentation électrique. Ce régime étant très court (7s), il a peu d'effet sur la température simulée en *RTC6*. Cependant on observe à 19s une diminution de la vitesse de montée en température, conduisant en fin de cycle, à une sous-estimation de la température calculée de 8,8% par rapport à celle mesurée.

L'évolution de la porosité moyenne, pour la simulation avec le courant original, surestime la porosité mesurée. En effet, après 19s, la température en *RTC6* est plus faible que celle obtenue par l'expérience. Comme pour l'essai A-1-900, ceci conduit naturellement à une densification moins importante. Cependant, on remarque que la vitesse de densification de l'expérience décroît progressivement après 180s alors que celle calculée conserve sa vitesse de densification. En fin de cycle, un faible écart entre la porosité moyenne calculée

(7,1%) et celle mesurée (7,6%) est constaté. Par cet essai, le modèle avec courant modifié est meilleur au niveau de la porosité jusqu'à 100s. Cependant, à la fin de l'essai, le modèle avec le courant réel permet une prédiction de la porosité plus proche de la réalité.

**Cartographies de température et de porosité** Les résultats présentés dans cette section sont issus de la simulation intégrant la densité modifiée de courant. La Figure 3.43 montre l'évolution de la température au centre, à mi-rayon et au bord de l'échantillon. On constate, comme pour l'essai A-1-900, une température plus importante au centre qu'au bord de l'échantillon. Par exemple, pour  $t = 20s$  la température est de  $201^{\circ}C$  au centre alors que celle du bord vaut  $156^{\circ}C$ . Cette différence de température dans l'échantillon est quasiment conservée, durant tout le cycle. La répartition de la température montrée à la fin du cycle sur la Figure 3.44 est similaire à l'essai A-1-900. La différence de température entre le centre et le bord est de  $45^{\circ}C$ . La température au centre vaut  $808^{\circ}C$ , à mi-rayon  $T = 797^{\circ}C$  et au bord de l'échantillon,  $T = 763^{\circ}C$ .

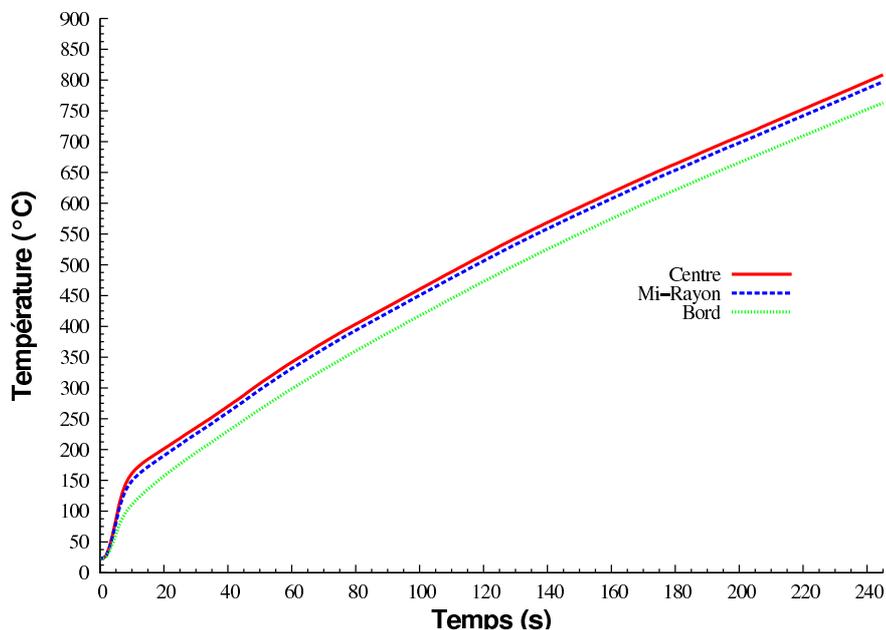


FIG. 3.43 – Evolution de la température, au centre, à mi-rayon et au bord de l'échantillon pour l'essai A-2-750.

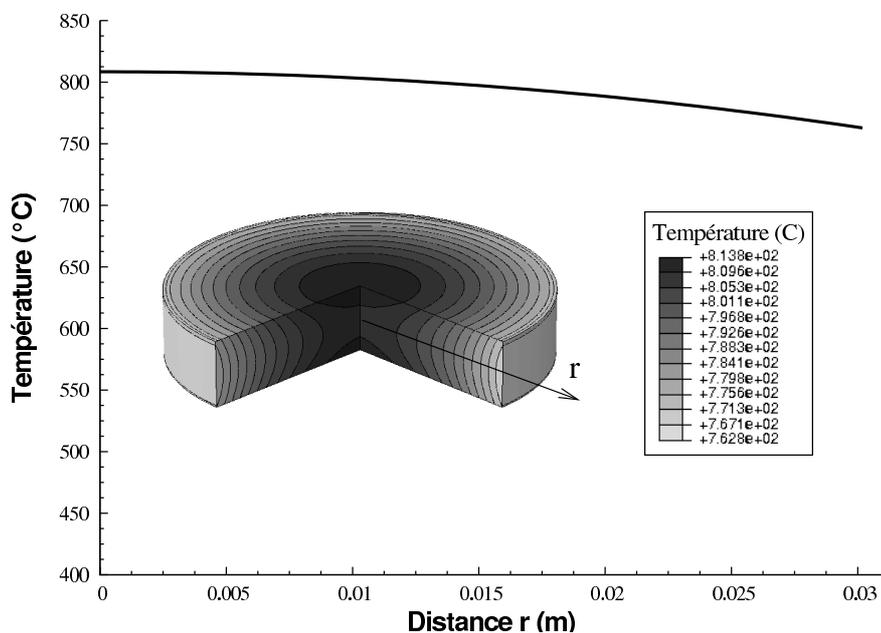


FIG. 3.44 – Distribution de la température au sein de l'échantillon en fin de cycle ( $t = 245s$ ) pour l'essai A-2-750.

La Figure 3.45 montre l'évolution de la porosité au sein de l'échantillon. Comme pour l'essai A-1-900, la porosité est plus faible au centre que sur le bord du disque avec des porosités de 3,3% et 5,8%, respectivement, en fin de cycle, comme l'illustre la Figure 3.46. Ainsi, comme pour l'essai A-1-900, on constate clairement l'influence de la température sur la distribution de la porosité.

En comparant les évolutions de la température et de la porosité pour les essais A-1-900 et A-2-750, on note qu'une faible durée du régime transitoire de l'alimentation électrique (7s correspondant à l'essai A-2-750) permet d'obtenir une densification plus homogène dans le matériau tout au long de l'essai.

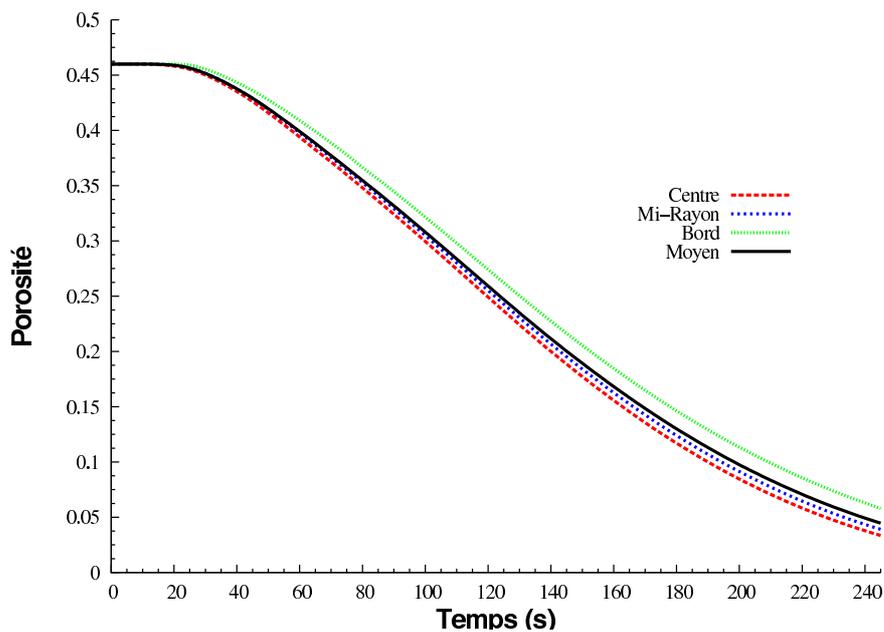


FIG. 3.45 – Evolution de la porosité au centre, à mi-rayon et au bord de l'échantillon pour l'essai A-2-750.

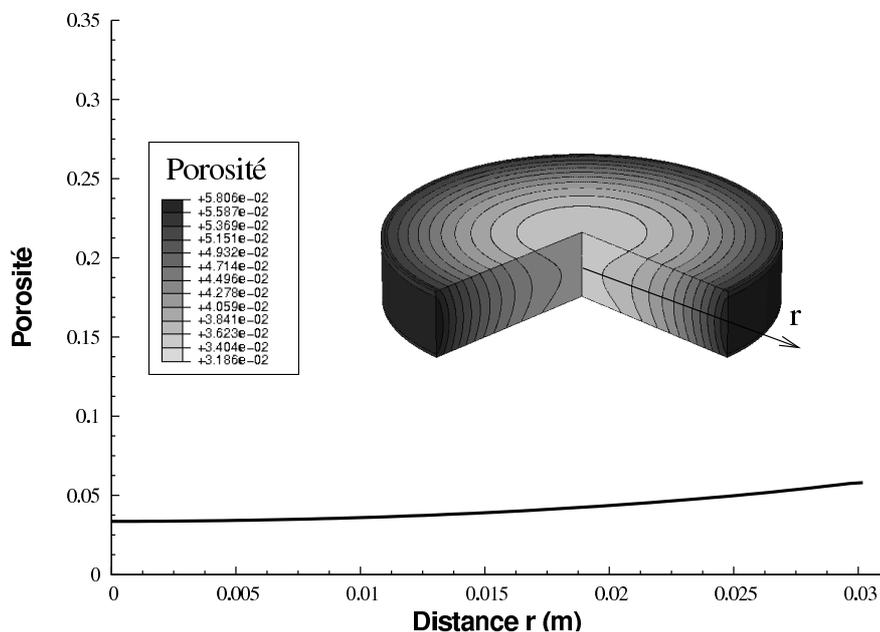


FIG. 3.46 – Distribution de la porosité au sein de l'échantillon en fin de cycle pour l'essai A-2-750.

Les essais A-3-413 et A-4-760, qui sont présentés dans la suite, n'ont pas été utilisés pour identifier la fonction  $g$  du modèle de Cocks. Ainsi, les densifications simulées pour ces deux essais sont prédictives. De plus, les simulations de ces deux expériences permettent d'évaluer véritablement la robustesse du modèle de compaction du nickel. Les conditions des essais A-3-413 et A-4-760 sont résumées dans les tableaux 3.2 et 3.3. On rappelle que la température en  $RTC6$  atteint en fin de cycle une valeur de  $413^{\circ}C$  et de  $760^{\circ}C$  pour les expériences A-3-314 et A-4-760 impliquant des porosités moyennes finales de 30,8% et de 4%.

### 3.7.3 Résultats et discussion des simulations de l'essai A-3-413

**Evolutions de la température en  $RTC6$  et de la porosité moyenne** Comme pour l'ensemble des essais traités précédemment, deux simulations ont été réalisées intégrant des densités de courant originales et modifiées, voir Figure 3.47. On constate, sur la Figure 3.47 qu'après le régime transitoire de l'alimentation électrique ( $t = 19s$ ), la densité de courant

modifiée est supérieure de  $\approx 10\%$  comparée au signal original, comme pour les essais A-1-900 et A-2-750.

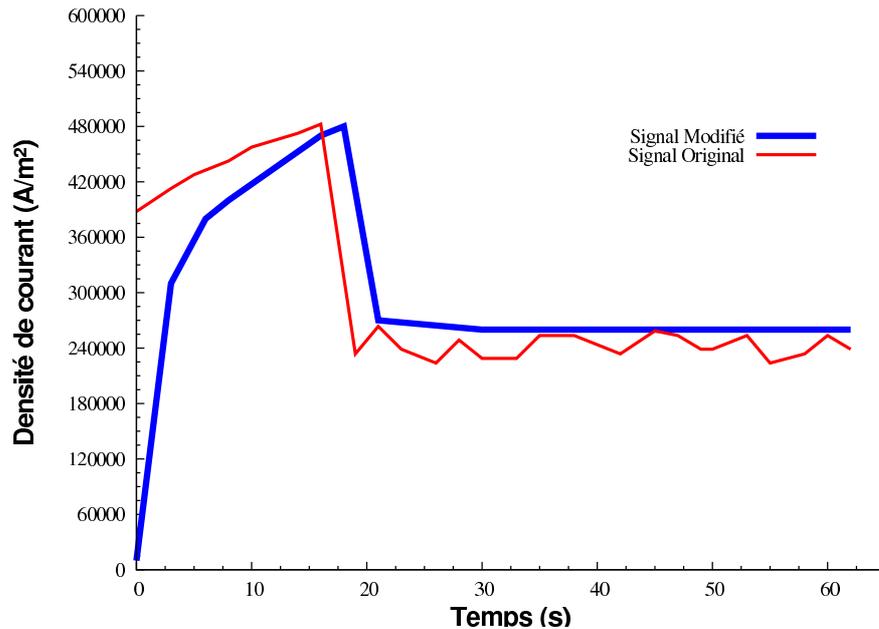


FIG. 3.47 – Evolution de la densité de courant appliquée sur la section  $Se_{sup}$  supérieure de l'entretoise pour l'essai A-3-413.

Les évolutions de la température et de la porosité moyenne sont montrées en Figure 3.48. On observe, concernant la simulation intégrant la densité de courant modifiée, une bonne concordance entre les porosités moyennes calculée et mesurée indiquant que le modèle de compaction est bien identifié pour des porosités supérieures à 25%. Les porosités finales sont de 30,5% et de 30,8% pour celles calculée et mesurée.

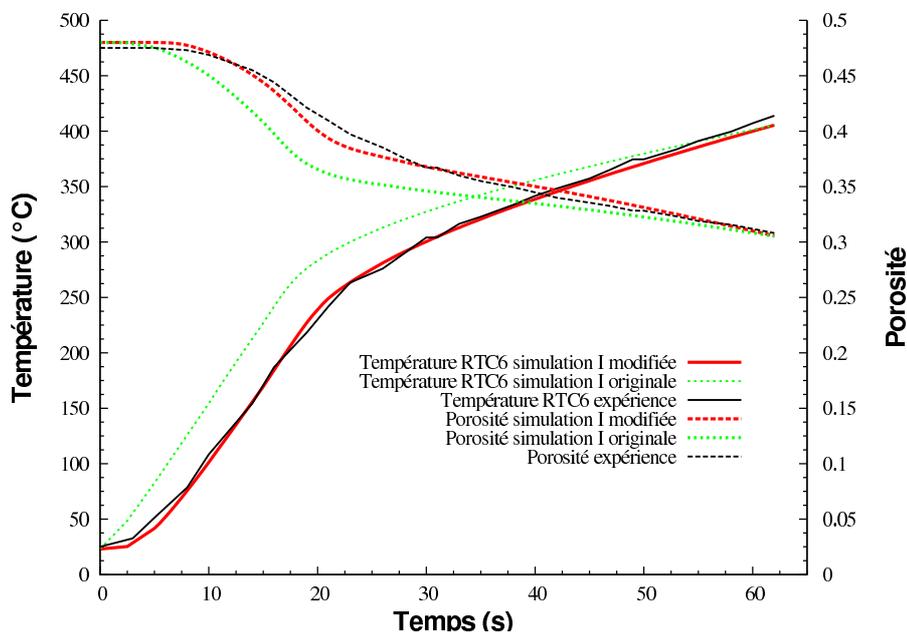


FIG. 3.48 – Comparaison des évolutions de la température en *RTC6* et des porosités moyennes expérimentale et numérique pour l'essai A-3-413.

Concernant la simulation intégrant le courant original, on constate que la température calculée en *RTC6* est supérieure à celle de l'expérience. À la fin du régime transitoire de l'alimentation, ( $t = 19s$ ), la température mesurée est de  $240^{\circ}C$  alors que celle simulée est de  $283^{\circ}C$  impliquant une densification rapide du matériau. En effet, à  $t = 19s$ , les porosités mesurée et calculée sont respectivement de 42,1% et de 37%. Cependant après ce régime transitoire, la vitesse de montée en température diminue impliquant une décélération de la vitesse de densification. Ainsi, on observe un croisement des courbes de température à  $t = 55s$ . En fin de cycle, on constate un écart de 0,4% entre les températures calculée et mesurée. Quant à la porosité, en fin de cycle, on constate que celle-ci est identique à celle de la simulation intégrant le courant modifié, soit 30,5%.

**Cartographies de température et de porosité** Nous étudions dans cette section, les résultats de la simulation réalisée avec le courant modifié. La Figure 3.49 présente les évolutions de la température à trois positions (au centre, à mi-rayon et au bord du disque de nickel) au sein de l'échantillon à mi-hauteur. Comme pour les autres essais, on constate une température au centre plus importante qu'au bord. À  $t = 19s$ , on constate une forte différence entre ces deux températures de  $124^{\circ}C$ . En fin de cycle, cette différence de température se réduit à  $52^{\circ}C$  comme le montre la distribution de la température en Figure 3.50. On constate, comme pour l'essai A-1-900, que la présence d'un régime transitoire conduit à des gradients de température importants lorsque la vitesse de montée en température est élevée.

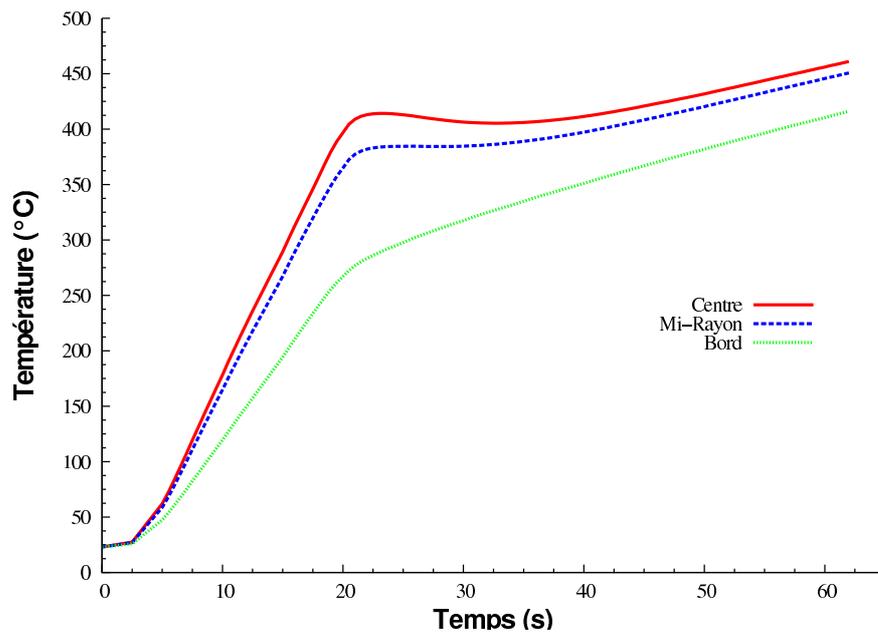


FIG. 3.49 – Evolution de la température, au centre, à mi-rayon et au bord de l'échantillon pour l'essai A-3-413.

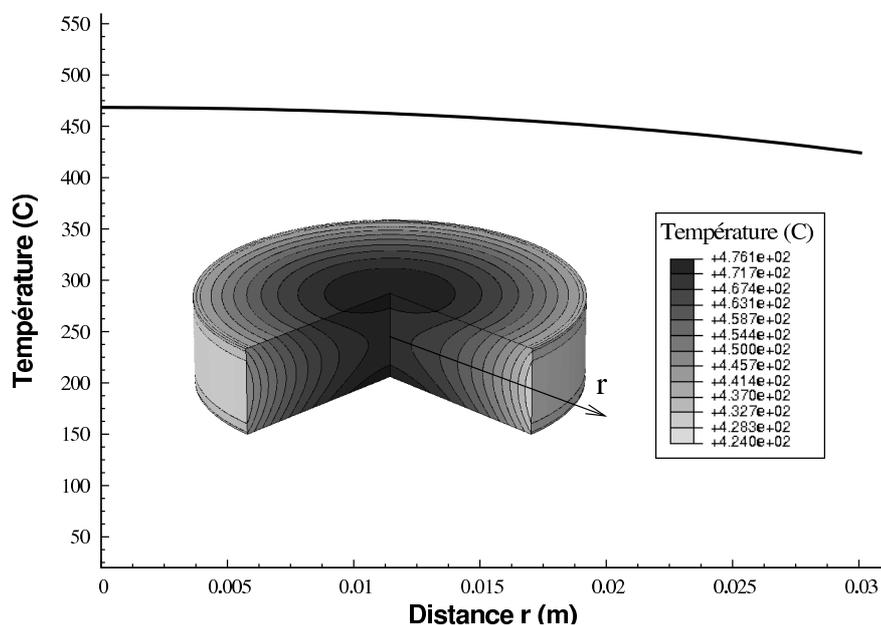


FIG. 3.50 – Distribution de la température au sein de l'échantillon en fin de cycle ( $t = 62s$ ) pour l'essai A-3-413.

Les évolutions de la porosité au centre, à mi-rayon et bord de l'échantillon sont montrées en Figure 3.51. Comme pour les essais A-1-900 et A-2-750, on observe une porosité au bord de l'échantillon plus importante qu'au centre. À  $t = 19s$ , on note une porosité de 40% et de 35% au bord et centre du disque. Après  $t = 19s$ , cette différence de porosité a tendance à se conserver. On peut noter le parallèle avec les températures qui évoluent également de la même manière (pour  $t > 45s$ ). La Figure 3.52, indique, en fin de cycle, une porosité au centre de 28% et au bord de 32%. On constate comme pour les deux premiers essais une porosité relativement homogène dans la zone centrale de l'échantillon ( $r \leq 15mm$ ).

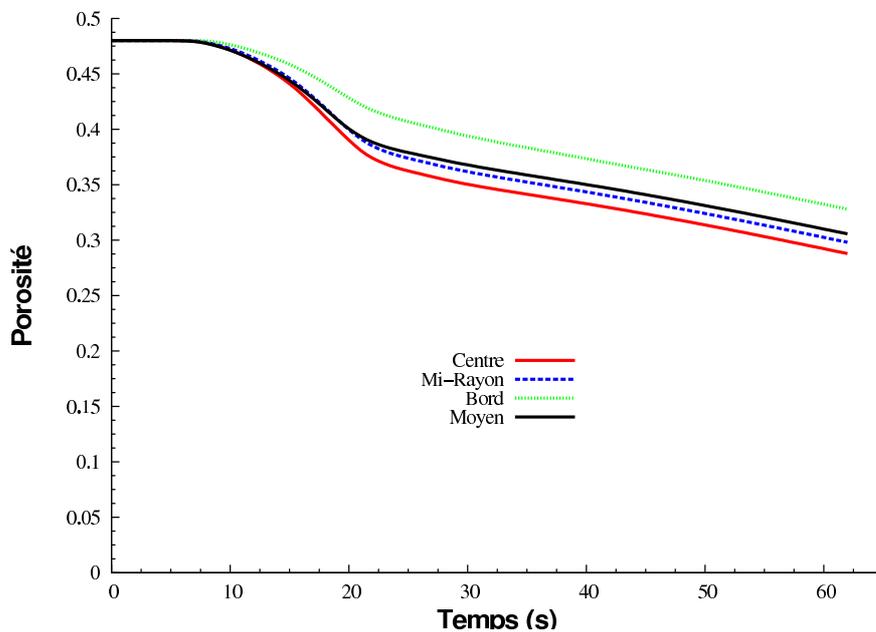


FIG. 3.51 – Evolution de la porosité au centre, à mi-rayon et au bord de l'échantillon pour l'essai A-3-413.

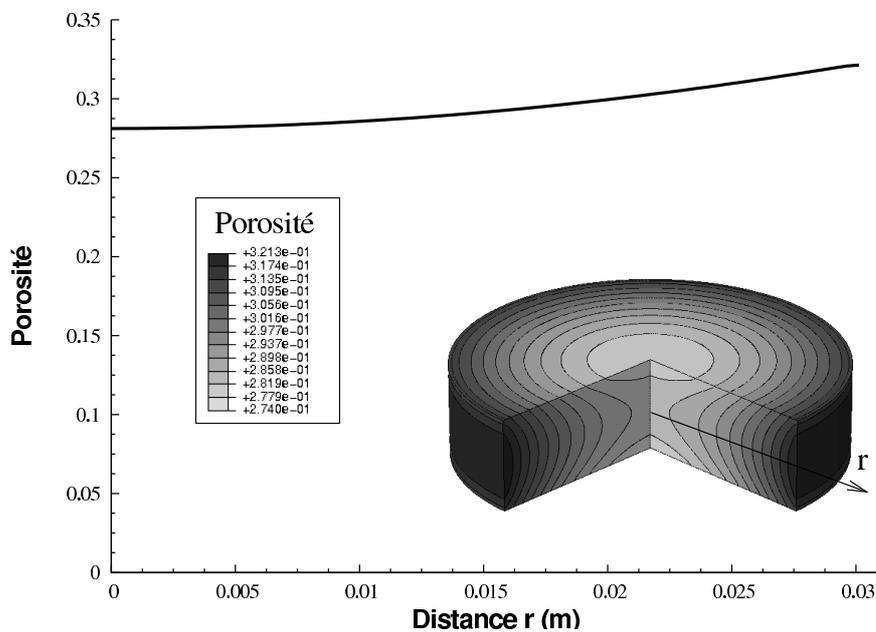


FIG. 3.52 – Distribution de la porosité au sein de l'échantillon en fin de cycle pour l'essai A-3-413.

### 3.7.4 Résultats et discussion des simulations de l'essai A-4-760

**Evolutions de la température en *RTC6* et de la porosité moyenne** Nous allons ici analyser le dernier essai instrumenté à notre disposition. L'essai A-4-760 est simulé avec les courants modifié et original, voir Figure 3.53. Comme pour l'ensemble des essais traités précédemment, on observe, après le régime transitoire du signal électrique (32s), que la densité de courant modifiée surestime celle mesurée de  $\approx 9\%$ .

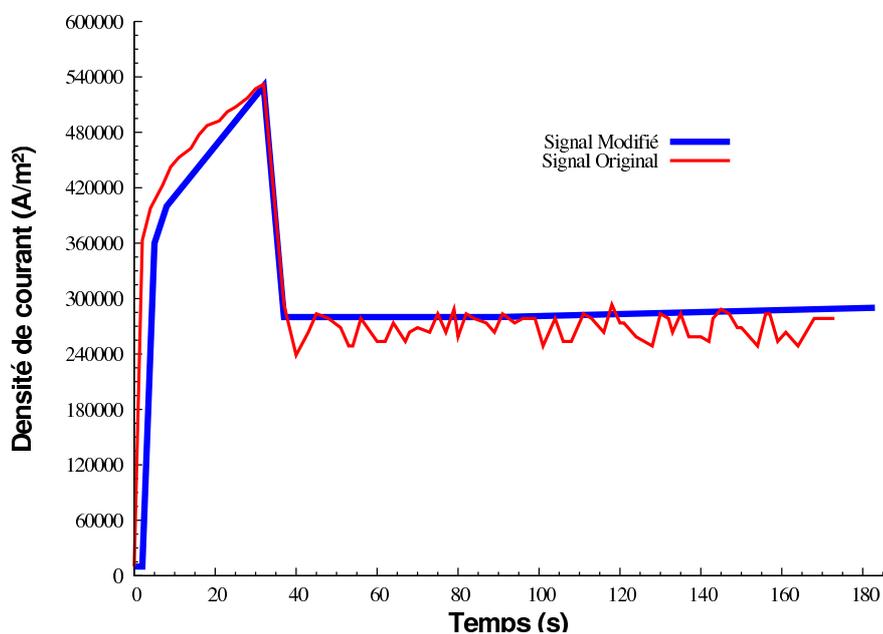


FIG. 3.53 – Evolution de la densité de courant appliquée sur la section  $S_{e_{sup}}$  supérieure de l'entretoise pour l'essai A-4-760.

Les évolutions de la température en *RTC6* et de la porosité moyenne sont montrées en Figure 3.54. On constate, concernant la simulation intégrant le courant modifié, une bonne reproduction de la densification du matériau sur l'ensemble du cycle. Cette évolution de porosité moyenne confirme une fois de plus la bonne identification de la fonction  $g$  du modèle de Cocks modifié.

Concernant les résultats avec le courant original, la densification du matériau est plus importante que celle mesurée durant le régime transitoire de l'alimentation électrique ( $t = 32s$ ). En effet, à  $t = 32s$ , on note des porosités calculée et mesurée de 23% et de 30%. Cette densification intense est induite par une température calculée plus importante que celle obtenue en *RTC6* avec le thermocouple. Une différence de  $61^{\circ}C$  est constatée entre les deux températures. Cependant, après le régime transitoire du signal électrique, on observe une diminution de la vitesse de montée en température conduisant à un croisement des courbes de température à  $120s$ . L'évolution de la porosité moyenne n'est pas insensible à ce changement de vitesse de montée en température. Ainsi à partir de  $t = 32s$  la densification diminue progressivement. En fin de cycle, on constate une porosité égale à celle mesurée (4%). Quant à la température, on observe un écart de température de 2,6% entre celles simulée et mesurée.

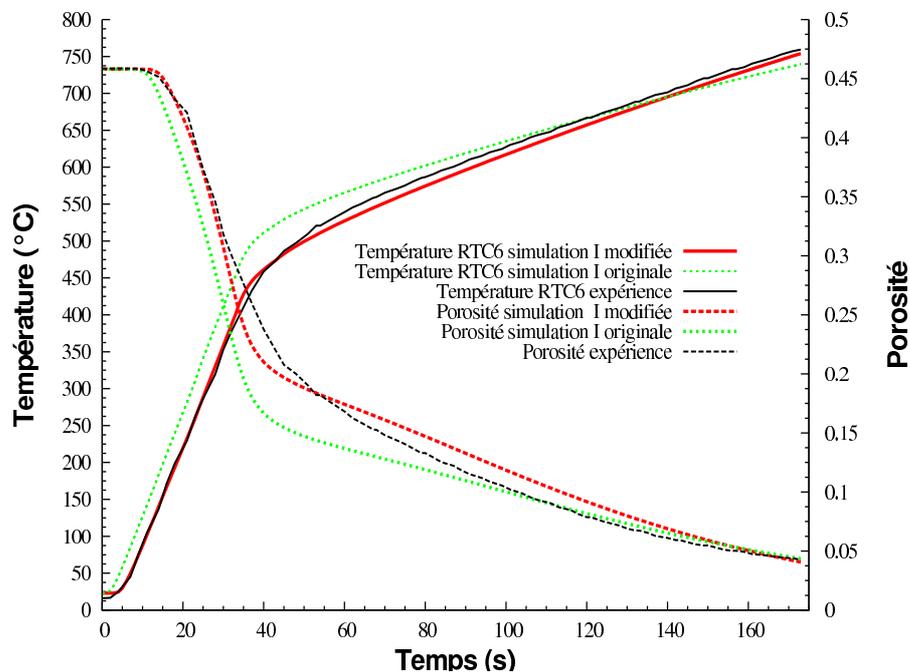


FIG. 3.54 – Comparaison des évolutions de la température en *RTC6* et des porosités moyennes expérimentale et numérique pour l'essai A-4-760.

**Cartographies de température et de porosité** Les résultats de cette section concernent la simulation intégrant le courant modifié. Les évolutions de la température au sein de l'échantillon (au centre, à mi-rayon et au bord du disque de nickel) sont présentées en Figure 3.55 et montrent une évolution de la température très similaire à l'essai A-1-900. On constate, comme dans l'ensemble des essais présentés, une température au centre supérieure à celle au bord. La différence maximale entre ces deux points se situe à  $t = 32s$  et vaut  $178^{\circ}C$ . Cette différence diminue après ce régime transitoire et on note une différence de température de  $45^{\circ}C$  en fin de cycle, voir Figure 3.56.

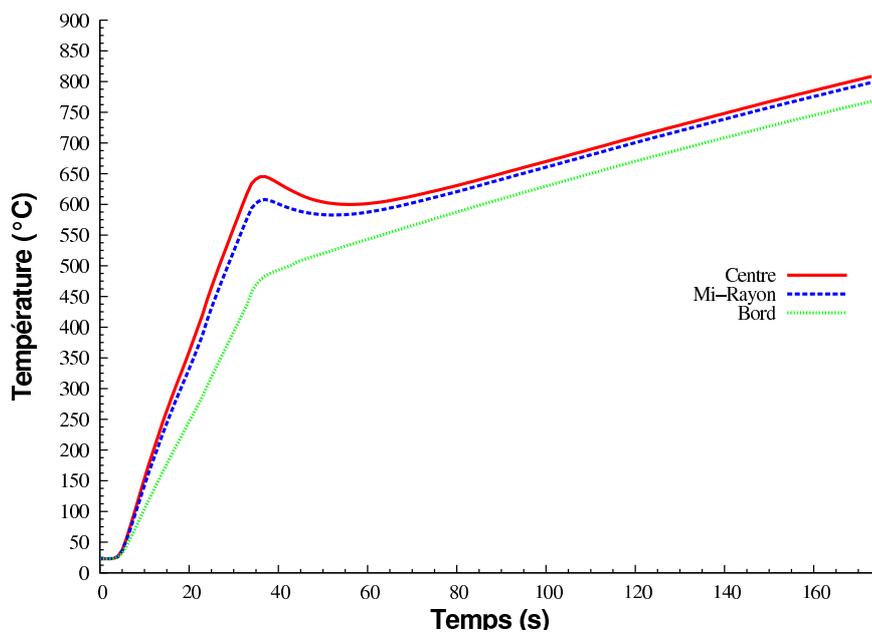


FIG. 3.55 – Evolution de la température, au centre, à mi-rayon et au bord de l'échantillon pour l'essai A-4-760.

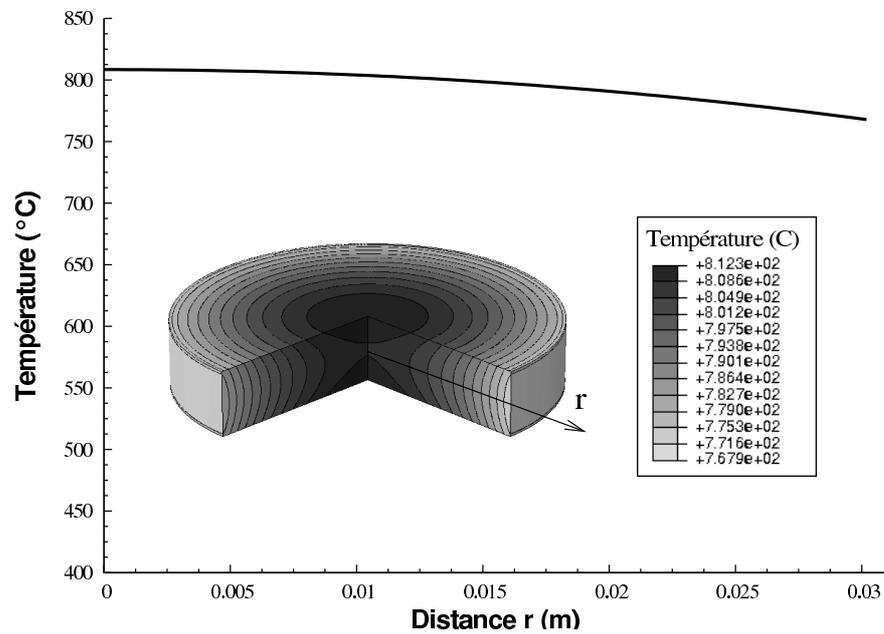


FIG. 3.56 – Distribution de la température au sein de l'échantillon en fin de cycle ( $t = 173s$ ) pour l'essai A-4-760.

Les évolutions de la porosité au centre, à mi-rayon et au bord sont présentées en Figure 3.57. La porosité au centre est plus faible qu'au bord de l'échantillon. En effet, à 32s, on note des porosités au centre et au bord du disque de nickel de 25,4% et de 32,6%. La différence entre ces deux porosités diminue progressivement et on obtient en fin de cycle des porosités au bord de l'échantillon de 6,3% et au centre de 1,8%, voir Figure 3.58.

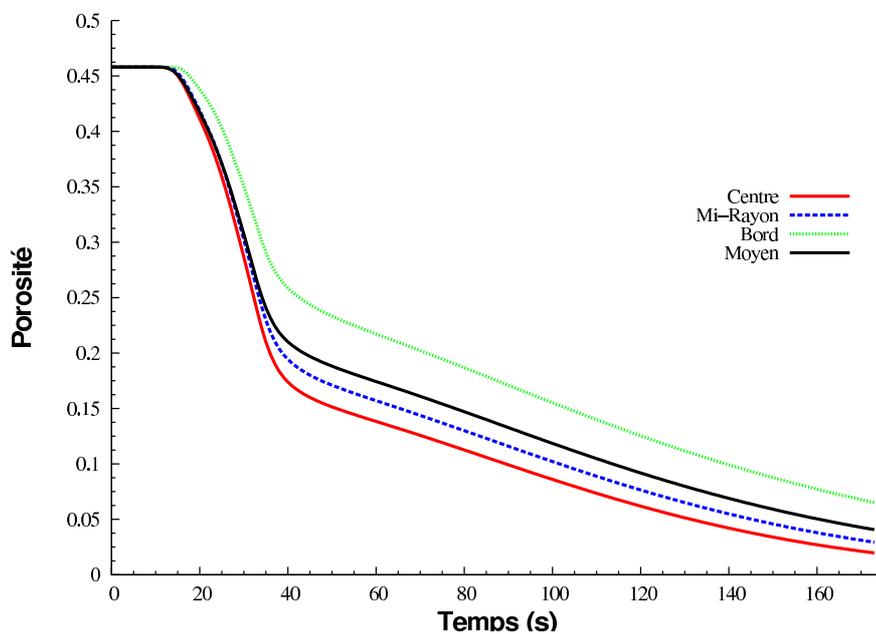


FIG. 3.57 – Evolution de la porosité au centre, à mi-rayon et au bord de l'échantillon pour l'essai A-4-760.

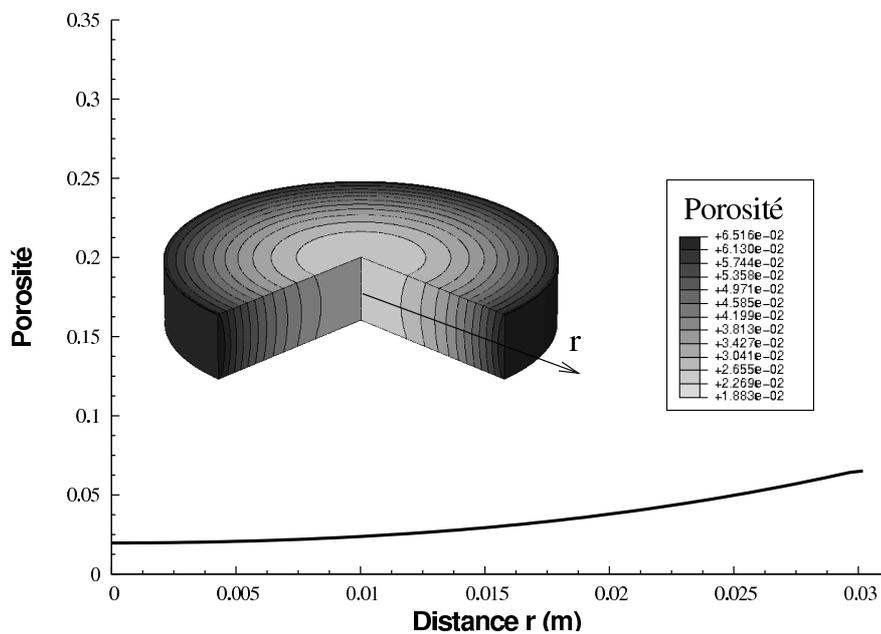


FIG. 3.58 – Distribution de la porosité au sein de l'échantillon en fin de cycle pour l'essai A-4-760.

L'essai A-4-760 est presque similaire à l'essai A-2-750 concernant sa température de frittage en fin de cycle ( $750^{\circ}\text{C}$  pour A-2-750 et  $760^{\circ}\text{C}$  pour A-4-760). Cependant, la montée en température de l'expérience A-4-760 est plus rapide. Ainsi le temps d'élaboration de l'essai A-4-760 est réduit d'un tiers comparé au temps de l'essai A-2-750. Toutefois, les gradients de porosité sont moins importants dans le cycle A-2-750 que celui de A-4-760. En effet en fin cycle, on note pour l'essai A-4-760, entre le bord et le centre, une hétérogénéité de porosité multipliée par  $5/3$  comparée à l'essai A-2-750. Ainsi, il est préférable de diminuer la vitesse de montée en température pour éviter des gradients de température trop importants. Ceci avait déjà été signalé par Wang *et al.* (2006).

Une montée plus lente en température conduit à une température plus homogène et donc à des écarts de densification plus faibles. L'ensemble de ces simulations a montré des températures plus grandes au centre qu'au bord de l'échantillon.

Nous allons analyser les microstructures des disques densifiés dans la suite pour vérifier de manière indirecte le fait que la température de densification est plus importante au centre.

### **3.8 Caractérisation du matériau densifié pour l'essai A-1-900**

Cette répartition de température représentée en Figure 3.35 a naturellement une influence au niveau de la microstructure et des propriétés mécaniques de l'échantillon. À ce titre, des analyses *post mortem* de l'échantillon A-1-900 ont été menées par Nexter Munitions comprenant des mesures, au sein de l'échantillon, de la taille de grain et de la limite d'élasticité en compression.

Il est clair que les hautes températures conduisent à de fortes croissances de taille des grains dans le matériau. Ainsi, nous pouvons interpréter de manière qualitative le champ de température à travers les distributions de taille de grains. En comparant les micrographies

réalisées à trois positions radiales, présentées en Figures 3.59, 3.60 et 3.61, on observe des grains plus petits au bord de l'échantillon qu'à demi rayon et qu'au centre. En effet la taille des grains au bord de l'échantillon est comprise entre 20 et 25 $\mu m$ . En revanche, au centre de l'échantillon, les tailles de grains sont comprises entre 30 et 35 $\mu m$ . Sur le demi-rayon de l'échantillon, la taille de grains est comprise entre 25 et 30 $\mu m$ .

Cependant il faut rester prudent sur le lien entre tailles de grain et distribution de température. La microstructure est le résultat d'une histoire de température et du chargement mécanique. Ainsi corrélation entre la température et la taille de grains peut s'avérer délicate si la température au centre devient inférieure puis supérieure (après une certaine période) à celle du bord de l'échantillon. Cependant, l'essai A-1-900 simulé a permis de vérifier que la forme parabolique de la distribution de température, illustrée en Figure 3.35 est conservée durant l'élaboration du matériau. Ainsi, pour ce cycle, le centre de l'éprouvette est toujours plus chaud que le bord rendant l'interprétation de la microstructure plus facile.

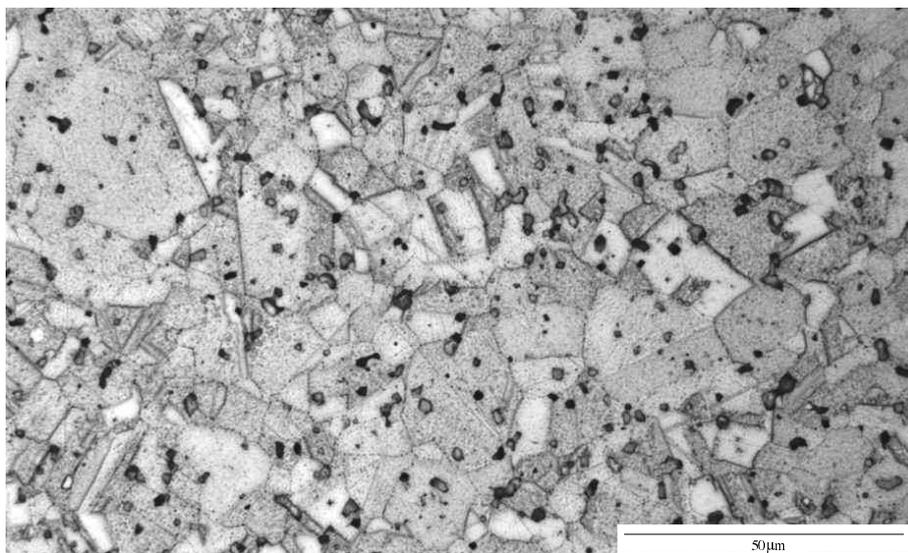


FIG. 3.59 – Micrographie réalisée sur le bord de l'échantillon en nickel. Les tailles de grain sont comprises entre 20 et 25 $\mu m$ . Les petits points noirs représentent des microporosités, lesquelles sont exacerbées par l'attaque acide.

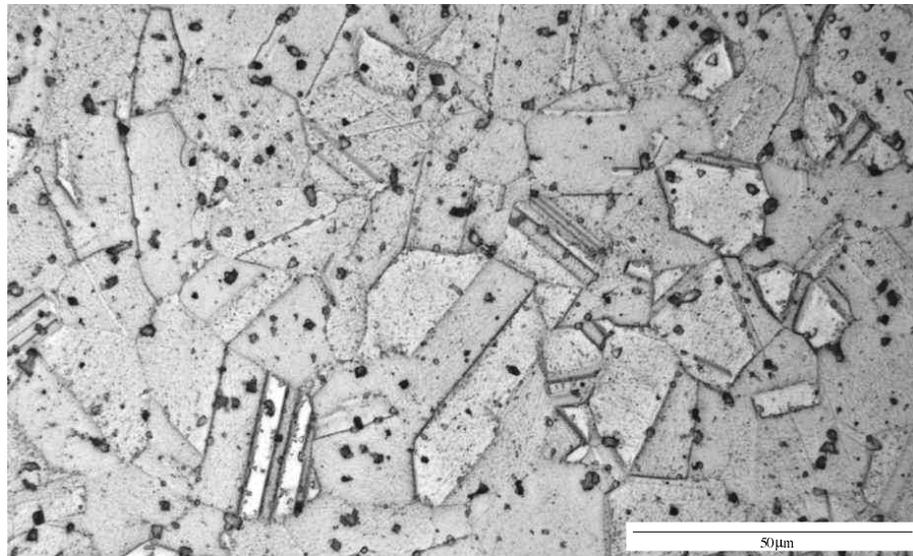


FIG. 3.60 – Micrographie réalisée à mi-rayon sur l'échantillon en nickel. Les tailles de grains sont comprises entre 25 et 30  $\mu\text{m}$ .

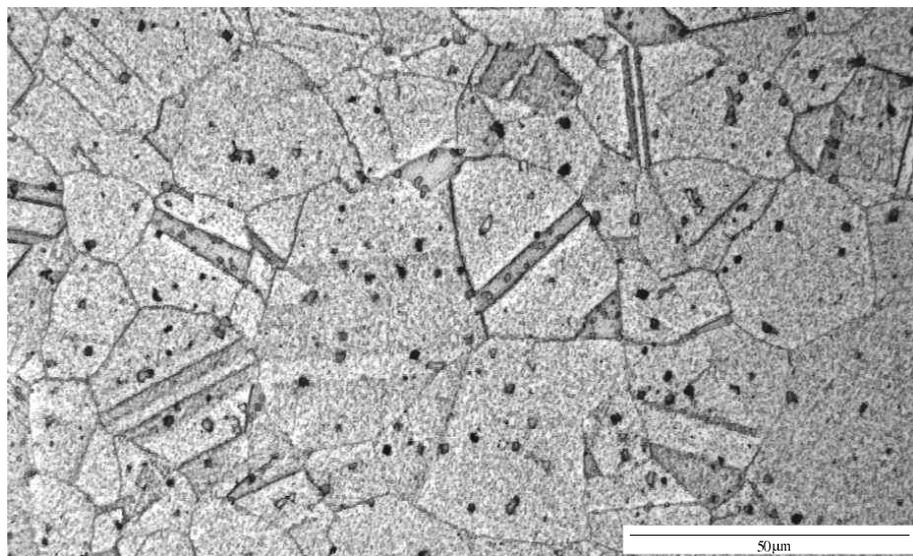


FIG. 3.61 – Micrographie réalisée au centre de l'échantillon en nickel. Les tailles de grains sont comprises entre 30 et 35  $\mu\text{m}$ .

Une caractérisation mécanique de l'échantillon confirme également cette distribution de la température. Des essais de compression sur sept pastilles (diamètre 5,9  $\text{mm}$  et hauteur 3,3  $\text{mm}$ ) usinées le long d'un diamètre de l'échantillon (voir Figure 3.62) ont été réalisés. Ces

essais de compression ont permis de mesurer la limite élastique du matériau. On constate, à travers la courbe de la Figure 3.62, que la limite élastique des pastilles 2, 3, 4, 5 et 6 est quasi-identique ( $Rp_{0,2\%} = 110MPa$ ). En revanche la limite élastique ( $Rp_{0,2\%} = 138MPa$ ) pour les pastilles 1 et 7 placées au bord de l'échantillon est plus importante. Sur la base de l'évolution de la limite d'élasticité et de la taille de grain en terme de la loi de Hall-Petch (Hall (1951) et Petch (1953)), ces données sont en phase avec la taille de grain plus faible sur les bords du disque qu'au centre. Cette deuxième mesure conforte l'idée de température plus importante au centre qu'au bord de l'échantillon. Cependant, un effet de porosité peut aussi influencer sur la limite d'élasticité puisqu'au centre la porosité est plus faible qu'au bord.

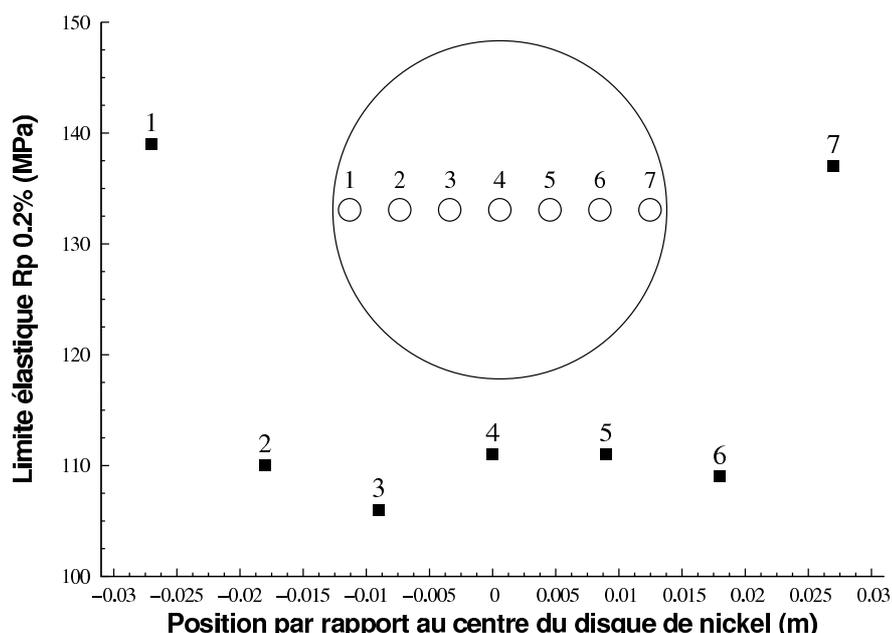


FIG. 3.62 – Evolution de la limite élastique du nickel au sein de l'échantillon. La limite élastique dépend de la taille moyenne des grains par la loi de Hall-Petch (Hall (1951) et Petch (1953)). Ainsi, une limite élastique plus grande, indique une taille de grains plus petite et donc une plus faible température au moment de l'élaboration.

### 3.9 Conclusion

La mise en place de la simulation numérique du procédé « Frittage Flash » a nécessité la mise en œuvre d'expériences de densification afin d'alimenter le modèle numérique. Ces expériences ont été menées en exerçant un chargement axial moyen de  $70\text{MPa}$  constant sur l'échantillon via les pistons en graphite. Une alimentation électrique constante a été appliquée au système impliquant une montée en température du dispositif principalement par effet Joule. Dans notre étude, les cycles de densification se terminent quand la température sur le thermocouple *RTC6* (à mi-hauteur de la matrice et à  $5\text{mm}$  de l'échantillon) atteint la température de frittage prédéfinie par l'opérateur. Quatre cycles expérimentaux (A-1-900, A-2-750, A-3-413 et A-4-760) ont été réalisés avec des températures de frittage et des montées en température différentes. Parmi ces quatre essais, deux ont été sélectionnés (A-1-900 et A-2-750) pour identifier le comportement thermo-mécanique du nickel. Les deux autres essais (A-3-413 et A-4-760) ont permis de valider la modélisation proposée.

Afin de simuler le procédé, un couplage thermo-électro-mécanique a été mis en place sur le logiciel ABAQUS. Un dialogue entre les modules thermo-électrique et mécanique de ce logiciel a été optimisé à l'aide de scripts Python. Une subroutine UMAT a été réalisée dans le module thermo-mécanique pour implémenter le modèle de Cocks modifié défini pour représenter le comportement d'un corps poreux en nickel. Les conditions aux limites appliquées sur le modèle, ont été présentées pour chaque essai. Les données matériau de chaque élément du procédé ont été intégrées dans la simulation en tenant compte de leur dépendance en température. Une dépendance en porosité des paramètres du nickel a également été incluse dans le modèle.

Le comportement du nickel a été identifié en utilisant des essais de fluage de la littérature et les simulations numériques des essais A-1-900 et A-2-750. Ces simulations ont été

menées pour calculer précisément la température moyenne de l'échantillon nécessaire à l'identification du comportement mécanique. Ces études numériques ont révélé le besoin de modifier le courant expérimental afin de s'approcher du champ réel de température au niveau de la matrice en *RTC6*. À noter que nous ne présentons pas l'évolution de la tension aux bornes de la partie simulée puisque nous n'avons pas accès à la valeur expérimentale pour cette partie de l'ensemble. Seule une mesure plus globale est disponible. On a bien vérifié que la mesure globale est plus importante que celle-ci. Après calcul de la température moyenne, les paramètres  $\alpha = \beta = 0,54$  et  $\theta_o = 0,485$  du comportement mécanique du nickel ont été identifiés.

Les simulations thermo-électro-mécaniques des essais fournissent l'évolution des champs de température et de porosité. Pour chacun des essais expérimentaux, deux calculs ont été réalisés en intégrant les courants modifié et non modifié. Les densifications des essais A-3-413 et A-4-750, non utilisés dans la détermination du comportement mécanique de l'échantillon, reproduisent correctement la densification du matériau validant pour l'ensemble des essais, le modèle de Cocks modifié pour le nickel. Concernant la simulation utilisant le courant non modifié, la température en *RTC6* calculée surestime puis sous-estime celle mesurée. Cependant, la porosité finale se trouve proche de la valeur expérimentale mesurée. Au final, les simulations intégrant le courant original ont conduit à des résultats acceptables.

Les résultats pour l'ensemble de ces quatre essais (avec courant modifié) ont montré que la température à mi-hauteur et au centre de l'échantillon est toujours supérieure à celle du bord. De plus, de fortes différences en température, avoisinant les  $100^{\circ}C$  dans l'échantillon, ont été observées pour les cycles impliquant de fortes montées en température. En fin de cycle, ces différences de température se réduisent à une cinquantaine de degrés. Il a été montré que les feuilles de graphite entourant l'échantillon sont la source d'un fort effet Joule. Elles contribuent fortement à l'échauffement de l'échantillon de nickel. La matrice sert de puits

de chaleur en évacuant la chaleur produite. Les lignes de flux thermique ont permis d'illustrer cette séquence.

Des caractérisations expérimentales réalisées sur l'échantillon densifié ont montré une croissance des grains plus importante au centre de l'échantillon. Ceci corrobore le fait que la température est plus élevée au centre. Les résultats de ces simulations ont également montré une porosité plus faible au centre de l'échantillon que sur le bord. L'évolution de la porosité résulte d'une part de l'élévation de la température et d'autre part du chargement mécanique appliqué. La contrainte axiale au sein de l'échantillon est hétérogène. En fin de cycle, des contraintes axiales plus importantes au centre qu'au bord ont été observées.

Pour finir, ces simulations permettent de détailler l'état de contrainte dans la matrice et par là même on peut envisager raisonnablement de mettre en place des études d'optimisation de dimensionnement de la matrice.

Les simulations de ces essais ont permis d'obtenir des premiers éléments de réponse sur les conditions d'élaboration de l'échantillon et ont montré que l'évolution de la densification dépendait fortement du signal électrique via le champ de température.



# CONCLUSION GENERALE

Ce mémoire a eu pour objet la modélisation thermo-électro-mécanique du procédé de « Frittage Flash » pour l'élaboration d'un nickel micronique. Le manuscrit est composé de trois parties. Après une partie de présentation du procédé « Frittage Flash » et de l'état de l'art sur les modèles de compaction des poudres et de modélisation du procédé « Frittage Flash » en tant que tel, la seconde partie propose et valide un modèle semi empirique fondé sur des développements micromécaniques. Ce modèle a été intégré au logiciel industriel d'éléments finis ABAQUS et une démarche de simulations thermo-électro-mécaniques couplées a été mise en place. La dernière partie portant sur une confrontation avec des résultats expérimentaux provenant de l'Université de Bourgogne a permis de démontrer la pertinence de l'approche proposée.

Le procédé « Frittage Flash » permet, par combinaison d'un chargement mécanique et d'une haute température de densifier un matériau poreux. Le potentiel de ce procédé repose sur la capacité à monter très rapidement en température grâce à l'application d'un fort courant pulsé à travers le système. Ainsi, les hautes vitesses de montée en température générées principalement par effet Joule, diminuent considérablement le temps d'élaboration du matériau (quelques minutes à comparer aux quelques heures pour les procédés conventionnels de mise en forme à chaud). Il est alors possible de limiter la croissance des grains du matériau induit par une compaction trop longue sous haute température. Ainsi l'élabo-

ration de matériaux nouveaux comme les matériaux nanostructurés peuvent être élaborés tout en préservant leur structure initiale.

Afin de mieux comprendre le fonctionnement du procédé d'élaboration «Frittage Flash», de nombreuses études numériques ont été réalisées portant sur des simulations numériques thermo-électriques. Les premiers travaux numériques se sont consacrés à l'obtention de la distribution de la température induite par le passage du courant électrique dans le procédé. Il a été constaté une évolution différente de la température au sein d'échantillons électriquement conducteurs ou isolants. De plus, il a été observé que les fortes montées en température du système conduisent à des différences importantes de température dans l'échantillon pouvant conduire à des hétérogénéités du matériau. Quelques études numériques ont couplé la partie mécanique du procédé. Dans ces études, le comportement de l'échantillon a d'abord été considéré comme thermo-élastique puis thermo-élasto-viscoplastique. Ces simulations ont montré des premières cartes de porosité dans l'échantillon. Cependant, les simulations et les comparaisons avec les expériences manquent d'informations sur la façon dont elles sont conduites. Le travail de cette thèse a été, entre autres, de proposer une procédure numérique claire et détaillée pour simuler le procédé mais également d'apporter une nouvelle alternative aux modèles de densification.

Plusieurs modèles de densification de matériaux poreux ont été proposés dans la littérature. Le modèle expérimental d'Abouaf ainsi que les modèles micromécaniques de Cocks, Ponte Castaneda, Duva & Crow et McMeeking & Sofronis ont été analysés dans ce mémoire. Les modèles micromécaniques ont révélé une incapacité à reproduire la densification d'un matériau ayant une grande porosité initiale. Pour pallier ce défaut, une modification de ces modèles a été proposée en s'appuyant sur le modèle d'Abouaf. Un changement de variables

empiriques, a été adopté sur la porosité afin de prendre en compte la perte de résistance du matériau pour une porosité critique comprise entre 30% et 50%. Cette nouvelle approche a l'avantage de faire intervenir un faible nombre de paramètres à déterminer par rapport aux fonctions de porosité habituellement utilisées dans le modèle d'Abouaf. La forme des fonctions de porosité de l'approche proposée est basée sur la micromécanique alors que celle issue du modèle d'Abouaf est empirique. Des applications de ces modèles micromécaniques modifiés sont présentées pour le plomb et le bore et ont montré une bonne capacité de reproduction de la densification pour ces deux matériaux sous chargement de compaction isostatique à chaud et de compaction à chaud. Les résultats étant similaires pour l'ensemble des modèles micromécaniques modifiés, le modèle de Cocks modifié a donc été privilégié dans la suite et sera utilisé pour la simulation du procédé « Frittage Flash ».

La mise en place de la simulation numérique thermo-électro-mécanique du procédé a nécessité l'optimisation d'un dialogue entre les modules thermo-électrique et mécanique du logiciel ABAQUS via des scripts PYTHON. Pour alimenter le modèle numérique, quatre essais spécifiques de densification « Frittage Flash » ont été définis et réalisés avec l'Université de Bourgogne. À partir de ces essais, les conditions aux limites thermiques, électriques et mécaniques ont été mesurées et appliquées au modèle numérique du procédé. Deux cycles expérimentaux ont été utilisés pour identifier les paramètres du modèle de Cocks modifié et simuler la compaction du nickel. Les deux autres ont servi d'essais de validation. Les résultats de l'ensemble de ces simulations ont montré que le signal électrique imposé au système influence fortement la densification du matériau via la température. Un courant électrique élevé conduit à une montée rapide en température impliquant des différences importantes de température au sein de l'échantillon. *In fine*, cela conduit à des hétérogénéités de porosité dans l'échantillon. De plus, la simulation a permis d'établir que la température au centre de

l'échantillon est supérieure à celle observée au bord de l'échantillon. Cette répartition de la température résulte d'un flux thermique induit par des éléments très résistifs du système proche de l'échantillon et qui sont traversés par un fort courant électrique. Cette distribution de température a été confirmée à travers des campagnes d'analyses *post mortem* de l'échantillon réalisées par Nexter Munitions. Il a été montré une bonne corrélation entre les zones de températures importantes et de tailles de grains plus élevées.

### 3.10 PERSPECTIVES

Les premiers résultats de cette étude numérique ont permis de fournir une bonne reproductibilité des évolutions expérimentales de la température et de la porosité. Cette modélisation a permis d'analyser des grandeurs difficilement accessibles dans le matériau comme les champs de température, de porosité et de contrainte. À la suite de ce travail, un certain nombre de développements nous semblent à considérer. Il a été nécessaire de réaliser des simulations intégrant un courant modifié permettant une reproduction plus précise de l'évolution de la température mesurée à proximité de l'échantillon. Afin d'identifier l'origine de la nécessité de modifier le courant électrique, il paraît important d'abord d'estimer l'erreur commise par les thermocouples (précision, temps de réaction) et l'ampèremètre de la machine «Flash Frittage», de définir les propriétés thermiques et électriques des contacts entre les pièces et enfin de vérifier les paramètres physiques, thermiques et électriques de l'outillage. Dans la simulation, une densité de courant homogène a été appliquée. Toutefois, celle-ci peut s'avérer hétérogène et influencer l'évolution de la température. Il sera nécessaire de réaliser une étude numérique sur l'influence réelle de cette répartition de densité de courant sur la température. Ces démarches permettront de mieux identifier l'origine des

écarts entre les températures mesurée et calculée avec le courant réel.

L'évolution de la porosité expérimentale a été déduite du capteur de déplacement de la machine mesurant le retrait de l'échantillon. Le déplacement mesuré est le résultat de la densification de l'échantillon mais intègre aussi des déformations liées à la variation de température du système. La dilatation thermique des pièces séparant l'échantillon et le capteur doit être mieux considérée en réalisant des essais expérimentaux de calage. Par ailleurs, il est important de pouvoir mieux caractériser l'échantillon. On peut citer l'intérêt d'essais interrompus pour évaluer la porosité au cours du temps et obtenir une meilleure adéquation entre le déplacement mesuré et la porosité.

Dans ce travail, l'identification du comportement du nickel est restée incomplète. Des essais de compression simple sur un nickel poreux et dense à haute température doivent être réalisés prochainement afin de définir les coefficients  $A$  et  $n$  de fluage mais également de distinguer les paramètres  $\alpha$  et  $\beta$  du modèle de Cocks modifié pour ce matériau.

Les essais de densification « Frittage Flash » réalisés à l'Université de Bourgogne se sont limités à un chargement mécanique de  $70\text{MPa}$ . Il est donc nécessaire d'effectuer d'autres cycles de densification avec des chargements et des géométries différentes afin d'évaluer le domaine de validité du modèle de Cocks modifié.

Le modèle numérique du procédé abordé dans ce mémoire, néglige les frottements entre l'échantillon et la matrice. Un frottement simple de type Coulomb peut être envisagé en estimant le coefficient de frottement à travers la cinématique de la matrice et des simulations numériques.

Le modèle ne permet pas de prédire l'évolution des tailles de grains lors de l'élaboration. Il convient donc d'enrichir la modélisation en intégrant des lois d'évolution de la taille de grains. Cette évolution doit aussi avoir un effet sur la loi de fluage.

Au final, les perspectives d'amélioration de la modélisation restent encore nombreuses. Cependant, ce travail propose une des premières simulations thermo-électro-mécaniques du procédé. Il est maintenant possible de reproduire les conditions de densification de l'expérience et d'obtenir des évolutions de porosité et de température cohérentes avec les expériences.

## Annexe A

# Convergence vis à vis du maillage

Cette étude permet d'évaluer la dépendance des résultats en fonction du nombre d'éléments choisis. Un nombre d'éléments trop important conduit à des temps de calcul longs comme le montre le Tableau A.1. Trois maillages sont étudiés dans cette annexe et le nombre d'éléments d'un maillage à l'autre est multiplié par quatre. Le détail des maillages est présenté en Figure A.1. Le Tableau A.1 résume l'effet sur les contraintes  $\Sigma_{rr}$ ,  $\Sigma_{zz}$ , la température et la porosité au sein de l'échantillon pour les différents maillages. Ces données ont été obtenues en simulant le cycle A-1-900 avec les paramètres  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\theta_o$  du plomb. Les résultats du Tableau A.1 montrent une faible dépendance des contraintes axiale, radiale et de la porosité vis à vis du nombre d'éléments. Cependant, la température est plus sensible au raffinement du maillage de l'ensemble. En effet, entre le maillage 1 (le plus grossier) et 2 (le maillage intermédiaire), on note une différence de la température maximale de  $6^\circ C$  alors qu'entre le maillage 2 et 3 (le plus raffiné), cette différence n'est seulement que de  $2^\circ C$ . Toutefois, les résultats du maillage 2 sont obtenus en quatre fois moins de temps que son homologue plus raffiné pour des résultats équivalents. Ainsi le maillage 2 est retenu pour l'ensemble des simulations étudiées dans ce mémoire.

|                                      | Maillage 1 |        | Maillage 2 |        | Maillage 3 |        |
|--------------------------------------|------------|--------|------------|--------|------------|--------|
| Nombre total d'éléments              | 4422       |        | 17257      |        | 69028      |        |
| Nombre d'éléments dans l'échantillon | 540        |        | 2160       |        | 8640       |        |
| Temps de calcul                      | 22 min     |        | 1 h 27 min |        | 5 h 52 min |        |
| Grandeurs physiques                  | min        | max    | min        | max    | min        | max    |
| Contrainte ( $MPa$ )                 |            |        |            |        |            |        |
| $ \Sigma_{zz} $                      | 65.96      | 66.84  | 65.94      | 66.90  | 65.92      | 66.92  |
| $ \Sigma_{rr} $                      | 68.71      | 70.12  | 68.66      | 70.16  | 68.62      | 70.19  |
| Température ( $^{\circ}C$ )          | 865        | 930    | 870        | 936    | 871        | 938    |
| Porosité                             | 0.1284     | 0.1505 | 0.1265     | 0.1493 | 0.1258     | 0.1491 |

TAB. A.1 – Valeurs minimales et maximales des contraintes radiale, axiale, de la température et de la porosité calculées pour différents maillages.

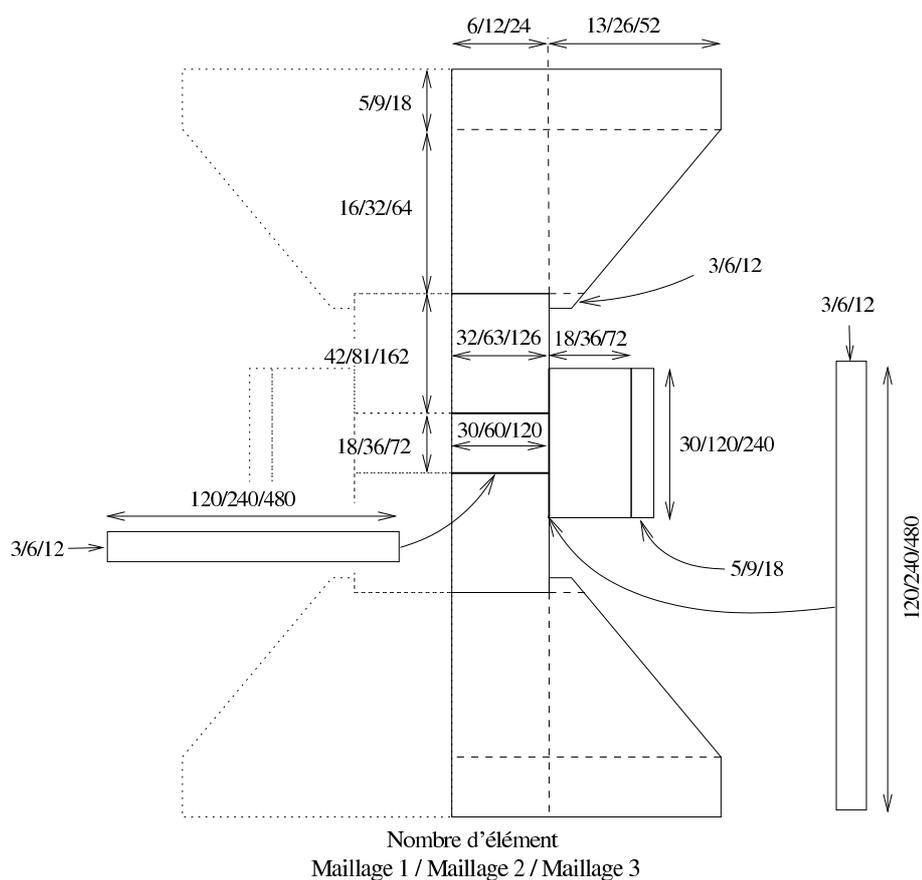


FIG. A.1 – Descriptif des trois maillages du procédé.

## **Annexe B**

# **Données Matériaux**

Cette annexe présente les données matériaux utilisées lors des simulations. À noter que les entretoises, les pistons et la matrice sont réalisés en Graphite 2333 de Carbone Lorraine, voir B.1. Des feuilles de graphite Papyex, B.3, et une feutrine en graphite, B.4 sont également présents. Enfin les paramètres du nickel sont résumés en B.1, hors plasticité.

| Matériaux   | T (°C) | Nickel | T (°C) | Graphite 2333<br>Carbone Lorraine |
|---|--------|--------|--------|-----------------------------------|
| Chaleur spécifique<br>( $J/(kg^{\circ}C)$ )<br>Source : Communication<br>interne Nexter<br>Munitions        | 20     | 410    | 20     | 710                               |
|   | 300    | 530    | 200    | 1120                              |
|   | 355    | 570    | 500    | 1560                              |
|   | 365    | 510    | 800    | 1800                              |
|   | 395    | 480    | 1100   | 1950                              |
| Conductivité<br>thermique<br>( $W/(m^{\circ}C)$ )<br>Nickel : Powell <i>et al.</i> (1965)                   | 20     | 83     | 20     | 103.7                             |
|   | 50     | 83     | 200    | 92.9                              |
|   | 150    | 76     | 500    | 76.3                              |
|   | 250    | 70     | 800    | 64.5                              |
|   | 350    | 64     | 1100   | 56.2                              |
|   | 450    | 65     | 1400   | 49.8                              |
|   | 550    | 67     |        |                                   |
|   | 650    | 70     |        |                                   |
|   | 750    | 72     |        |                                   |
|   | 850    | 74     |        |                                   |
| Résistivité<br>électrique<br>( $\mu\Omega cm$ )<br>( $1/\sigma_e$ )<br>Nickel : Powell <i>et al.</i> (1965) | 20     | 7.1    | 20     | 1261                              |
|   | 50     | 8.3    | 225    | 988                               |
|   | 150    | 13.1   | 500    | 880                               |
|   | 250    | 19.4   | 750    | 851                               |
|   | 350    | 28.3   | 1000   | 861                               |
|   | 450    | 33.2   | 1250   | 901                               |
|   | 550    | 36.4   |        |                                   |
|   | 650    | 39.2   |        |                                   |
|   | 750    | 42.1   |        |                                   |
|   | 850    | 44.7   |        |                                   |
| Masse volumique ( $kg/m^3$ )  | 20     | 8900   | 20     | 1860                              |
| Coefficient de<br>dilatation thermique<br>( $10^{-6}/(^{\circ}C)$ )<br>Nickel : Kollie (1977)               | 27     | 12.89  | 20     | 6                                 |
|   | 247    | 15.63  |        |                                   |
|   | 287    | 16.24  |        |                                   |
|   | 339    | 17.28  |        |                                   |
|   | 355    | 18.95  |        |                                   |
|   | 377    | 16.53  |        |                                   |
|   | 435    | 16.5   |        |                                   |
|   | 490    | 16.64  |        |                                   |
|   | 590    | 17.36  |        |                                   |
|   | 700    | 18.27  |        |                                   |
| Module<br>de Young ( $MPa$ )<br>Nickel : Farraro et McLellan (1977)   | 20     | 240134 | 20     | 18000                             |
|   | 100    | 232670 |        |                                   |
|   | 200    | 223340 |        |                                   |
|   | 300    | 214010 |        |                                   |
|   | 400    | 204680 |        |                                   |
|   | 500    | 195350 |        |                                   |
|   | 600    | 186020 |        |                                   |
|   | 700    | 176690 |        |                                   |
| 800   | 167360 |        |        |                                   |
| Coefficient de Poisson  | 20     | 0.31   | 20     | 0.23                              |
| Emissivité  |        |        | 20     | 0.8                               |

TAB. B.1 – Paramètres physiques du nickel et du graphite 2333 de Carbone Lorraine

|                        |  |                                 |
|------------------------|--|---------------------------------|
| Chaleur spécifique     | $C_p(T, \theta) = C_p(T, \theta = 0)(1 - \theta)$                          | Chernikova <i>et al.</i> (1992) |
| Densité                | $\rho(T, \theta) = \rho(T, \theta = 0)(1 - \theta)$                        |                                 |
| Conductivité thermique | $\lambda(T, \theta) = \lambda(T, \theta = 0) \frac{2(1-\theta)}{2+\theta}$ | Maxwell (1873)                  |
| Resistivité électrique | $\rho_e(T, \theta) = \rho_e(T, \theta = 0) \frac{2+\theta}{2(1-\theta)}$   |                                 |

TAB. B.2 – Dépendance des propriétés physiques du nickel en fonction de la porosité.

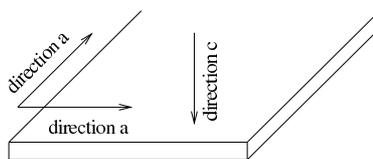


FIG. B.1 – Directions principales des feuilles de graphite POPYEX.

| Matériaux   | T (°C)      | Feuille de graphite Papyex |
|---|-------------|----------------------------|
| Chaleur spécifique<br>( $J/(kg^{\circ}C)$ )                   | 20          | 710 (1)                    |
|   | 200         | 1120                       |
|   | 500         | 1560                       |
|   | 800         | 1800                       |
|   | 1100        | 1950                       |
| Conductivité thermique ( $W/(m^{\circ}C)$ )                   | direction a |                            |
|   | 20          | 160                        |
|   | 1000        | 100                        |
|   | direction c |                            |
|   | 20          | 4                          |
|   | 1000        | 12                         |
| Résistivité électrique ( $\mu\Omega cm$ )                     | direction a |                            |
|   | 20          | 1000                       |
|   | direction c |                            |
|   | 20          | 50000                      |
| Masse volumique ( $kg/m^3$ )                                  | 20          | 1100                       |
| Coefficient de dilatation thermique ( $10^{-6}/(^{\circ}C)$ ) | 20          | $10^{-2}$ (2)              |
| Module de Young (MPa)   | 20          | 18000 (3)                  |
| Coefficient de Poisson  | 20          | 0.23 (3)                   |

TAB. B.3 – Paramètres physiques de la feuille de graphite Papyex. (1) Valeur non indiquée par le fournisseur. Nous considérons que la chaleur spécifique est identique à celle du graphite 2333. (2) Valeur non indiquée par le fournisseur. Nous supposons que le coefficient de dilatation thermique des feuilles de graphite est presque nul. (3) Valeur non indiquée par le fournisseur. Nous adoptons les valeurs du graphite 2333.

| Matériaux   | T (°C)                                      | Feutrine<br>Carbone Lorraine |
|---|---|------------------------------|
|   | Chaleur spécifique<br>( $J/(kg^{\circ}C)$ ) | 20                           |
| 1400  |   | 1675                         |
| Conductivité thermique( $W/(m^{\circ}C)$ )                    | 20  | 0.105                        |
|   | 500   | 0.105                        |
|   | 800   | 0.182                        |
|   | 1000  | 0.217                        |
| Résistivité électrique ( $\mu\Omega cm$ )                     | 20  | 300000                       |
| Masse volumique ( $kg/m^3$ )                                  | 20  | 88                           |
| Coefficient de dilatation thermique ( $10^{-6}/(^{\circ}C)$ ) | 20  | $10^{-2}$ (1)                |
| Module de Young (MPa)   | 20  | 1000 (2)                     |
| Coefficient de Poisson  | 20  | 0.3 (2)                      |
| Emissivité  | 20  | 0.99                         |

TAB. B.4 – Paramètres physiques de la feutrine. (1) Valeur non indiquée par le fournisseur. Nous supposons que le coefficient de dilatation thermique des feuilles de graphite est presque nul. (2) Valeur non indiquée par le fournisseur. La feutrine est relativement peu rigide, nous avons considéré un module de Young faible.

## **Annexe C**

# **Convergence vis à vis du pas de temps $\delta t$**

Cette étude permet de mesurer les effets du pas de temps  $\delta t$  sur les résultats du calcul. Le pas de temps  $\delta t$  correspond au temps de calcul accordé à chaque module dans le couplage séquentiel. Dans ce mémoire, nous présentons, à titre d'exemple, l'étude de convergence sur  $\delta t$  pour la simulation de l'essai A-1-900 permettant la détermination de la température moyenne au sein de l'échantillon (voir section 3.6.1). Notons que les simulations réalisées dans cette thèse ont été soumises au même traitement. Les Figures C.1 et C.2 nous montrent l'influence de  $\delta t$  sur les évolutions de la température au centre de l'échantillon et de la tension au borne de l'assemblage, pour quatre simulations réalisées avec des temps  $\delta t$  compris entre  $2s$  et  $254s$ .

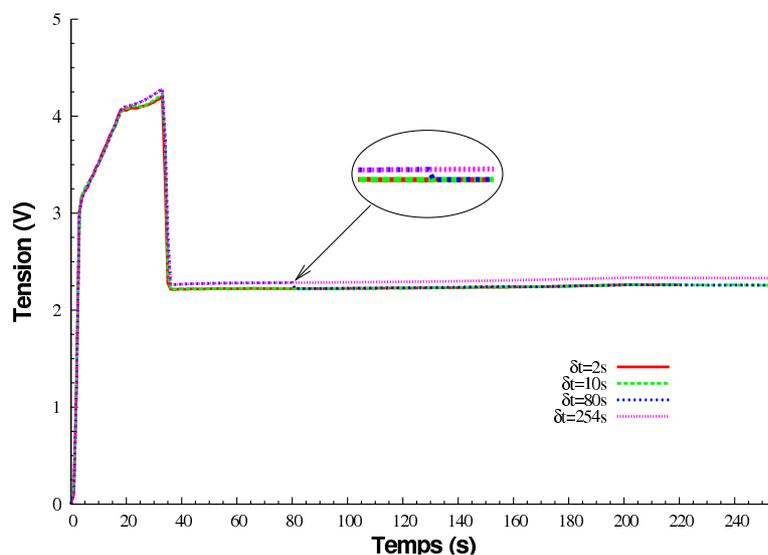


FIG. C.1 – Evolution de la tension pour quatre simulations réalisées avec différentes valeurs de  $\delta t$  égales à 254s, 80s, 10s et 2s. Pour le calcul réalisé avec  $\delta t = 80s$ , on constate dans le médaillon, une chute de tension.

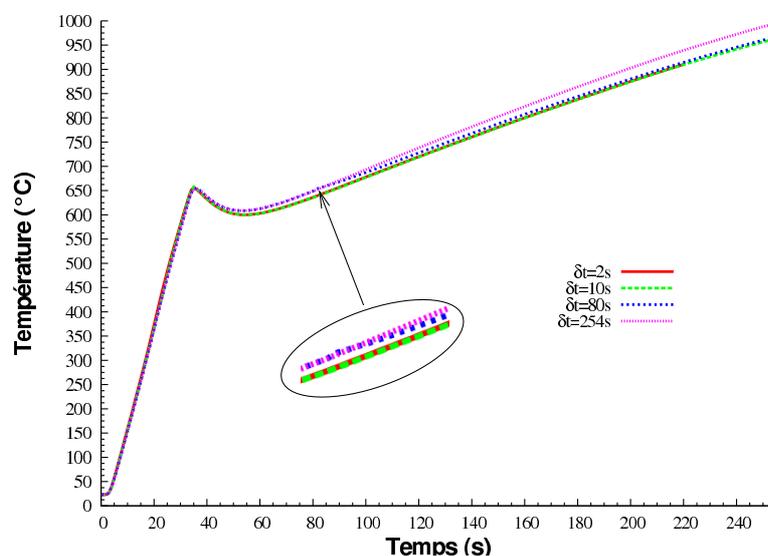


FIG. C.2 – Evolution de la température au centre de l'échantillon de nickel pour quatre simulations réalisées avec différentes valeurs de  $\delta t$  égales à 254s, 80s, 10s et 2s pour l'essai A-1-900. On constate que la convergence des résultats est déjà atteinte pour  $\delta t = 10s$ .

L'essai A-1-900 est considéré avec une porosité initiale du nickel de 0.447. La première simulation a été réalisée avec un pas de temps  $\delta t$  égal à la durée du cycle complet :  $\delta t = 254s$ .

Cette condition correspond à un seul échange entre les deux modules et donc à un découplage total puisque le calcul thermo-électrique est conduit dans son entier et ensuite l'histoire de la température est transférée au module mécanique. Les simulations suivantes sont conduites pour des valeurs de  $\delta t$  de 80s, 10s et 2s.

Sur les Figures C.1 et C.2, on constate une superposition des courbes de température et de tension pour les simulations avec des pas de temps  $\delta t$  de 10s et de 2s. Ainsi pour  $\delta t = 10s$ , les résultats de la simulation ont convergé. Notons également que pour  $\delta t = 80s$ , une chute de la tension après 80s, est constaté, comme le montre le zoom illustré dans le médaillon en Figure C.1. Pour cette simulation, cet instant correspond au début du deuxième calcul thermo-électrique. À noter que ce calcul est réalisé sur une nouvelle géométrie de l'échantillon issue du calcul mécanique. En effet, le retrait de l'échantillon, calculé par le module mécanique, conduit à une diminution de la hauteur du modèle impliquant une baisse de sa résistance électrique globale. Comme la densité électrique imposée sur l'entretoise supérieure est identique pour toutes les valeurs  $\delta t$ , cette diminution de la résistance électrique conduit à la petite chute de tension électrique illustrée en Figure C.1 pour  $\delta t = 80s$ . Notons également que l'amélioration intrinsèque de la conductance électrique de l'échantillon induite par la fermeture des pores, contribue aussi à la diminution de la tension. Ainsi, concernant  $\delta t = 254s$ , la tension électrique est la plus importante des quatre simulations car le calcul thermo-électrique est réalisé sur un maillage ne subissant aucune modification géométrique.

Concernant l'évolution de température, on constate que les résultats fluctuent peu avec  $\delta t$ . À partir de  $\delta t = 10s$ , l'évolution de température est inchangée. Cette étude montre qu'un modèle non couplé conduit à une température plus importante que pour un problème fortement couplé avec une valeur de  $\delta t = 2s$ . L'écart constaté entre ces deux simulations n'est que de 4% par rapport à la simulation  $\delta t = 2s$ , montrant un couplage relativement faible entre les deux problèmes.



# Bibliographie

1. ABAQUS, . Theory and user manuals version 6.9. SIMULIA, Dassault Systems, France .
2. Abouaf, M., Chenot, J., 1986. A numerical model for hot deformation of metal powders. *Journal of theoretical and applied mechanics* 5, 121–140.
3. AlfaAesar, . France, 2 allée d'Oslo 67300 Schiltigheim, France .
4. Anselmi-Tamburini, U., Gennari, S., Garay, J., Munir, Z., 2005. Fundamental investigations on the spark plasma sintering/synthesis process ii. modeling of current and temperature distributions. *Materials Science and Engineering A* 394, 139–148.
5. Argento, C., Bouvard, D., Stutz, P., Charlier, R., Habraken, A.M., 1994. Numerical simulation of hot isostatic pressing of metal powder : influence of constitutive equations, in : *Powder Metallurgy World Congress, Paris*, pages 725–728.
6. Arzt, E., 1982. The influence of an increasing particle coordination on the densification of spherical powders. *Acta Metallurgica* 30, 1883–1890.
7. Arzt, E., Ashby, M.F., Easterling, K.E., 1983. Practical applications of hot-isostatic pressing diagrams : four case studies. *Metallurgical Transactions A* 14, 211–221.
8. Ashby, M., 1974. A first report on sintering diagrams. *Acta Metallurgica* 22, 275 – 289.
9. Baccino, R., Moret, F., 2000. Numerical modeling of powder metallurgy processes. *Materials & Design* 21, 359 – 364.
10. Becker, R., 2002. Ring fragmentation predictions using the Gurson model with material stability conditions as failure criteria. *Int. J. Solids Structures* 39, 3555–3580.
11. Bernard, E., Gaffet, E., Munir, Z., 2006. Production of dense nanostructured materials using fapas and sps techniques, in : *Pulse Electric Current Synthesis and Processing of Materials conference, Hawaii*, pages 235–249.

12. Besson, J., Abouaf, M., 1991. Grain growth enhancement in alumina during hot isostatic pressing. *Acta Metallurgica et Materialia* 39, 2225–2234.
13. Bloxam, A.G., 1906. Improved manufacture of electric incandescence lamp filaments from tungsten or molybdenum or an alloy thereof. GB Patent No. 27,002.
14. Bouaziz, O., Dellis, C., Stutz, P., 1997. Creation of a material data file for modelling hiping of an austenitic stainless steel, in : *Proceeding of the International Workshop on Modelling of Metal Powder Forming Processes*, INPG Grenoble, pages 67–75.
15. Bouvard, D., 2002. *Métallurgie des poudres*. Hermès Lavoisier 13.
16. Bouvard, D., Lafer, M., 1989. Determination of the densification kinetics of the metal powders by interrupted hot isostatic pressing tests. *Powder Metallurgy International* 22, 11–15.
17. Budiansky, B., Hutchinson, J.W., Slutsky, S., 1982. Void growth and collapse in viscous solids, in : Hopkins, H.G., Sewell, M.J. (éditeurs), *Mechanics of Solids*, The Rodney Hill 60th Anniversary Volume. Pergamon Press, Oxford, 13, pages 129–141.
18. CARBONE, . LORRAINE 41 rue Jean Jaurès f-92231 Gennevilliers, France .
19. Chernikova, E.S., Raichenko, A.I., Olevsky, E.A., 1992. An analysis of electric heating of a cemented carbide taking into consideration the temperature relationship of its characteristics. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics* 31, 936 – 940.
20. Cho, J., Kim, K., 2001. Densification of mixed metal powder at high temperature. *International Journal of Mechanical Sciences* 43, 921 – 933.
21. Cocks, A.C.F, 1989. Inelastic deformation of porous materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 37, 693 – 715.
22. Cocks, A.C.F, 1993. The structure of constitutive laws for the sintering of fine grained materials. *Acta Metallurgica et Materialia* 42, 2191–2210.
23. Couque, H., Wolff, C., Minier, L., Legallet, S., Bernard, F, Nicolas, G., 2008. Temperature distribution during the transitory and stationary phases for the electrical field material processing sps of conducting and non-conducting materials, in : *Proceedings of Advanced Processing for Novel Functional Materials*, MPI Dresden, pages 407–416.
24. Czarnota, C., Jacques, N., Mercier, S., Molinari, A., 2008. Modelling of dynamic fracture and application to the simulation of plate impact tests on tantalum. *J. Mech. Phys. Solids* 56, 1624–1650.
25. D'Adrian, A.L.D., 1922. Article of fused metallic oxide and process of producing the same. US Patent No. 1,430,724.

26. Dobedoe, R.S., West, G.D., Lewis, M.H., 2005. Spark plasma sintering of ceramics : understanding temperature distribution enables more realistic comparison with conventional processing. *Advances in applied ceramics* 104, 110 – 116.
27. Du, Z.Z., Cocks, A.C.F., 1992. Constitutive models for the sintering of ceramic components-i. material models. *Acta Metallurgica et Materialia* 40, 1969–1979.
28. Duva, J., Crow, P., 1992. The densification of powders by power-law creep during hot isostatic pressing. *Acta Metallurgica et Materialia* 40, 31 – 35.
29. Duva, J.M., Hutchinson, J.W., 1984. Constitutive potentials for dilutely voided nonlinear materials. *Mechanics of Materials* 3, 41 – 54.
30. Farraro, R., McLellan, R.B., 1977. Temperature dependence of young's modulus and shear modulus of pure nickel, platinum, and molybdenum. *Metallurgical Transaction A* 8A.
31. FCT, . Systeme GmbH Gewerbestraße 16, 96528 Rauenstein, Germany .
32. Fleck, N.A., Kuhn, L.T., McMeeking, R.M., 1992. Yielding of metal powder bonded by isolated contacts. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 40, 1139 – 1162.
33. Frenkel, J., 1945. Viscous flow of crystalline bodies under the action of surface tension. *Journal of Physics USSR* 9, 385–391.
34. Garajeu, M., Michel, J.C., Suquet, P., 2000. A micromechanical approach of damage in viscoplastic material by evolution in size, shape and distribution of voids. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 183, 223–246.
35. Geindreau, C., Bouvard, D., Doremus, P., 1999a. Constitutive behaviour of metal powder during hot forming. part i : Experimental investigation with lead powder as a simulation material. *European Journal of Mechanics - A/Solids* 18, 581 – 596.
36. Geindreau, C., Bouvard, D., Doremus, P., 1999b. Constitutive behaviour of metal powder during hot forming. part ii : Unified viscoplastic modelling. *European Journal of Mechanics - A/Solids* 18, 597 – 615.
37. German, R.M., 1996. *Sintering theory and practice*. John Wiley and Sons .
38. German, R.M., 1999. *Powder metallurgy science*. Second edition .
39. Gillia, O., Bouvard, D., 2000. Phenomenological analysis of densification kinetics during sintering : application to WC-Co mixture. *Materials Science and Engineering A* 279, 185 – 191.

40. Gologanu, M., Leblond, J.B., Devaux, J., 1993. Approximate models for ductile metals containing non-spherical voids - case of axisymmetric prolate ellipsoidal cavities. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 41, 1723–1754.
41. Grasso, S., Sakka, Y., Maizza, G., 2009. Electric current activated/assisted sintering (ecas) : a review of patents 1906-2008. *Science and Technology of Advanced Materials* 10, 24 pp.
42. Green, R., 1972. A plasticity theory for porous solids. *International Journal of Mechanical Sciences* 14, 215 – 224.
43. Gurson, A.L., 1977. Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth : Part 1 - yield criteria and flow rules for porous ductile media. *Journal of Engineering Materials and Technology* 99, 2–15.
44. Hall, E., 1951. The deformation and ageing of mild steel : Iii discussion of results. *Proc. Physical Soc., London B* 64, 747–753.
45. Helle, A., Easterling, K., Ashby, M., 1985. Hot-isostatic pressing diagrams : New developments. *Acta Metallurgica* 33, 2163 – 2174.
46. Hill, R., 1967. The essential structure of constitutive laws for metal composites and polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 15, 79–95.
47. Inoue, K., 1966. Electric-discharge sintering. US Patent No. 3,241,956.
48. Johnson, J.N., 1981. Dynamic fracture and spallation in ductile solids. *J. Appl. Phys.* 52, 2812–2825.
49. Keum, Y.T., Jeon, J.H., Auch, K.H., 2002. Computer simulation of ceramic sintering processes. *Journal of Ceramic Processing Research* 3, 195 – 200.
50. Kim, K.T., Jeon, Y.C., 1998. Densification behavior and grain growth of tool steel powder under high temperature. *Acta Materialia* 46, 5745 – 5754.
51. Kingery, W.D., Berg, M., 1955. Study of the initial stages of sintering solids by viscous flow, evaporation-condensation, and self-diffusion. *Journal of applied physics* 26, 1205–1212.
52. Kollie, T.G., 1977. Measurement of the thermal-expansion coefficient of nickel from 300 to 1000 K and determination of the power-law constants near the Curie temperature. *Physical Review B* 16.
53. Kraft, T., Riedel, H., 2004. Numerical simulation of solid state sintering ; model and application. *Journal of the European Ceramic Society* 24, 345 – 361.

54. Kuhn, H.A., Downey, C.L., 1971. Deformation characteristics and plasticity theory of sintered powder materials. *Int. J. Powd. Metall.* 7, 15–25.
55. Kuhn, L.T., McMeeking, R.M., 1992. Power-law creep of powder bonded by isolated contacts. *International Journal of Mechanical Sciences* 34, 563 – 573.
56. Lahamani, M., Bréchnignac, C., Houdy, P., 2006. *Les nanosciences, 2. nanomatériaux et nanochimie*. Editions Belin .
57. Levin, V., 1967. On the coefficient of thermal expansion of heterogeneous materials. *Mechanics of Solids* 2, 58–61.
58. Mackenzie, J., 1958. The elastic constants of a solid containing spherical holes. *Proc. Physical Soc., London* 63B, 2–11.
59. Mackenzie, J., Shuttleworth, R., 1949. A phenomenological theory of sintering. *Proc. Phys. Soc.B* 62, 833–852.
60. Maizza, G., Grasso, S., Sakka, Y., 2009. Moving finite-element mesh model for aiding spark plasma sintering in current control mode of pure ultrafine WC powder. *Journal of Materials Science* 44, 1219 – 1236.
61. Matsugi, K., Kuramoto, H., Hatayama, T., Yanagisawa, O., 2003a. Temperature distribution at steady state under constant current discharge in spark sintering process of Ti and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powders. *Journal of Materials Processing Technology* 134, 225 – 232.
62. Matsugi, K., Kuramoto, H., Yanagisawa, O., Kiritani, M., 2003b. A case study for production of perfectly sintered complex compacts in rapid consolidation by spark sintering. *Materials Science and Engineering A* 354, 234 – 242.
63. Maxwell, J.C., 1873. *A treatise on electricity and magnetism*. Oxford : Clarendon Press .
64. McWilliam, B., Zavaliangos, A., Cho, K.C., Dowding, R.J., 2006. Modeling of electric current assisted sintering for the production of bulk nanocrystalline tungsten, in : *Proceedings of the sixth international conference on Tungsten, refractory and hardmetals*, Orlando, pages 442 – 450.
65. McWilliam, B.A., 2008. *Numerical Simulation of Electric Field Assisted Sintering*. Thèse de doctorat. Drexel University, United States.
66. Michel, J.C., Suquet, P., 1992. The constitutive law of nonlinear viscous and porous materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 40, 783–812.
67. Minier, L., 2008. *Influence du frittage « Flash » sur l'obtention de nanostructures dans des systèmes métalliques et céramique*. Thèse de doctorat. Université de Bourgogne, France.

68. Minier, L., Gallet, S.L., Grin, Y., Bernard, F., 2010. Influence of the current flow on the sps sintering of a Ni powder. *Journal of Alloys and Compounds* 508, 412 – 418.
69. Monchiet, V., Charkaluk, E., Kondo, D., 2007. An improvement of Gurson-type models of porous materials by using Eshelby-like trial velocity fields. *Comptes Rendus de Mécanique* 335, 32–41.
70. Mondalek, P., Silva, L., Bellet, M., 2010. Modélisation numérique électrique-thermique-mécanique du procédé de frittage flash, in : *Matériaux 2010*, Nantes, France, pages 1 – 10.
71. Mondalek, P., Silva, L., Bellet, M., 2011. Modélisation numérique des phénomènes de chauffage et de densification durant le procédé de frittage flash, in : *10e Colloque National en Calcul des Structures*, Presqu'île de Giens, France, pages 1–8.
72. Munir, Z.A., Anselmi-Tamburini, U., Ohyanagi, M., 2006. The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials : A review of the spark plasma sintering method. *Journal of Materials Sciences* 41, 763 – 777.
73. Nicolle, C., 1999. Mise en forme de poudre de bore par compression isostatique à chaud : Détermination des propriétés rhéologiques et simulation numérique du procédé. Thèse de doctorat. Université de Bourgogne, France.
74. Norman, E.C., Duran, S.A., 1970. Steady-state creep of pure polycrystalline nickel from 0.3 to 0.55  $T_m$ . *Acta Metallurgica* 18.
75. Olevsky, E., Froyen, L., 2006. Constitutive modeling of spark-plasma sintering of conductive materials. *Scripta Materialia* 55, 1175 – 1178.
76. Olevsky, E., Skorohod, V., 1988. Some questions of sintering kinetics under external forces influence, in : *Technological and Design Plasticity of Porous Materials*, IPMS NAS, Ukraine.
77. Olevsky, E.A., Froyen, L., 2009. Impact of thermal diffusion on densification during sps. *Journal of the American Ceramic Society* 92, S122 – S132.
78. Olevsky, E.A., Kandukuri, S., Froyen, L., 2007. Consolidation enhancement in spark-plasma sintering : Impact of high heating rates. *Journal of Applied Physics* 102, 12 pp.
79. Orru, R., Licheri, R., Locci, A.M., Cincotti, A., Cao, G., 2009. Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering. *Materials Science and Engineering : R : Reports* 63, 127 – 287.

80. Ozaki, K., Kobayashi, K., Nishio, T., Matsumoto, A., Sugiyama, A., 2000. Sintering phenomena on initial stage in pulsed current sintering. *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy* 47, 293 – 297.
81. Perry, R.H., Green, D.W., Maloney, J.O., 1984. *Perry's chemical engineer's handbook sixth edition* .
82. Petch, N., 1953. The cleavage strength of polycrystals. *J. Iron Steel Inst* 174, 25.
83. Ponte-Castaneda, P., 1991. The effective mechanical properties of nonlinear isotropic composites. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 39, 45 – 71.
84. Powell, R.W., Tye, R.P., Hickman, M.J., 1965. The thermal conductivity of nickel. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 8.
85. Raichenko, A.I., Chernikova, E.S., 1989. A mathematical model of electric heating of the porous medium using current-supplying electrode/punches. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics* 28, 365 – 371.
86. Rice, J.R., Tracey, D.M., 1969. On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 17, 201–217.
87. Riedel, H., Meyer, D., Svoboda, J., Zipse, H., 1994. Numerical simulation of die pressing and sintering - development of constitutive equations. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 12, 55–60.
88. Scherer, G.W., 1977. Sintering of low-density glasses :I,II,III. *J. Amer. Ceram. Soc* 60, 236,239,243.
89. Shen, Z., Peng, H., Liu, J., Nygren, M., 2004. Conversation from nano- to micron-sized structures : experimental observations. *Journal of the European Ceramic Society* 24, 3447 – 3452.
90. Shima, S., Oyane, M., 1976. Plasticity theory for porous metals. *International Journal of Mechanical Sciences* 18, 285 – 291.
91. Skorohod, V.V., 1972. Rheological basis of the theory of sintering. *Naukova Dumka, Kiev* .
92. Sofronis, P., McMeeking, R.M., 1992. Creep of power-law material containing spherical voids. *Journal of Applied Mechanics* 59, 88–95.
93. Song, M.C., Kim, H.G., Kim, K.T., 1996. Creep densification of copper powder compact. *International Journal of Mechanics Sciences* 38, 1197–1208.

94. Swinkels, F, Ashby, M., 1981. A second report on sintering diagrams. *Acta Metallurgica* 29, 259 – 281.
95. Syntex, . Corporation SPS SYNTEX INC, 509 West KSP Kanagawa Science Park 3-2-1 Sakado, Takatsu-ku, Kawasaki, Kanagawa 213-0012 Japan .
96. Taylor, G.F, 1933. Apparatus for making hard metal compositions. US Patent No. 1,896,854.
97. Tiwari, D., Basu, B., Biswas, K., 2009. Simulation of thermal and electric field evolution during spark plasma sintering. *Ceramics International* 35, 699–708.
98. Tokita, M., 1999. Trends in advanced SPS systems and FGM technology, in : Proceedings of NEDO International Symposium on functionally graded materials, Tokyo, Japan, pages 23–33.
99. Tvergaard, V., Needleman, A., 1984. An analysis of the cup-cone fracture in a round tensile bar. *Acta Metallurgica* 32, 157–167.
100. Vanmeensel, K., Laptev, A., der Biest, O.V., Vleugels, J., 2007. Field assisted sintering of electro-conductive ZrO<sub>2</sub>-based composites. *Journal of the European Ceramic Society* 27, 979 – 985.
101. Vanmeensel, K., Laptev, A., Hennicke, J., Vleugels, J., der Biest, O.V., 2005. Modelling of the temperature distribution during field assisted sintering. *Acta Materialia* 53, 4379–4388.
102. Wang, C., Cheng, L., Zhao, Z., 2010. Fem analysis of the temperature and stress distribution in spark plasma sintering : Modelling and experimental validation. *Computational Materials Science* 49, 351 – 362.
103. Wang, X., Casolco, S.R., Xu, G., Garay, J.E., 2007. Finite element modeling of electric current-activated sintering : The effect of coupled electrical potential, temperature and stress. *Acta Materialia* 55, 3611 – 3622.
104. Wang, Y., Fu, Z., Wang, W., Zhang, J., 2006. Numerical simulation of the temperature field in sintering of TiB<sub>2</sub>-BN by SPS. *Journal of Wuhan University of Technology - Mater. Sci. Ed.* 21, 126 – 128.
105. Wang, Y.C., Fu, Z.Y., Wang, W.M., 2003. Numerical simulation of the temperature field in sintering of BN by SPS. *Key Engineering Materials* 249, 471 – 476.
106. Wilkinson, D., Ashby, M., 1975. Pressure sintering by power law creep. *Acta Metallurgica* 23, 1277 – 1285.

107. Yanagisawa, O., Kuramoto, H., Matsugi, K., Komatsu, M., 2002. Observation of particle behavior in copper powder compact during pulsed electric discharge. *Materials Science and Engineering A* 350, 184 – 189.
108. Yoneya, M., Ikeshoji, T., 2001. A numerical calculation method advantageous for complex boundary problems -an application to the pulse discharge sintering process. *Materials Transactions* 42, 2165 – 2171.
109. Yucheng, W., Zhengyi, E., 2002. Study of temperature field in spark plasma sintering. *Materials Science and Engineering B* 90, 34 – 37.
110. Zavaliangos, A., Zhang, J., Krammer, M., Groza, J.R., 2004. Temperature evolution during field activated sintering. *Materials Science and Engineering A* 379, 218 – 228.
111. Zhang, J., 2004. Numerical Simulation of Thermoelectric Phenomena in Field Activated Sintering. Thèse de doctorat. Drexel University, United States.





**Résumé :** Le « Frittage Flash » ou « Spark Plasma Sintering (SPS) » est utilisé pour consolider des poudres en des temps relativement courts (quelques minutes). Ce procédé utilise un haut courant continu pulsé (quelques kA) traversant les parties conductrices du système et générant une montée rapide en température due principalement par effet Joule. L'application d'un chargement mécanique, via des pistons, et d'une montée rapide en température permet d'obtenir une pièce dense sans grossissement excessif des grains.

L'objectif de ce travail a été de proposer une simulation numérique thermo-électro mécanique du procédé « Frittage Flash » sur ABAQUS, afin de suivre *in situ* les évolutions de température, de porosité et de contraintes difficilement accessibles expérimentalement. Dans ce travail, un modèle de comportement des corps poreux est proposé. Cette approche est basée sur les modèles micromécaniques de la littérature et modifiés de manière heuristique pour reproduire la densification réelle du matériau pour des porosités comprises entre 0 et 50%.

Les simulations thermo-électro-mécaniques incluant ce modèle, intègrent la dépendance en porosité et température des paramètres matériaux. Quatre cycles d'élaboration de poudres de nickel ont été réalisés avec différentes histoires de température. Les évolutions de la température et de la porosité calculées ont été confrontées avec des résultats expérimentaux.

Des analyses *post mortem* sur la taille des grains et de la limite élastique dans les échantillons densifiés confortent la distribution de la température obtenue par le calcul. Ce travail ouvre de nombreuses perspectives, notamment, la possibilité d'optimiser le procédé.

**Abstract :** Nowadays, Spark Plasma Sintering (SPS) is used to consolidate powders in a relative short time (few minutes). This process uses a pulsed high DC electrical current (few kA) which flows through the conductive part of the device and generates large heating rate mainly due to Joule effect. The application of an uniaxial pressure via punches combined with a rapid heating allow the production of near net shape specimen.

The thermal electrical mechanical numerical simulation of the SPS process is a powerful tool to capture *in situ* evolutions of temperature, porosity and stresses which are difficult to obtain in experiments. In this work, a new constitutive model is presented for the description of the behavior of porous medium. This model is based on original viscoplastic micromechanical models of the literature and modified in a heuristic manner to better reproduce the real densification of the sintered material for porosity in the range [0;0,5].

The model has been implemented in ABAQUS software. A thermal electrical mechanical simulation of SPS is performed where the dependence of material parameters on temperature and porosity is taken into account. Four processing cycles of nickel powder have been conducted with different temperature histories. Calculated porosity and temperature evolutions are compared to experimental results.

*Post mortem* analyses of the material (grain size, yield stress) confirm the temperature distribution obtained by numerical simulation in the sample made of nickel. This simulation is seen to be able to capture experimental trends.

The work will permit in a near future the optimization of the sintering conditions to reach prescribed properties.