



**HAL**  
open science

# Densification de matériaux pulvérulents par un procédé innovant de frittage flash DCRS : Dynamic Compaction Resistance Sintering

Philippe Acquier

► **To cite this version:**

Philippe Acquier. Densification de matériaux pulvérulents par un procédé innovant de frittage flash DCRS : Dynamic Compaction Resistance Sintering. Autre. Université de Lorraine, 2014. Français. NNT : 2014LORR0012 . tel-01750671

**HAL Id: tel-01750671**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01750671>**

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>

# THÈSE

Pour l'obtention du titre de :

DOCTEUR de L'UNIVERSITÉ DE LORRAINE

Spécialité : Science des matériaux

Présentée par :

**PHILIPPE ACQUIER**

---

Densification de matériaux pulvérulents par le procédé  
innovant de frittage FAST DCRS  
Dynamic Compaction Resistance Sintering

---

Thèse soutenue publiquement le 31/01/2014 à Metz devant le jury composé de :

Jean Marc Chaix	Directeur de recherches, Université de Grenoble	Président
Guy Dirras	Professeur, Université Paris 13	Rapporteur
Dirk Mohr	Chargé de recherche, École Polytechnique	Rapporteur
Yannick Champion	Directeur de recherches, Université Paris-Est	Examinateur
Sébastien Lemonnier	Attaché de recherche, ISL	Examinateur
Elodie Barraud	Attaché de recherche, ISL	Examinateur
Alexis Rusinek	Professeur, École Nationale d'Ingénieur de Metz	Directeur de thèse
Thierry Grosdidier	Professeur, Université de Lorraine	Directeur de thèse
Nathalie Allain	Maitre de conférence, Université de Lorraine	Invité
François Barthélémy	Ingénieur DGA Techniques terrestres	Invité

*LaBPS - Laboratoire de Biomécanique, Polymères et Structures*

*LEM3 - Laboratoire d'Étude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux*

*ISL - Institut franco-allemand de Recherches de Saint Louis*

*Université de Lorraine - Pôle M4 : Matière, matériaux, métallurgie, mécanique*



*« Ce n'est pas parce que les choses sont difficiles  
que nous n'osons pas, c'est parce que  
nous n'osons pas qu'elles sont difficiles. »*

Sénèque

Ces travaux de thèse ont été réalisés sur trois sites différents, l'Institut Saint Louis (ISL), le Laboratoire d'Étude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3) et le Laboratoire de Biomécanique, Polymère et Structure (LaBPS).

Je tiens en premier lieu à remercier mes deux directeurs de thèse, Alexis Rusinek et Thierry Grosdidier pour avoir dirigé cette thèse de manière bicéphale malgré des domaines de compétences totalement différents et avoir cru en moi jusqu'au bout.

Du côté de l'ISL, je tiens tout d'abord à remercier Élodie Barraud pour m'avoir accueilli dans son groupe, et à Sébastien Lemonnier pour m'avoir encadré. Merci aussi à l'ensemble de l'équipe pour le soutien et l'accueil que vous m'avez réservé : Florence Moitrier, Emmanuel Sorrel, François Quesnay, Thierry Bourré, Christina Ternier. Merci à tous les thésards pour votre soutien et les bons moments passés ensemble : Caroline Marlot, la première de nous tous à s'en être sortie et qui nous à montré l'exemple; Maxime Schwertz, le polymériste avec son accent alsacien dit "Afferfrotz"; Olivier Gerber l'éternel tête en l'air, compère de train et champion de worms, Aurélien Katz le second alsacien et pas le moindre, champion de foot à Oberlauterbach; Léon Colard dit "l'expert", courage pour la fin; Caroline Chevalier et pickouick, ainsi que tous les autres. Je tiens à faire un remerciement spécial à mon homonyme Philippe Flory (Philippe 2) pour m'avoir chapeauté, pour tout ce qu'il m'a appris et pour tous les bons moments passés ensemble.

Pour ce qui est du LEM3, je tiens à remercier Nathalie Allain, ma co-encadrante, pour les conseils prodigués et le temps passé avec moi. Attention au ski ! Merci à Alain Hazotte pour tout ses conseils sur l'analyse d'image et les statistiques. Merci aussi aux autres professeurs et maitres de conférence avec qui j'ai toujours eu plaisir à échanger : je pense à Éric Fleury, Benoit Beausir, Bernard Bolle, Emmanuel Bouzy, Nathalie Gey, Sébastien Mercier, Albert Tidu, Olivier Perroud. Mais le LEM3 restera pour moi l'endroit où tous les "bons plans" se déroulaient, ceci grâce à une équipe de thésards motivés. Je pense à Maxime El Kandaoui, Alban De Saever, Cécile Bernardi, Julien Guyon, Élodie Boucard, Amandine Roth, Youssef Samih, Arnaud Pougis et tous les autres.

Enfin, je retiendrais au LaBPS les bons moments passés avec Benedikt Kpenyigba avec qui j'ai partagé un directeur de thèse. Merci aussi à Zitouni Azari pour ses discussions instructives et son positivisme.

Dans les remerciements qui n'ont rien à voir avec la thèse, je tiens à remercier le barbu du PMU pour m'avoir motivé à rester jusqu'au bout (Max c'est pour toi !!). Je tiens également à remercier mon ostéopathe Franck Garnier pour m'avoir remis d'aplomb lorsque c'était nécessaire.

Enfin, cette thèse n'aurait pas abouti sans le soutien de ma fiancée, Marie Plichon, ainsi que celui de ma famille. Merci à vous !

Et vous cher lecteur, je vous souhaite une bonne lecture !

# Table des matières

Introduction générale.....	1
Chapitre 1 Étude bibliographique .....	4
1.1 Introduction .....	5
1.2 Le procédé de frittage FAST .....	5
1.2.1 Principe.....	5
1.2.2 Effets thermo-électriques.....	6
1.2.3 La pression : un paramètre clé pour le contrôle de la microstructure.....	10
1.2.4 Bilan .....	17
1.3 Compaction dynamique de poudres .....	18
1.3.1 Définition de la compaction dynamique.....	18
1.3.2 Mise en œuvre .....	19
1.3.3 Dispositif SHPB (Split Hopkinson Pressure Bar) .....	21
1.3.4 Bilan .....	29
1.4 Conclusion.....	29
Chapitre 2 Présentation du procédé DCRS Dynamic Compaction Resistance Sintering.....	30
2.1 Introduction .....	31
2.2 Description du procédé DCRS .....	31
2.2.1 Génération et contrôle de la température.....	32
2.2.2 Enceinte atmosphérique.....	34
2.2.3 Génération de la pression quasi-statique et de l'impact.....	34
2.2.4 Outils de frittage.....	36
2.2.5 Matériau des barres d'Hopkinson .....	36
2.2.6 Mesure du retrait lors du frittage .....	39
2.3 Bilan .....	40
Chapitre 3 Estimation de l'énergie stockée lors d'un impact.....	42
3.1 Introduction .....	43
3.2 Stockage de l'énergie lors de la déformation plastique.....	43

3.3	Analyse de la propagation des ondes dans le DCRS .....	45
3.3.1	Configuration classique avec encastrement de la barre de sortie .....	46
3.3.2	Déformation d'un piston graphite .....	49
3.3.3	Réponse d'un échantillon massif en aluminium entre 2 pistons graphite .....	57
3.3.4	Résultats expérimentaux et discussion .....	65
3.3.5	Limites.....	71
3.4	Conclusion.....	71
Chapitre 4	Consolidation d'un cuivre ODS par le procédé DCRS .....	73
4.1	Introduction .....	74
4.2	Énergie stockée dans le matériau et contributions structurales .....	74
4.2.1	Mécanismes de stockage de l'énergie .....	74
4.2.2	Durcissements structuraux.....	75
4.3	Matériaux et méthodes .....	78
4.3.1	Matériaux.....	78
4.3.2	Caractérisations de la poudre.....	78
4.3.3	Conditions expérimentales .....	81
4.4	Résultats .....	84
4.4.1	Effet de la sollicitation dynamique sur la densification.....	84
4.4.2	Sollicitation dynamique et conductivité électrique.....	87
4.4.3	Effet de la sollicitation dynamique sur la microstructure.....	88
4.4.4	Influence de la sollicitation dynamique sur les propriétés mécaniques.....	89
4.5	Interprétation .....	92
4.5.1	Conductivité électrique.....	92
4.5.2	Limite d'élasticité .....	93
4.6	Conclusion.....	106
Chapitre 5	Influence de la compaction dynamique sur la microstructure et les propriétés mécaniques	108
5.1	Introduction .....	109

5.2	Matériaux et méthodes .....	109
5.2.1	Caractérisations de la poudre.....	109
5.3	Effet de l'impact sur les propriétés physiques .....	111
5.3.1	Conditions expérimentales .....	111
5.3.2	Résultats .....	116
5.3.3	Interprétation .....	129
5.4	Impact post consolidation : modification des microstructures et énergie résiduelle stockée 135	
5.4.1	Conditions expérimentales .....	135
5.4.2	Résultats .....	136
5.4.3	Interprétation .....	140
5.5	Conclusion.....	141
	Conclusion Générale .....	142
	References bibliographiques .....	145
	Annexes.....	153
	Fractographie.....	154
	Compression quasistatique .....	154
	Conductivité électrique.....	155
	EBSD : Electron Back Scattered Diffraction. ....	156
	Analyse de Saltykov pour la détermination de la distribution des taille des grains .....	158

## **INTRODUCTION GENERALE**

Les travaux présentés dans cette thèse de doctorat ont été menés à l'Institut franco-allemand de Saint Louis (ISL) au sein du groupe "Élaboration et caractérisation des Nanomatériaux" (ECN), en collaboration avec le Laboratoire de Biomécanique, Polymère et Structure (LaBPS) et le Laboratoire d'étude des Microstructure et de Mécanique des Matériaux (LEM3) de l'Université de Lorraine.

Le contexte de ces travaux de thèse s'inscrit dans le besoin permanent de développer des procédés innovants afin de produire des matériaux nouveaux ou aux propriétés améliorées. Une des solutions envisagées est l'élaboration de matériaux denses nanostructurés.

Le choix de l'élaboration de matériaux nanostructurés s'explique par une modification de leurs propriétés fondamentales (physiques, chimiques, mécaniques, optiques, etc.). À de telles dimensions, la matière acquiert des propriétés inattendues et souvent différentes de celles des mêmes matériaux à l'échelle micro- ou macroscopique. En d'autres termes, le passage à l'échelle "nano" confère des propriétés nouvelles à de nombreux matériaux. Toutes les familles de matériaux sont concernées : métaux, céramiques, etc. Cependant, malgré une multiplication du nombre de travaux dans ce domaine et une application des matériaux nanostructurés prometteuse, les résultats expérimentaux publiés à ce jour ne suffisent pas à décrire correctement tous les phénomènes impliqués dans les comportements mécaniques lorsque la taille des grains est nanométrique. Cette difficulté est liée au nombre limité de techniques permettant de produire à grande échelle des matériaux nanostructurés denses parfaitement maîtrisés.

Par conséquent, l'obtention de matériaux densifiés avec une distribution de tailles de cristallites centrée sur une valeur moyenne comprise entre quelques nanomètres jusqu'à quelques centaines de nanomètres, est l'objectif à atteindre indépendamment du procédé d'élaboration utilisé. Il est important de signaler que la consolidation et la mise en forme d'objets macroscopiques à nanostructure contrôlée supposent également la synthèse préalable par voies chimique, physique ou mécanique de nanoparticules de taille et de morphologie contrôlées.

L'ouverture de nouvelles perspectives industrielles nécessite donc de mettre en œuvre des technologies innovantes. Les procédés de mise en forme les plus prometteurs permettant l'obtention de matériaux nanostructurés denses sont des procédés de frittage. Plus précisément, les procédés de frittage de type FAST comme le Spark Plasma Sintering (SPS) reposent sur l'application simultanée (i) d'une forte densité de courant permettant de pouvoir chauffer rapidement le matériau par effet Joule et ainsi limiter la croissance cristalline des poudres de départ et (ii) d'une pression uniaxiale pour consolider le matériau.

Cette dernière technologie présente des avantages significatifs en comparaison aux méthodes conventionnelles telles que le pressage à chaud (HP) ou le pressage isostatique à chaud (HIP). En

## Introduction générale

effet, grâce à la maîtrise des paramètres expérimentaux, la possibilité de produire une large gamme de matériaux nanostructurés ayant une densité relative élevée, mais également des matériaux difficiles et coûteux à obtenir par des méthodes conventionnelles (intermétalliques, Matériaux à Gradient de Fonction (MGF), Composites à Matrices Métalliques (CMM), métamatériaux, etc) a été démontrée.

En parallèle, les techniques de compaction dynamique apparaissent avantageuses pour mettre en forme des matériaux pulvérulents tout en stockant de l'énergie dans la microstructure. Cette énergie pourra ensuite être libérée, lors d'un traitement thermique ultérieurs, et être à l'origine de phénomènes de transformation des matériaux déformés comme la recristallisation.

L'objectif de ce travail de thèse a été de concevoir et développer un dispositif de mise en forme de matériaux pulvérulents par frittage de type FAST, couplé à la possibilité de réaliser une compaction dynamique, en vue d'obtenir des matériaux aux microstructures originales. Ce manuscrit de thèse s'articule autour de cinq chapitres :

Le premier chapitre est consacré à l'introduction des technologies sur lesquelles se base ce nouveau dispositif. Dans un premier temps, la technique de frittage FAST, permettant de consolider un matériau pulvérulent en massif par l'application simultanée de courant électrique et de pression, est présentée. Cette voie d'élaboration est abordée du point de vue des paramètres influant la mise en forme des matériaux, c'est-à-dire les paramètres thermiques (température de frittage, répartition de température) et mécaniques (méthodes d'application de la pression) et leurs conséquences sur différentes propriétés physiques des frittés. Les techniques permettant de compacter dynamiquement des matériaux pulvérulents sont ensuite présentées. Après avoir détaillé leurs avantages par rapport aux techniques de compaction de poudre conventionnelles, à température ambiante comme en température, une attention plus particulière est portée au dispositif des barres d'Hopkinson utilisé dans ces travaux pour compacter dynamiquement les échantillons pulvérulents. La propagation des ondes élastique est étudiée dans le cas unidimensionnel de déformation d'un matériau solide soumis à un impact dynamique.

Le second chapitre donne une description détaillée du dispositif développé à l'ISL et appelé Dynamic Compaction Resistance Sintering (DCRS). Les différents éléments constitutifs sont décrits et une synthèse des possibilités offertes par ce dispositif unique en termes de cycles thermo-mécaniques y est exposée.

Les chapitres 3, 4 et 5 ont pour objectif l'analyse et la compréhension du fonctionnement du dispositif. Alors que le chapitre trois s'intéresse à la manière dont se propagent les ondes élastiques générées par ce nouveau dispositif, les chapitres quatre et cinq détaillent les effets de la compaction dynamique sur les propriétés physiques, notamment la densité et limite d'élasticité de deux matériaux différents, un cuivre ODS (Oxide Dispersion Strengthening) et un nickel, mis en forme avec le dispositif DCRS.

## Introduction générale

Le troisième chapitre traite de la propagation des ondes au sein du dispositif DCRS lors de la compaction dynamique. L'objectif est la mise en place d'une méthode de correction de propagation des ondes dans le dispositif DCRS qui pourrait permettre d'estimer l'énergie stockée dans le matériau due à la déformation mécanique à partir de l'obtention des courbes contrainte-déformation. L'insertion des outils de frittage en graphite entre les barres et l'échantillon provoque en effet une discontinuité mécanique avec les barres métalliques de compaction, perturbant la propagation des ondes élastiques. L'effet du graphite est étudié via une approche numérique et confirmé par les résultats expérimentaux. Une méthode corrective est mise en place afin de prendre en compte l'effet du graphite sur la propagation des ondes élastiques.

Le quatrième chapitre s'intéresse aux mécanismes de durcissement d'un cuivre Oxide Dispersion Strengthened (ODS) mis en forme avec le dispositif DCRS. L'objectif de ce chapitre est de déterminer l'énergie stockée dans le matériau lors de la compaction dynamique pour une température de frittage donnée. Après l'étude bibliographique des mécanismes de durcissement pour des métaux renforcés par une phase secondaire, la caractérisation du cuivre ODS est réalisée et les paramètres de mise en forme du cuivre ODS définis. Les résultats obtenus après la mise en forme par le dispositif DCRS sont ensuite présentés. L'analyse des mécanismes de durcissement et de l'énergie stockée selon les paramètres thermo-mécaniques employés est effectuée. Les résultats obtenus permettent d'identifier les perspectives pour l'optimisation de la mise en forme de tels matériaux.

Le cinquième et dernier chapitre est tourné vers l'étude des relations entre microstructures et propriétés physiques à partir de nickel pur utilisé comme matériau modèle via des variations de vitesses d'impact et de température auxquelles est effectuée la compaction dynamique lors d'un cycle thermique défini. Les phénomènes physiques de réorganisation microstructurale intervenant lors de la compaction dynamique comme la recristallisation dynamique et le stockage de l'énergie sont ainsi abordés.

**CHAPITRE 1 ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

## **1.1 Introduction**

Dans ce chapitre, une étude bibliographique des deux procédés à la base du développement du procédé DCRS (Dynamic Compaction Resistance Sintering) est présentée. Il s'agit tout d'abord de décrire le procédé de frittage de type FAST (Field Assisted Sintering Technique) permettant de consolider un échantillon pulvérulent par un apport de chaleur par effet Joule et sous chargement uniaxial quasi-statique. Ensuite, les procédés permettant de compacter dynamiquement de poudres sont décrits, avec une attention particulière portée au dispositif des barres d'Hopkinson. Enfin, nous verrons comment ces deux familles de procédés peuvent être associées pour mener à la création du procédé DCRS.

## **1.2 Le procédé de frittage FAST**

Le procédé de frittage de type FAST est un procédé de frittage résistif sous charge [1]. Le premier brevet associé à cette technologie, déposé par Bloxam en 1906 [2], consiste à chauffer un cru de tungstène ou molybdène, sous vide, par l'intermédiaire d'un courant électrique, sans application d'une pression. Il est apparu que le chauffage par application d'un courant, contrairement à un chauffage classique sous four, permet de réduire les oxydes de surface. En 1913, Weintraub [3] améliore cette technique en combinant un chargement mécanique uniaxial quasi-statique au chauffage résistif, ce qui permet d'améliorer la frittabilité de métaux réfractaires ou bien encore de poudres conductrices carbures et nitrures. Enfin, en 1966, Inoue [4] utilise du courant continu pulsé afin d'optimiser la décharge de courant entre les particules, la densification de ces dernières étant améliorée par la combinaison du chauffage résistif et de la déformation plastique de la poudre due à l'application de la pression. La technologie de frittage de type FAST employée aujourd'hui est encore en grande partie celle décrite par ce brevet.

Les modifications successives de la technologie de frittage de type FAST depuis le brevet d'Inoue ont conduit à de multiples dénominations dont les plus courantes sont : RS (Resistive Sintering), ECAS (Electric Current Activated Sintering), SPS (Spark Plasma Sintering), etc. La dénomination frittage FAST a été retenue pour la suite de ce manuscrit, car elle indique la nature rapide du frittage et n'induit pas d'ambiguïté sur les mécanismes supposés (création d'un plasma notamment comme dans la dénomination Spark Plasma Sintering) encore discutés aujourd'hui.

### **1.2.1 Principe**

Le principe général du procédé de frittage FAST consiste à appliquer simultanément un chargement mécanique uniaxial et un courant continu pulsé de forte intensité sous faible tension afin de consolider des poudres [5-7]. Un schéma général du principe du dispositif de frittage FAST est donné Figure I - 1.

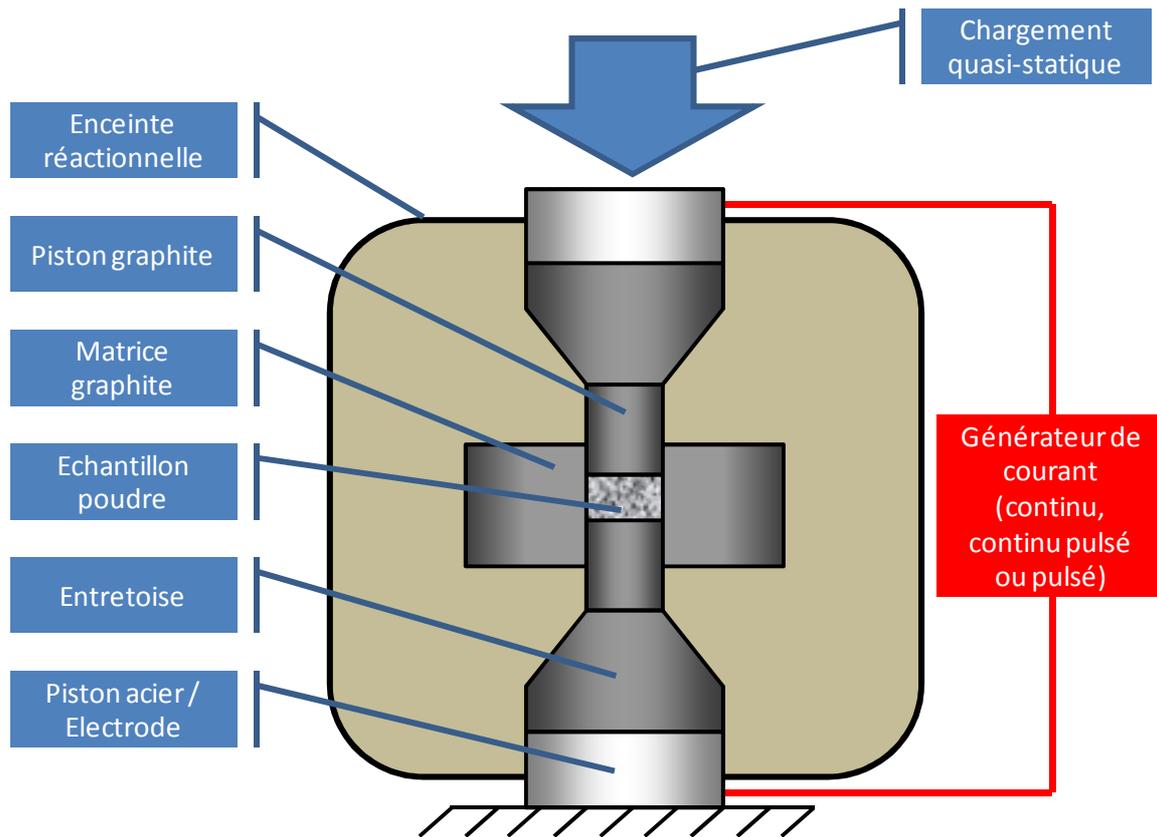


Figure I - 1 : Schéma général du principe de fonctionnement d'un dispositif de frittage FAST

Le frittage est effectué dans une enceinte de traitement sous atmosphère contrôlée. La poudre est insérée dans une matrice entre deux pistons. Le plus souvent, ces outils de frittage sont en graphite, matériau retenu pour sa tenue mécanique en température (jusqu'à 2000°C), sa résistivité électrique permettant le chauffage par effet Joule et son faible coefficient de dilatation thermique. Cet ensemble est maintenu entre les pistons en acier du système de chargement mécanique de la machine de frittage, permettant ainsi de maintenir une pression minimale nécessaire au bon contact électrique de l'ensemble du système. Ces pistons en acier servent également d'électrode pour permettre le passage du courant.

La technique de frittage FAST présente plusieurs avantages par rapport aux techniques de frittage conventionnelles : vitesses de chauffe plus élevées, temps de traitement plus courts, élimination ou pas de nécessité d'ajout d'additifs de frittage, pas de besoin de précompaction à froid dans une autre machine [5, 6, 8-11].

## 1.2.2 Effets thermo-électriques

Les meilleurs résultats des procédés de frittage FAST en terme de densification incluent à la fois les contributions thermiques et électriques [12-16].

### **1.2.2.1 Chauffage par effet Joule**

L'ensemble outils de frittage - échantillon est chauffé par effet Joule via le passage d'un courant continu pulsé [5-7]. La chaleur est produite par la dissipation d'énergie au sein des pistons, de la matrice et directement au sein de l'échantillon.

La température est mesurée via un thermocouple inséré dans la matrice ou via un pyromètre optique (axial ou radial). Le contrôle des cycles de température est effectué grâce à un régulateur PID (Proportionnel Intégral Dérivée) qui permet à l'utilisateur de programmer un cycle thermique.

### **1.2.2.2 Passage du courant**

Pendant le frittage, le courant se propage des électrodes vers les pistons, ces derniers étant en contact avec la poudre et la matrice. A partir de ce moment, le chemin du courant diffère selon la nature électrique de la poudre, conductrice ou isolante [17-21] et également selon la nature des pistons. Pour des poudres isolantes électriques, le courant passe par la matrice et celle-ci chauffe par effet Joule. La matrice agit comme un "four" et le chauffage de la poudre est indirect. Au contraire, pour des poudres conductrices électriques, le courant passe par la poudre et celle-ci chauffe de façon directe.

Lorsque le passage du courant entre la matrice et les pistons est rompu via l'application d'une couche isolante de nitrure de bore sur les parois internes de la matrice, il a été montré que le frittage a lieu pour des poudres conductrices tandis que dans le cas de poudres isolantes électriques, le frittage n'a pas lieu [18]. Dans le premier cas, le courant passe et il y a un échauffement au niveau des pistons, c'est-à-dire au niveau de la zone la plus résistive. Dans le second cas, le courant ne passe pas. Il n'y a donc pas de dégagement de chaleur par effet Joule [18] et donc pas de frittage. Ce phénomène est très bien illustré lors d'études par simulations numériques du procédé de frittage FAST [17, 22-24].

### **1.2.2.3 Mesure de la température**

La précision de la mesure de température ainsi que la mesure elle-même lors de la mise en forme d'échantillons par frittage FAST sont des points cruciaux. La précision lors de la mesure de la température dépend de plusieurs facteurs. La température n'est généralement pas mesurée dans l'échantillon mais dans la matrice ou sur les pistons par pyrométrie. La température de la matrice est différente de la température réelle dans l'échantillon, cette différence étant directement associée aux conductivités électriques de l'échantillon et de la matrice [17, 19, 21, 25-27]. Pour une matrice graphite, plus la température de frittage est élevée, plus l'écart entre la température mesurée en surface et la température au sein de l'échantillon est importante [17, 21, 25].

Des températures de frittage plus basses ont été reportées lors des premières études sur le frittage FAST par rapport à des résultats obtenus par la technique Hot Pressing. Cependant, des études complémentaires ont montré que la température réelle au sein de l'échantillon par frittage FAST n'était

## Chapitre 1 : étude bibliographique

pas différente de celle requise pour produire des résultats identiques par Hot-Pressing (HP) [26]. Les températures de mise en forme plus faibles reportées lors de frittage FAST viendraient du fait que la mesure de température n'est jamais faite dans l'échantillon mais sur la matrice d'où l'écart observé.

### 1.2.2.4 Création de plasma

Les premières tentatives d'explications des avantages du frittage FAST étaient attribués à la création d'un arc électrique entre les particules qui facilitait la formation des trous de frittage ou encore la création d'un plasma [9, 28]. Par exemple, l'aluminium est connu pour être un matériau difficile à fritter par des méthodes de frittage conventionnelles à cause de la couche d'alumine en surface. Cependant, il fritte facilement par frittage FAST et les chercheurs ont attribué cette facilité de frittage à la présence d'un plasma qui briserait cet oxyde de surface et faciliterait les mécanismes de diffusion [9, 28]. Cependant au vu des faibles différences de potentiels (< 50V) impliquées lors du frittage FAST, il est peu probable qu'il y ait création d'arc électrique ou plasma [5, 29, 30]. Une étude extensive sur le sujet a permis à Hulbert et al. de conclure qu'il n'y avait aucune preuve de création d'un plasma gazeux lors du frittage FAST [29, 30]. Ils suggèrent que la différence de potentiel est trop faible pour qu'il y ait création d'un arc électrique. La question de l'existence du plasma reste encore aujourd'hui ouverte.

### 1.2.2.5 Gradients de température au niveau de l'échantillon

La différence de passage du courant au sein de la matrice suivant le caractère isolant ou conducteur électrique de la poudre par rapport à la nature des outils de frittage peut conduire à l'apparition de gradients thermiques plus ou moins marqués [17, 19, 21]. Cette différence est illustrée sur la Figure I - 2.

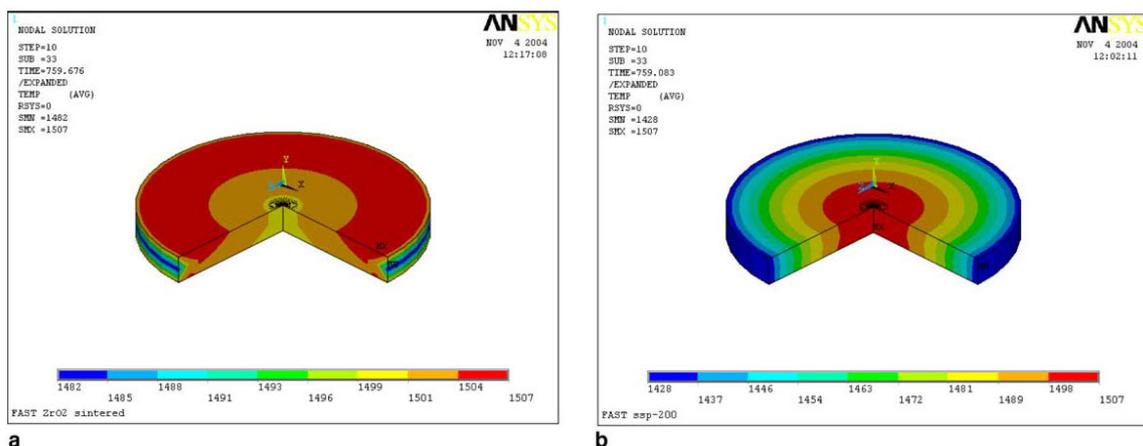


Figure I - 2 : Simulation numérique de la distribution de températures dans des pastilles de ZrO<sub>2</sub> (a, isolant électrique) et TiN (b, conducteur électrique) après 15s à 1500°C [19]

## Chapitre 1 : étude bibliographique

La Figure I - 2 présente la simulation numérique de la distribution de températures dans les cas d'un isolant et d'un conducteur électrique. Les échantillons conducteurs électriques sont caractérisés par une distribution radiale en température car le courant passe par l'échantillon et car il y a une perte de chaleur radiative par les parois de la matrice [17, 23, 31]. Il y a donc formation d'un gradient de densité de courant entre l'échantillon et la matrice, qui conduit aux gradients thermiques observés. Les échantillons isolants électriques présentent une distribution en température plus homogène : tout le courant passe par les outils de frittage (pistons+matrice) et ceux-ci agissent comme un four ce qui crée des conditions de chauffage plus homogènes [17, 23, 31].

Les inhomogénéités de distribution de température peuvent entraîner des défauts structuraux [17, 25, 32]. Lors d'une étude menée sur l'élaboration de zircone par frittage FAST, des gradients de couleur ont été observés après la consolidation et ont été attribués par les auteurs à un gradient de température qui a généré un gradient de stœchiométrie [17]. Des gradients de dureté dus à des gradients de porosité ont également été observés dans des composites  $ZrO_2$ -TiN [25]. Ces gradients de porosité ont été générés à cause de l'inhomogénéité de répartition de température dans l'échantillon.

Pendant la phase de chauffe d'échantillons conducteurs, la température des parois de la matrice est généralement en décalage et en retard par rapport à la température de l'échantillon, alors que l'inverse se produit lorsque l'échantillon est isolant électrique [23]. En effet, comme expliqué dans la partie *b) passage du courant*, pour un matériau conducteur, la majorité du courant passe par l'échantillon et seulement une partie passe par la matrice, ce qui mène à un retard de chauffage par effet Joule de la matrice par rapport à l'échantillon. Au contraire, pour un matériau isolant, la totalité du courant passe par la matrice ce qui fait que la matrice chauffe plus rapidement que l'échantillon.

Pendant la phase de maintien en température, la différence de température entre la matrice et l'échantillon est plus faible pour des échantillons qui ont une conductivité thermique élevée que pour des échantillons dont la conductivité thermique est faible [23, 25]. Cela est dû au transfert de chaleur qui se fait mieux lorsque l'échantillon présente une conductivité thermique élevée.

De plus, la différence de température augmente lorsque l'épaisseur de la matrice et le diamètre de l'échantillon augmentent [25, 31]. En effet, la température mettra plus de temps à s'homogénéiser dans un plus grand volume. L'isolation des parois extérieures de la matrice (par de la feutrine graphite par exemple) permet de réduire la différence entre la température de l'échantillon et celle de la matrice en limitant les pertes de chaleur radiatives.

### **1.2.2.6 Gradients thermiques au sein des particules**

Certaines études montrent qu'il existe des gradients locaux de températures dans un échantillon pulvérulent [12, 13, 20, 33-35]. La résistance électrique est plus élevée aux points de contact des particules où la surface de contact est plus faible. La dissipation d'énergie et donc la température, sont

plus élevées aux points de contacts qu'au centre des particules [20, 33]. Durant la mise en forme, les points de contact entre les particules ont une température supérieure à celles du centre des particules ce qui permet la formation des cous de frittage entre celles-ci beaucoup plus rapidement que si l'échantillon avait une température homogène [12, 13, 20, 33, 34]. Ces gradients locaux de température sont une des origines des avantages liés au frittage FAST présentés dans le paragraphe précédent.

Les gradients de température locaux dans l'échantillon facilitent les mécanismes de diffusion et les vitesses de chauffe élevées peuvent permettre de contourner les mécanismes de diffusion surfacique qui ralentissent la diffusion aux joints de grain [12, 13]. L'apparition locale de températures élevées peut aussi accélérer la vitesse de fluage [12, 13]. Les températures et pressions appliquées durant le frittage FAST sont suffisantes ou proches de celles nécessaires pour provoquer les mécanismes de fluage dans les métaux [12, 13].

### **1.2.2.7 Effet du champ électrique**

Au-delà des effets purement thermiques du frittage FAST, les contributions du champ électrique à la densification peuvent être significatifs [5, 36]. Les atomes peuvent se déplacer dans le réseau cristallin en réponse à un champ électrique créé par l'application d'un courant [12]. La température résulte de l'application d'un courant électrique, ce qui rend difficile l'isolation des effets du courant électrique, de la température et du champ électrique [5, 6]. L'électromigration - diffusion provoquée par l'application d'un champ électrique - peut jouer un rôle important dans les mécanismes de frittage [5, 37, 38]. Des études menées par M. Cologna et al. ont démontré un effet surprenant du champ électrique sur le comportement au frittage de zircone lors d'un frittage sans charge appliquée : lorsque celui-ci est assez élevé, les auteurs parviennent à fritter la zircone en quelques secondes à une température très inférieure à la température de frittage classique de la zircone (850°C au lieu de 1450°C) [39]. De plus, à partir d'une valeur de champ électrique critique, plus cette dernière est élevée, plus la température de frittage "flash" diminue. Le mécanisme proposé pour expliquer ce phénomène réside dans le chauffage par effet Joule préférentiellement aux joints de grain lors du démarrage du phénomène de frittage. L'effet flash serait relié à la nucléation d'une avalanche de défauts produisant une augmentation soudaine du coefficient pré-exponentiel du coefficient de diffusion [40]. L'effet flash du champ électrique est également observé lors de frittage de zircone sous une pression uniaxiale par Francis et al. [40].

### **1.2.3 La pression : un paramètre clé pour le contrôle de la microstructure**

Au delà de l'utilisation du courant électrique pour chauffer le matériau, la seconde principale différence entre les procédés de frittage FAST et le frittage naturel est l'application d'une pression quasi-statique uniaxiale durant la consolidation du matériau. Les effets de la pression sur les propriétés des matériaux sont présentés dans les paragraphes suivants.

### 1.2.3.1 Influence de la pression

Il a été mis en évidence que lors du frittage FAST, l'application d'une pression quasi-statique de quelques MPa jusqu'à 100 MPa jouait un rôle très important sur la densité finale des échantillons, la température de frittage et la taille de grains finale [1, 5, 6, 38, 41-49]. L'effet de la pression sur chacune de ces caractéristiques est détaillé ci-après pour des matériaux céramiques, l'influence de la pression ayant été peu étudiée pour les métaux.

#### 1.2.3.1.1 Pression et densité relative

La pression appliquée provoque dans un premier temps le réarrangement des particules, suivi d'une déformation élastique de celles-ci, puis si la pression appliquée est suffisante leur déformation plastique. Cette déformation est facilitée grâce au phénomène d'adoucissement thermique - diminution de la limite d'élasticité des matériaux avec la température - lorsque les matériaux sont portés à hautes températures et permet à la pression appliquée de pouvoir atteindre la zone de déformation plastique de poudres lors du frittage FAST [41, 43]. Il en résulte une augmentation de la densité relative des échantillons [5, 38, 41-44, 49]. Anselmi-Tamburini et al. ont étudié l'effet de l'application de la pression sur la densité relative pour une zircone cubique [41].

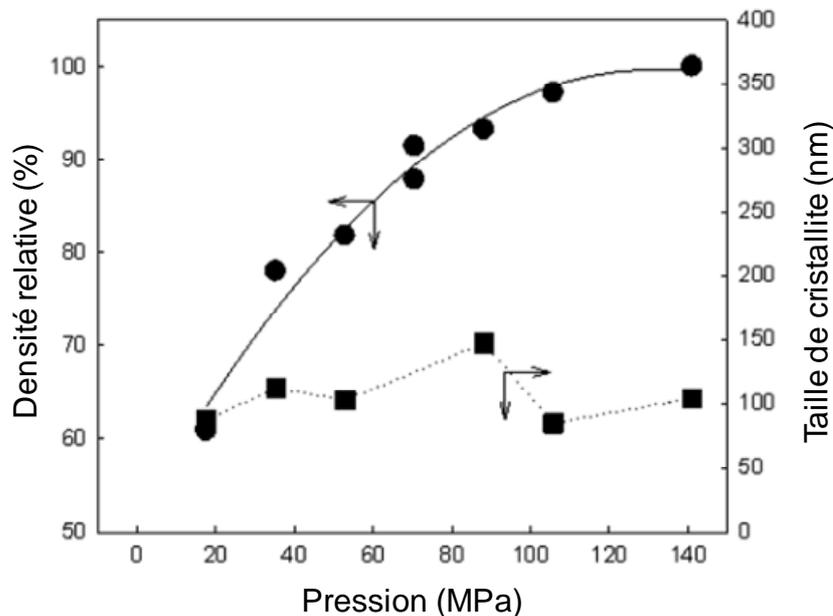


Figure I - 3 : Influence de la pression appliquée sur la densité relative et la taille des cristallites d'une zircone cubique. Température constante de 1200°C, maintien 5min, vitesse de montée en température 200°C/min [41]

La Figure I - 3 présente les évolutions de la densité finale et de la taille des grains d'une zircone cubique frittée à 1200°C avec un palier en température de 5 minutes en fonction de la pression. La pression favorise l'augmentation de la densité relative. Elle évolue de 60% pour une pression de 20 MPa à presque 100% sous 140 MPa. La taille des cristallites, quant à elle, reste constante autour d'une valeur de 100 nm.

## Chapitre 1 : étude bibliographique

De plus, l'existence d'une pression minimale à partir de laquelle la pression avait un effet sur la densité relative lors de la consolidation de zircone cubique par frittage sous charge a montré [50]. Cette pression minimale augmente lorsque la taille initiale des grains diminue.

Les comportements précédents peuvent être représentés par le modèle développé pour le procédé Hot Pressing, donné par l'équation (I-1) [51].

$$\frac{d\rho}{(1-\rho)dt} = B \left( g \frac{\gamma}{x} + P \right) \quad \text{I-(1)}$$

Où  $\rho$  est la densité du matériau à l'instant  $t$ ,  $B$  est un terme géométrique incluant le coefficient de diffusion et la température,  $g$  est une constante géométrique,  $\gamma$  l'énergie de surface,  $x$  un paramètre d'échelle relié à la taille des particules,  $t$  le temps et  $P$  la pression appliquée. Lorsque la pression appliquée augmente, les termes de cette équation s'équilibrent si :

- soit  $\frac{d\rho}{dt}$ , la vitesse de densification augmente,
- soit  $(1 - \rho)$  diminue, c'est-à-dire la densité  $\rho$  augmente.

### 1.2.3.1.2 Pression et température de frittage

En parallèle de son effet sur la densification, l'application de la pression peut également permettre de modifier la température de frittage. L'influence de la pression sur la température de frittage a été soulignée dans la littérature [5, 6, 41, 44] et est illustrée Figure I - 4 dans le cas d'une zircone nanométrique entièrement stabilisée (YSZ - Ytria-Stabilized Zirconia).

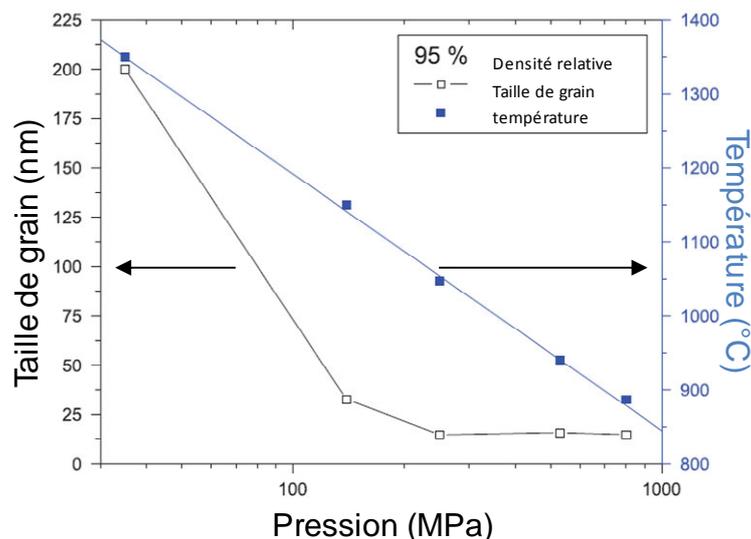


Figure I - 4 : Relation entre température et pression nécessaires pour obtenir des échantillons de densité relative de 95%, dans le cas d'une zircone nanométrique entièrement stabilisée (8% YSZ) [6]

## Chapitre 1 : étude bibliographique

La Figure I - 4 présente la température nécessaire pour obtenir une densité de 95% pour une zircone entièrement stabilisée (8% YSZ) en fonction de la pression uniaxiale appliquée lors du frittage FAST. La température requise pour atteindre 95% de densité relative décroît de façon exponentielle avec la pression appliquée. Au niveau de la taille de grain, la température de frittage diminue de façon très marquée avec la pression appliquée. Les comprimés de zircone nanométrique denses à 95 % sont obtenus à des températures aussi basses que 900°C sous 1 GPa. Malgré les problèmes associés à la précision de la mesure de la température lors de mise en forme par frittage FAST évoqués dans la littérature, la température de frittage a tendance à diminuer lorsque la pression augmente.

Le résultat de cette étude est en accord avec le modèle décrit par l'équation (I-1), qui permet d'expliquer l'évolution de la température de frittage avec la pression appliquée. L'augmentation de celle-ci permet à la fois d'augmenter la vitesse de densification et la densité relative.

### *1.2.3.1.3 Pression et croissance granulaire*

La pression joue un rôle sur la croissance granulaire. Une croissance granulaire limitée ou stabilisée par la pression lors du traitement thermique a été reportée [5, 6, 42, 47, 52]. Cet effet est illustré Figure I - 4 pour une zircone stabilisée : lorsque la pression est élevée (> 100 MPa), la taille des grains reste constante et faible alors que pour une pression plus faible (< 100 MPa), la taille des grains augmente de façon très marquée. D'autre part, d'autres études montrent que la température d'application de la pression joue un rôle crucial dans la croissance granulaire. Santanach et al. [48] ont montré que dans le cas d'une alumine, si la pression était appliquée dans la fenêtre de température à laquelle les grains commencent à croître, la pression avait tendance à favoriser la croissance des grains probablement grâce au mécanisme de diffusion aux joints de grain. Pour ce cas précis, l'effet de la pression sur la croissance granulaire est donc à considérer conjointement avec la température d'application de cette dernière.

### **1.2.3.2 Cycles de pression**

Si la pression peut être appliquée de façon constante durant tout le cycle de frittage, il est également possible d'appliquer des cycles de pression en plusieurs étapes [45-48, 52-55]. Le principal avantage rapporté de l'utilisation de tels cycles de pression serait une meilleure homogénéité de la microstructure et donc des propriétés physiques améliorées [46, 47, 52-55].

L'application de cycles de pression peut permettre d'obtenir une meilleure homogénéité de microstructure [46, 52-54] par rapport à des cycles thermiques où la pression est maintenue constante. Plus précisément, ces cycles de pression peuvent permettre de contrôler la microstructure [53, 54], ou d'affiner cette dernière via le phénomène de recristallisation dynamique [47]. L'effet de la variation d'intensité de la pression au cours d'un cycle thermique sur l'homogénéité de la microstructure de deux aluminés (une dopée avec MgO et l'autre non dopée) est illustré Figure I - 5.

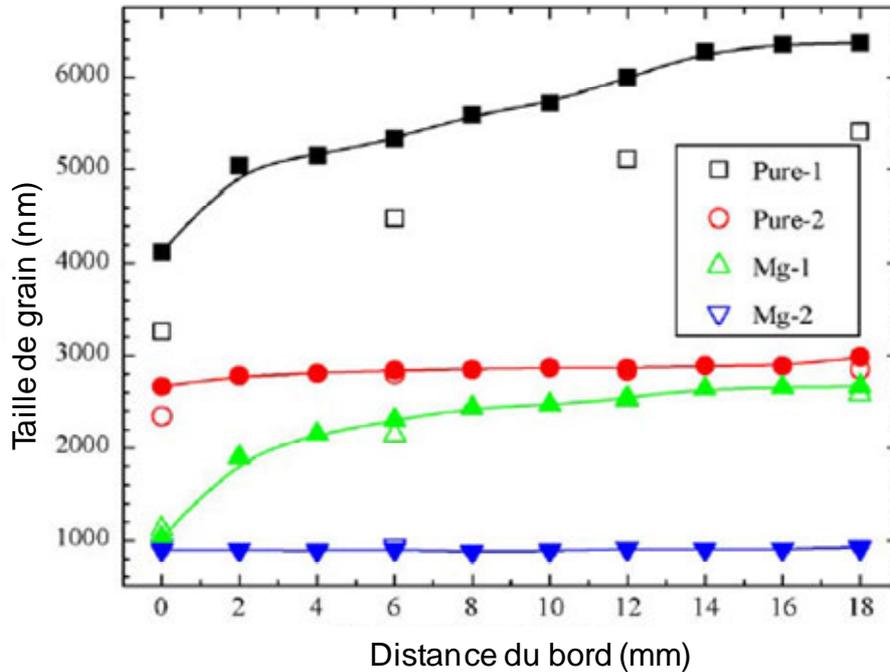


Figure I - 5 : Distribution radiale de la taille de grains du centre vers le bord pour plusieurs alumines pures (pure 1 et 2) et dopées avec MgO (Mg 1 et 2), avec soit une pression constante à 100 MPa durant le cycle thermique (1) soit une pression appliquée en deux étapes : 20 MPa jusqu'à 1300°C puis 100 MPa (2) [54]

La distribution radiale de la taille de grains pour des alumines pures (Pure-1 et Pure-2) ou dopées (Mg-1 et Mg-2) suivant les conditions d'application de la pression est présentée Figure I - 5. Lorsque la pression est maintenue constante durant tout le cycle thermique (Pure-1 et Mg-1), la taille de grain est hétérogène selon que l'on est au centre ou à la périphérie de l'échantillon. Cette hétérogénéité provient des gradients de température au sein du matériau. En revanche, la structure est homogène et la croissance granulaire est limitée lorsque la pression est appliquée en 2 étapes (Pure-2 et Mg-2). Une explication avancée pour expliquer ce résultat est que l'augmentation de la pression à haute température permet la réduction du gradient thermique au sein de l'échantillon et par conséquent mène à une microstructure plus homogène comme expliqué dans la partie 1.2.2.5 *Gradients de température au niveau de l'échantillon* [53].

D'autres études sur l'application de la pression en plusieurs étapes conduisent à la même conclusion [46, 52-54]; les matériaux densifiés avec un cycle thermique appliqué en deux ou plusieurs étapes présentent des microstructures plus homogènes que ceux dont la pression a été constante durant tout le cycle thermique et par voie de conséquence des propriétés physiques améliorées [45-47, 52, 55].

Ainsi, pour des matériaux céramiques, Madhav Reddy et al. ont comparé les propriétés mécaniques d'une alumine soumise à l'application de la pression en 1, 2 et 3 étapes [46]. Ce concept est présenté Figure I - 6

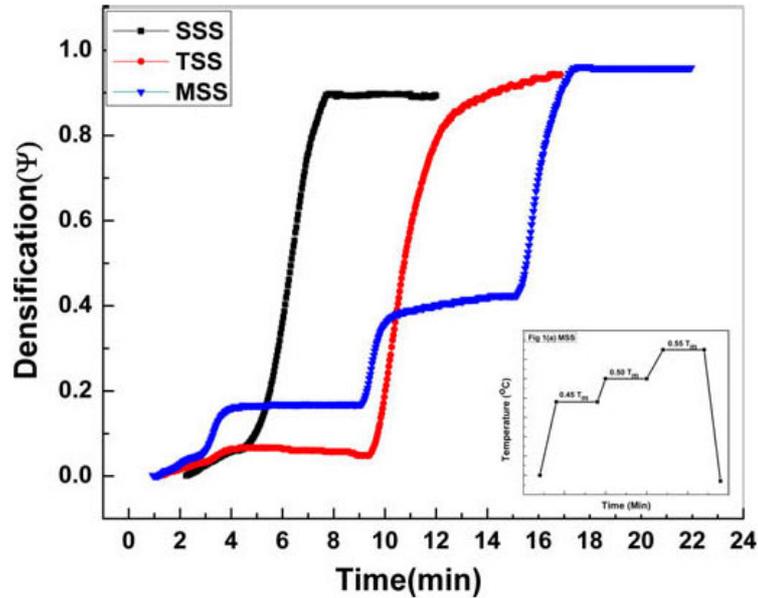


Figure I - 6 : Evolution du paramètre densification  $\Psi$  en fonction du temps de chauffe sur de l'alumine  $\alpha$  pour 3 cycles de pression différents : frittage en une étape (SSS), frittage en 2 étapes (TSS) et frittage multi-étapes (MSS). Le concept du frittage multi étapes est présenté en encart [46].

L'application de la pression en plusieurs étapes, présenté Figure I - 6, se déroule de la façon suivante : la pression initiale est maintenue relativement faible jusqu'à atteindre une température correspondant à environ  $0,45 \cdot T_f$ ,  $T_f$  étant la température de fusion. À partir de cette température, un incrément de pression est appliqué puis la pression est maintenue constante jusqu'à une température proche de  $0,55 \cdot T_f$  [46].

Après les essais, les échantillons ont été caractérisés mécaniquement pour comparer leurs propriétés. Le module de flexion déterminé par le test de flexion 3 points a été multiplié par 2 en passant de  $385 \pm 93$  MPa pour le cycle de pression en 1 étape (SSS), à  $439 \pm 44$  MPa pour le cycle de pression en 2 étapes (TSS) et enfin à  $815 \pm 55$  MPa pour le cycle de pression en 3 étapes (MSS). L'homogénéité de la microstructure a été vérifiée via des cartographies de dureté selon la direction radiale de l'échantillon. Il a été révélé que le profil de dureté de l'échantillon fritté avec le cycle de pression appliqué en 3 étapes est plus homogène que celui fritté avec un cycle de pression en 2 étapes, lui-même plus homogène que celui dont la pression a été maintenue constante durant tout le cycle thermique.

Ces différences sont également observables à l'échelle microstructurale. Les comprimés frittés avec le cycle de pression MSS présentent une distribution de grain uniforme. En revanche, le cycle de pression TSS génère une répartition de taille de grain bimodale. Enfin, alors que pour les cycles MSS et TSS, les comprimés sont denses, ceux obtenus à pression constante présentent de la porosité. Ces différences en termes de densité et distribution de la taille des grains conduisent aux différences observées en termes de propriétés mécaniques.

Dans le cas de matériaux métalliques, les propriétés mécaniques du cuivre ont pu être améliorées en adaptant la température d'application de la pression [47]. À partir d'un frittage FAST sous faible charge (25 MPa), les auteurs observent une augmentation de l'allongement à rupture des comprimés lors d'une augmentation de la pression à 60 MPa à différentes températures. Cet effet est illustré Figure I - 7.

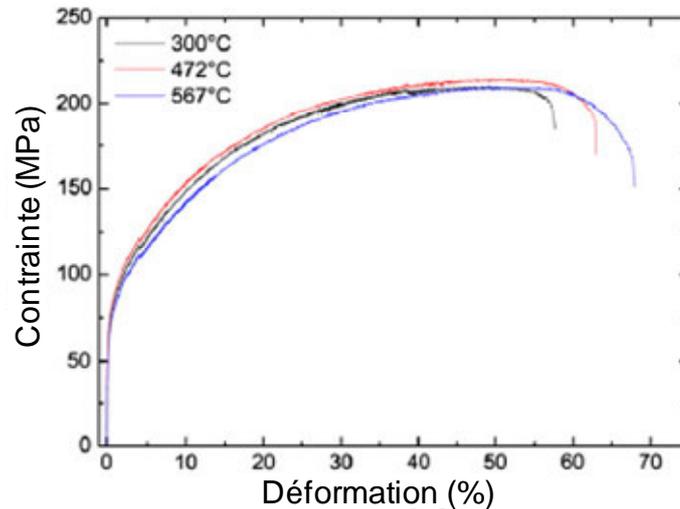


Figure I - 7 : Courbes de traction obtenues sur différents échantillons de cuivre en appliquant une pression finale de 60 MPa (pour une pression initiale de 25 MPa) à 3 températures différentes [47]

Les courbes issues d'un essai de traction (Figure I - 7) montrent que plus la température d'application de la pression finale (60 MPa) est élevée, plus l'élongation à la rupture augmente. Cette élongation dépend de la consolidation du matériau; plus la pression finale est appliquée à haute température, plus le taux de consolidation augmente.

Pour expliquer ce résultat, l'auteur suggère un phénomène de recristallisation dynamique à l'origine de nouveaux grains, plus fins, à partir de défauts accumulés dans la microstructure et qui serait à l'origine des différences de tenue mécanique en traction. En effet, une contrainte critique doit être atteinte pour que la recristallisation dynamique ait lieu et cette contrainte critique décroît lorsque la température augmente [56]. Dans le cas présent, le phénomène de recristallisation dynamique est donc accentué lorsque la température d'application de la pression augmente.

### 1.2.3.3 Frittage FAST sous hautes pressions (> 100 MPa)

Comme il a été évoqué au *paragraphe 1.2.3.1.3*, la pression peut avoir un rôle très important pour contrôler la structure, notamment pour limiter la croissance des grains [5, 6, 42, 47, 52]. Ainsi, il est très difficile d'obtenir des matériaux denses sans avoir une croissance granulaire durant le consolidation notamment dans le cas de nanomatériaux céramiques [38, 57, 58]. La taille des grains croît rapidement avec le temps de mise en forme. L'effet d'inhibiteur de croissance des grains associé à l'application de la pression peut se révéler utile pour conserver la nanostructure.

## Chapitre 1 : étude bibliographique

Le matériau le plus couramment employé pour les outils de frittage est le graphite car il permet d'atteindre des températures de consolidation de l'ordre de 2000°C. En revanche, sa résistance mécanique faible limite la pression applicable à environ 100 MPa. D'autres matériaux comme WC-Co ou certains aciers peuvent être employés [11] pour atteindre des pressions plus élevées de l'ordre de plusieurs centaines de MPa. Un compromis est généralement à faire, car les températures maximales d'emploi de ces outils sont nettement inférieures, de l'ordre de 700°C et 500°C respectivement.

Une autre voie permettant d'augmenter la pression applicable consiste à modifier le design des outils. Concernant le frittage FAST, le seul exemple trouvé dans la littérature d'outils de frittage hautes pressions / hautes températures est la matrice haute pression développée par Anselmi-Tamburini et al. [38]. Une matrice multi-étages a été développée permettant de consolider des matériaux sous charge avec des pressions supérieures à 100 MPa, Figure I - 8.

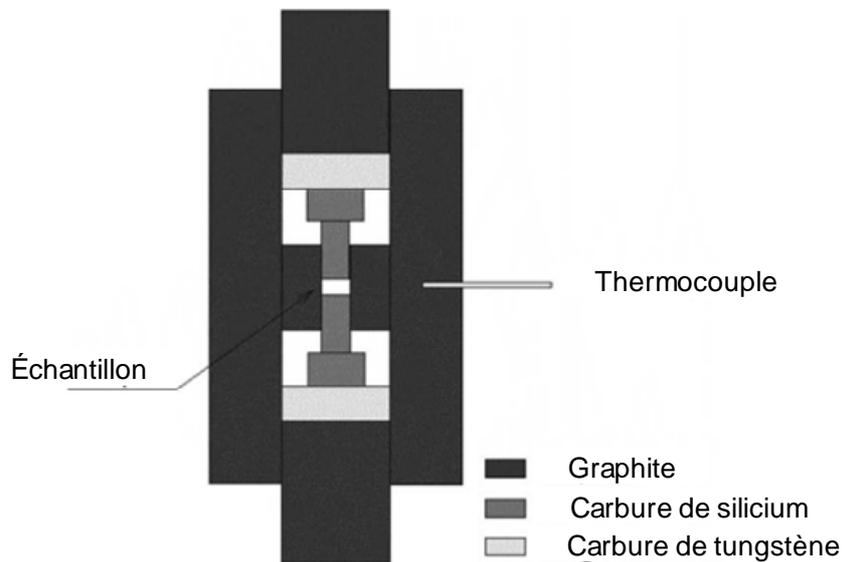


Figure I - 8 : Schéma de la matrice haute pression développée par Anselmi-Tamburini et al. [38]

La matrice haute pression est constituée d'un premier étage en graphite qui est couplé à un second niveau en SiC, la jonction entre les deux étant assurée par une pastille en SiC. Ce type de matrice à double étage permet d'appliquer des pressions allant jusqu'à 1 GPa. L'augmentation de la pression de 10 MPa à 1 GPa, illustré Figure I - 4, permet de diminuer la température de consolidation d'une zircone entièrement stabilisée de plus de 400°C [6].

### 1.2.4 Bilan

Le frittage FAST est une technique de consolidation de métallurgie des poudres permettant de mettre en forme tous types de matériaux. Le mode de chauffage - effet Joule - permet d'élaborer les matériaux sur des temps courts. La pression influence le comportement au frittage des poudres. Sa valeur ainsi

que sa variation au cours du cycle de frittage sont des paramètres déterminants pour contrôler finement la microstructure et donc les propriétés physiques des comprimés obtenus.

### 1.3 Compaction dynamique de poudres

#### 1.3.1 Définition de la compaction dynamique

La vitesse de déformation d'un matériau, soit la dérivée temporelle de sa déformation, est un critère permettant de définir des domaines de déformation. Un schéma synthétique décrivant, pour le spectre des vitesses de déformations, les domaines, les moyens expérimentaux et les mécanismes de déformation, est donné Figure I - 9.

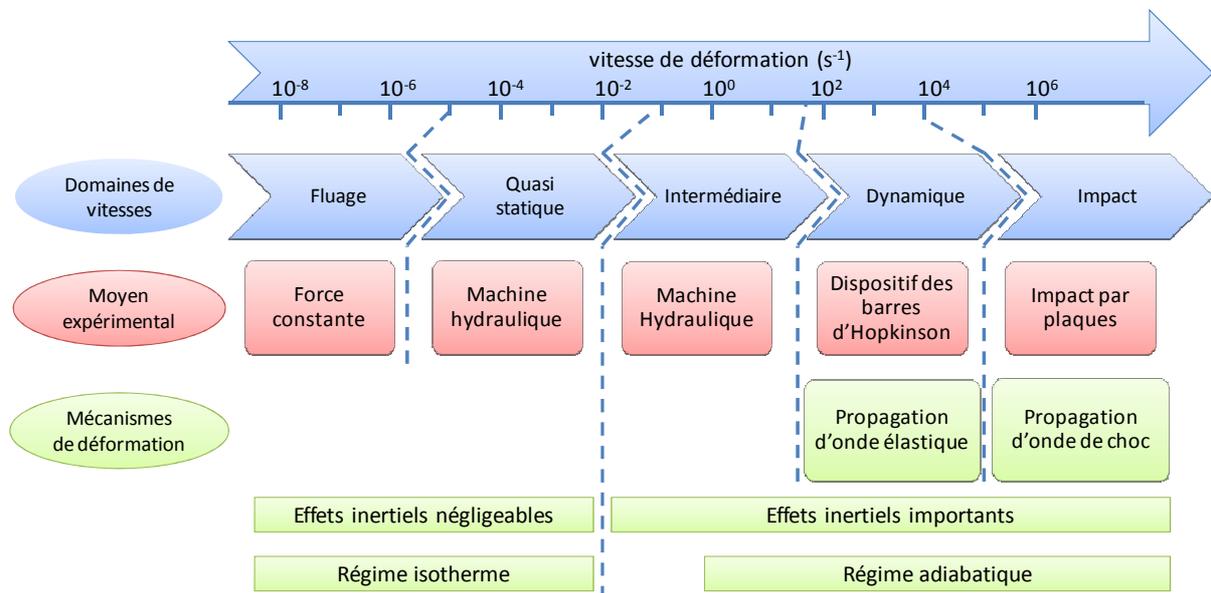


Figure I - 9 : Schéma des régimes de déformations, méthodes de chargement et mécanismes de déformation en fonction de la vitesse de déformation (adapté de [59] et [60])

La gamme des vitesses de déformation décrite Figure I - 9 est extrêmement large et s'étend sur 14 ordres de grandeur. À partir de ces vitesses, il est possible de définir des domaines dans lesquelles les mécanismes de déformation d'un matériau sont similaires. Le comportement d'un matériau est différent selon qu'il est soumis à un impact ou à une déformation quasi-statique. Lors d'une déformation de type quasi-statique sur une machine hydraulique, il est possible de soumettre un matériau à une vitesse de déformation constante, en faisant varier la vitesse de déplacement du piston sur la presse [61]. Au contraire, lors d'un impact, la vitesse de déformation passe par un maximum local avant de diminuer jusqu'à devenir nulle [61]. En fonction de la vitesse de déformation atteinte lors d'un impact, deux types d'ondes peuvent être créées : des ondes de choc ou des ondes élastiques.

Le domaine de vitesse de déformation dit dynamique s'étend de  $10^2 \text{ s}^{-1}$  à  $10^4 \text{ s}^{-1}$  [59, 60]. Dans ce domaine de vitesse, le régime de déformation est adiabatique et la contrainte générée se propage sous forme d'onde élastique [62-65], c'est-à-dire de façon progressive et continue.

Le domaine de vitesse de déformation dit "d'impact" est défini pour des vitesses de déformation supérieures à  $10^4 \text{ s}^{-1}$  [59, 60]. Dans ce domaine de vitesse, le régime de déformation est adiabatique et la contrainte générée se propage sous forme d'onde de choc, c'est-à-dire avec une transition brutale [59, 66-69].

La compaction dynamique sera donc définie comme tout moyen expérimental permettant de soumettre un système à des vitesses de déformation s'étendant de  $10^2 \text{ s}^{-1}$  à  $10^4 \text{ s}^{-1}$ , avec génération d'une contrainte sous la forme d'une onde élastique.

### 1.3.2 Mise en œuvre

Dans ce manuscrit, seuls les dispositifs permettant de réaliser une compaction de type dynamique sur des poudres seront abordés. Les deux dispositifs les plus couramment rencontrés dans la littérature permettant de réaliser la compaction dynamique de poudres sont les dispositifs de Compaction à Grande Vitesse (CGV) [70-81] et des barres d'Hopkinson (SHPB) [82-84].

Le dispositif CGV est similaire à un dispositif de compaction quasi-statique. La différence essentielle provient du mode d'application de la pression qui est dynamique dans le cas de la CGV [74, 76, 77, 80]. Un schéma descriptif de la technologie CGV est donné Figure I - 10.

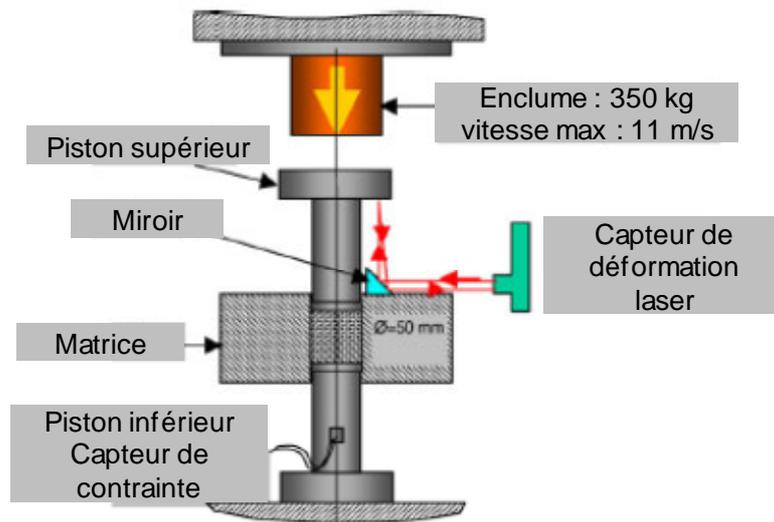


Figure I - 10 : Schéma d'un dispositif CGV [74]

La compaction de la poudre est réalisée via une masse tombante qui, après avoir été accélérée, vient impacter le piston supérieur de la matrice contenant la poudre, avec une énergie de l'ordre du kilojoule. Les premières études portant sur cette technologie décrivaient un mécanisme de compaction par ondes de choc [70, 71, 73, 80, 85]. Cependant, des études plus récentes ont montré qu'il n'y avait pas création

## Chapitre 1 : étude bibliographique

d'ondes de choc mais plutôt une onde élasto-plastique [76-78], le terme onde de choc étant utilisé par abus de langage. Tous les types de matériaux peuvent être mis en forme par CGV, des métaux aux céramiques en passant par les polymères [76-78].

Les avantages de réalisation d'une compaction dynamique par rapport à la compaction quasi-statique mis en évidence dans la littérature sont nombreux. À titre d'exemple, il est à noter l'obtention de comprimés avec des densités à cru plus importantes [70-76, 78-82, 85], une vitesse de mise en forme plus élevée [70, 71, 74, 76-78, 80], une densité plus homogène [74, 76] ou encore la possibilité de mettre en forme des pièces de grandes dimensions [76, 78, 80].

Une densité supérieure durant l'étape de mise en forme des crus donne de meilleures tenues mécaniques (possibilité de green machining) [76, 78, 80] et induit des retraits moins importants lors du frittage [71, 74, 80]. La majorité des études a montré que les densités à cru obtenues par CGV étaient plus élevées que par compaction quasi-statique [70-76, 78-82, 85]. Afin d'améliorer cette densité à cru, il est également possible de réaliser successivement plusieurs impacts dans un intervalle de temps court (ordre de grandeur de la dizaine de microseconde) [74, 76, 80]. Une seule étude ne montre aucun gain de densité du à l'utilisation de la CGV [77].

Durant la compaction dynamique, le matériau est soumis à une déformation adiabatique. Il subit une élévation de température décrite par l'équation (I-2).

$$\Delta T = \frac{\beta W_p}{\rho C_p} \quad (\text{I-2})$$

Avec  $\Delta T$  l'élévation de température,  $\beta$  le coefficient de Quinney-Taylor représentant la quantité d'énergie plastique convertie en chaleur,  $W_p$  le travail plastique calculé via l'intégration de la courbe contrainte -déformation durant le domaine de déformation plastique homogène,  $\rho$  la masse volumique de l'échantillon et  $C_p$  sa chaleur spécifique à pression constante. Sano et al. [86] observent une élévation de température de 40°C pour une compaction dynamique de poudre Al-Li pour une pression de compaction de 500 MPa appliquée pendant 100  $\mu$ s. Ils montrent aussi que le coefficient de friction joue un rôle dans l'élévation de température. Cette élévation de température peut mener à un adoucissement thermique de l'échantillon facilitant la compaction dynamique des poudres [76, 78].

Le phénomène d'adoucissement thermique, qui permet de faciliter la compaction dynamique des poudres, peut être induit par le chauffage de celles-ci. Dans cette optique, l'intérêt d'associer compaction dynamique et dispositif de chauffe des poudres a été démontré par Tang et al. en développant un appareil de CGV à chaud [75]. Il s'agit de la seule publication, à notre connaissance, combinant compaction dynamique de poudre et chauffe. La poudre est chauffée par une bobine inductive dans un moule avant d'être soumise à une compaction dynamique. Sur des poudres d'acier inoxydable 316L chauffées à 90°C, une CGV produit des comprimés dont la densité à cru est de 7,47

$\text{g/cm}^3$  tandis que celle-ci n'est que de  $7,20 \text{ g/cm}^3$  pour la CGV à température ambiante. Malgré la faible amplitude de chauffe initiale, un gain en densité est obtenu et est attribué à l'adoucissement thermique des poudres.

### **1.3.3 Dispositif SHPB (Split Hopkinson Pressure Bar)**

Dans un premier temps, la technique SHPB en compression sera présentée. Elle permet usuellement de caractériser mécaniquement des matériaux solides dans le domaine de vitesse de déformation dynamique et d'obtenir les courbes contrainte-déformation à partir de mesures de forces et de vitesses. De façon moins courante, le dispositif SHPB peut aussi être employé en tant que dispositif de compaction dynamique de poudres. Cette utilisation détournée sera détaillée dans un second temps.

#### **1.3.3.1 Historique**

Le dispositif d'Hopkinson fut la première technique de caractérisation mécanique dans le domaine dynamique à faire l'objet d'une publication [87]. B. Hopkinson avait pour objectif de mesurer la pression créée par l'impact d'une balle. Pour ce faire, il développa un système composé d'une barre cylindrique de métal et d'un projectile. En supposant que l'onde créée par l'impact du projectile allait se propager dans la barre, il a mis au bout de celle-ci une pièce éjectable qui était éjectée lorsque l'onde arrivait dans cette pièce. La vitesse de la pièce éjectable était ensuite mesurée par un pendule balistique. Grâce à différentes mesures de vitesses, il était alors possible de déterminer la propagation de l'onde d'impact (amplitude et durée), mais sans grande précision.

Trente-quatre ans plus tard, R.M. Davies reprit les travaux de B. Hopkinson en améliorant le dispositif original. Il ajouta un condensateur à l'extrémité de la barre et l'associa à un oscilloscope. Il put ainsi mesurer les déformations dynamiques axiales et radiales engendrées dans la barre par l'impact du projectile. En mesurant la déformation dynamique, il parvint à calculer la contrainte engendrée par le projectile au cours du temps.

Par la suite, Kolsky améliora le dispositif de Davies [62]. La dénomination devint « Kolsky bar » ou « split Hopkinson pressure bar (SHPB) ». Dans ce dispositif, un échantillon, de dimension négligeable par rapport à la longueur des barres, est placé entre deux barres, appelées barres d'entrée et de sortie. La barre d'entrée est soumise à un impact grâce à un projectile et la barre de sortie est retenue par un condensateur comme dans les barres de Davies. Les courbes contrainte – déformation ont ainsi été déterminées pour des matériaux soumis à des contraintes dynamiques.

Depuis, les améliorations apportées à cette technique ont été l'introduction de jauges de déformation afin de mesurer la déformation surfacique des barres, la possibilité de chauffer des matériaux afin de mesurer leur comportement dynamique en température et le développement de dispositifs permettant d'étudier le comportement mécanique dynamique de matériaux en torsion ou traction [88, 89].

### 1.3.3.2 Dispositif SHPB en compression

Le schéma d'un dispositif SHPB en compression est présenté Figure I - 11.

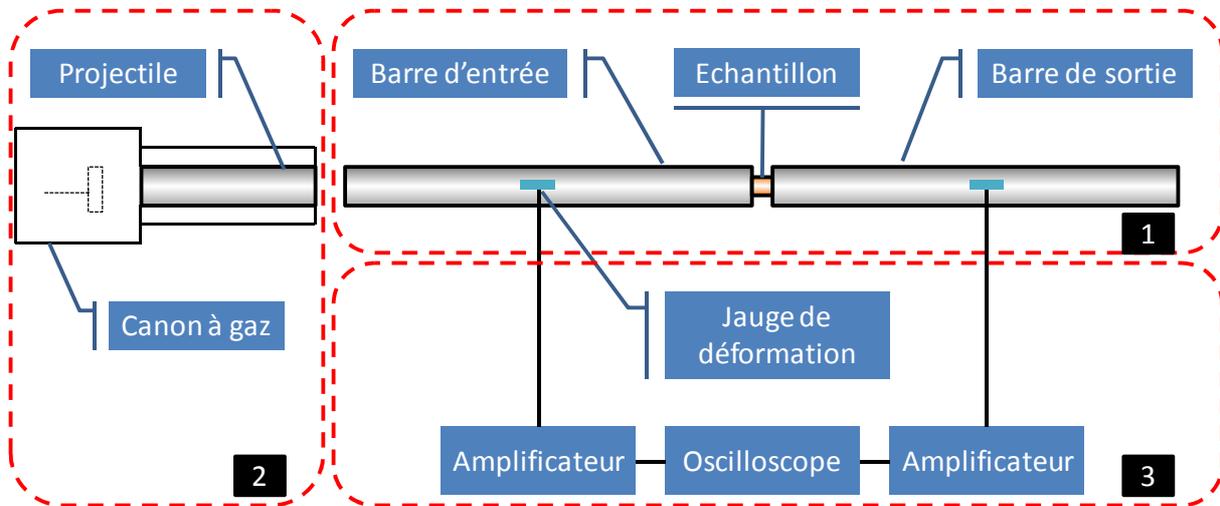


Figure I - 11 : Schéma d'un dispositif de barres d'Hopkinson en compression avec les barres (1), le système de chargement (2) et la partie acquisition et enregistrement des signaux (3)

Le dispositif SHPB en compression peut être divisé en 3 parties [89] :

- **Les barres (1)** : un dispositif des barres d'Hopkinson en compression possède deux barres, appelées barre d'entrée et barre de sortie. Ces barres sont généralement constituées du même matériau et présentent le même diamètre. Le matériau des barres doit posséder une limite d'élasticité plus élevée que le matériau à étudier de manière à ne pas se déformer plastiquement durant l'essai. Afin de s'assurer que les ondes de compression se propagent de façon unidimensionnelle, les barres doivent être parfaitement alignées sur le même axe que le système de chargement. La barre d'entrée doit être au moins deux fois plus longue que le projectile afin d'éviter les problèmes de superposition entre onde incidente et réfléchie. L'échantillon à caractériser est inséré entre les deux barres.
- **Un système de chargement (2)** : le chargement est dynamique et doit pouvoir être contrôlable, stable et reproductible. Le projectile est lancé grâce à un canon à air comprimé lors de la libération soudaine du gaz, puis, est accéléré dans le tube du canon jusqu'à atteindre une vitesse constante à la sortie du canon et impacte la barre d'entrée. La vitesse du projectile juste avant impact est mesurée grâce à des photodiodes situées à l'extrémité du canon. Le temps de chargement de l'onde de compression est proportionnel à la longueur du projectile.
- **La partie acquisition et enregistrement des signaux (3)** : des jauges de déformation sont collées sur la surface des barres d'entrée et de sortie afin de mesurer la déformation

due au passage des ondes lors d'un essai. Les signaux en sortie de ces jauges étant généralement faibles, un amplificateur de signal est inséré avant l'oscilloscope.

### 1.3.3.3 Principe

Le dispositif des barres d'Hopkinson permet de caractériser mécaniquement des matériaux dans le domaine de vitesse de déformation dynamique ( $10^2$ - $10^4$  s<sup>-1</sup>). Lorsque deux corps entrent en collision, une onde de contrainte est générée et elle se propage dans les deux corps. Il existe deux types d'ondes élastiques : des ondes transversales (ou de torsion) et des ondes longitudinales. Seules ces dernières nous intéressent car la théorie des essais aux barres d'Hopkinson suppose la propagation d'ondes longitudinales seules. Le diagramme de Lagrange, représentant la propagation des ondes dans les barres lors d'un essai de compression, est présenté Figure I - 12.

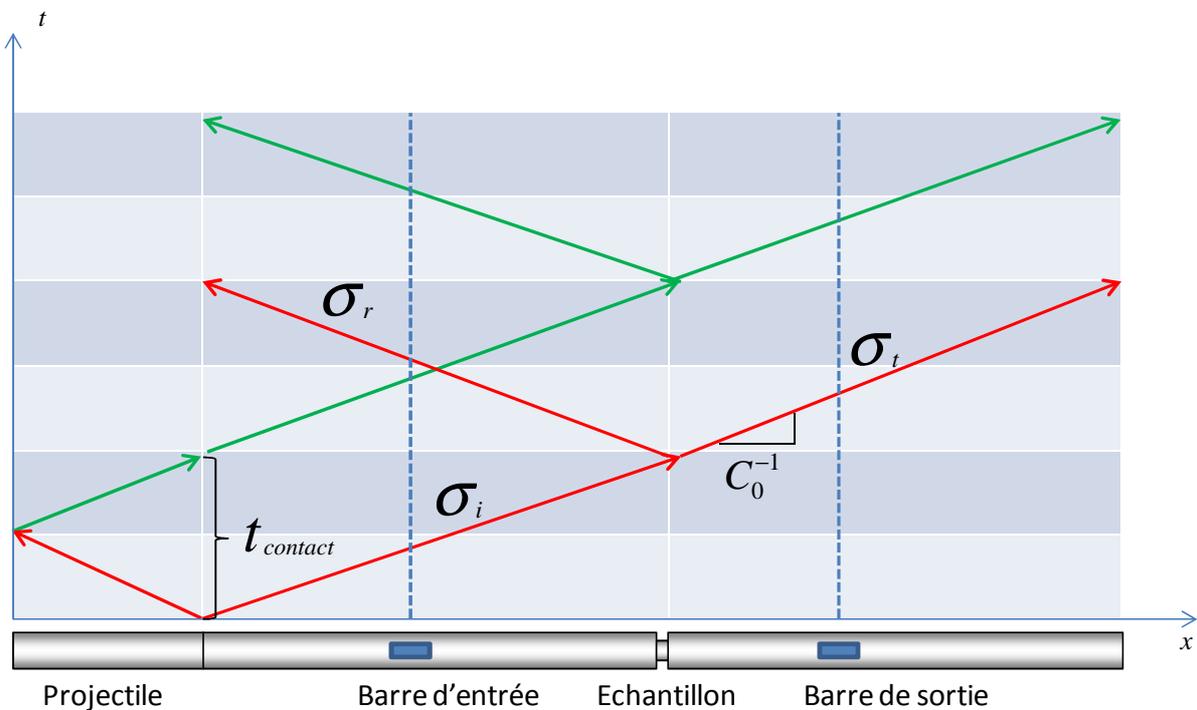


Figure I - 12 : Diagramme de Lagrange avec la représentation des ondes enregistrées par les jauges de déformation ( $\sigma_i$  représente l'onde incidente,  $\sigma_r$  l'onde réfléchie et  $\sigma_t$  l'onde transmise). Les ondes de chargement sont représentées en rouge, celles de déchargement

Lorsque le projectile impacte la barre d'entrée, il crée une onde de compression. Cette onde se propage jusqu'à l'interface entre la barre d'entrée et l'échantillon. Une partie de cette onde est ensuite réfléchie dans la barre d'entrée tandis que l'autre partie est transmise dans l'échantillon provoquant son chargement, puis continue à se propager dans la barre de sortie. L'épaisseur de l'échantillon étant très petite par rapport à la longueur des barres, la propagation des ondes dans celui-ci est généralement considérée comme négligeable en supposant qu'il soit à l'équilibre des forces à ses deux extrémités.

## Chapitre 1 : étude bibliographique

L'impact crée en parallèle une onde de compression dans le projectile qui est réfléchi à l'extrémité de celui-ci et devient une onde de traction. Cette onde de traction se propage ensuite dans la barre d'entrée induisant le déchargement de celle-ci. Comme pour l'onde de compression, l'onde de traction décharge ensuite l'échantillon puis la barre de sortie. La durée de chargement produite lors d'un essai de compression est donc :

$$t_{contact} = \frac{2L_p}{C_0} \quad (I-3)$$

Avec  $t_{contact}$  le temps de chargement,  $L_p$  la longueur du projectile et  $C_0$  la célérité de l'onde élastique dans le projectile.  $t_{contact}$  est aussi le temps de contact entre le projectile et la barre d'entrée.

Dans le cas où le projectile est composé du même matériau que les barres et que la barre entrante est stationnaire, la contrainte incidente est :

$$\sigma_I = \frac{1}{2} \rho_b C_0 V_p \quad (I-4)$$

Avec  $\sigma_I$  la contrainte incidente,  $\rho_b$  la masse volumique du matériau des barres,  $C_0$  la vitesse de propagation des ondes dans le matériau des barres et  $V_p$  la vitesse du projectile à l'impact.

### 1.3.3.4 Analyse des ondes

L'analyse des ondes enregistrées lors d'un essai permet, moyennant certaines hypothèses, d'obtenir le comportement mécanique d'un échantillon dans le domaine dynamique. Le schéma de la représentation à une dimension (1D) du problème de la propagation d'onde dans une barre est donné Figure I - 13:

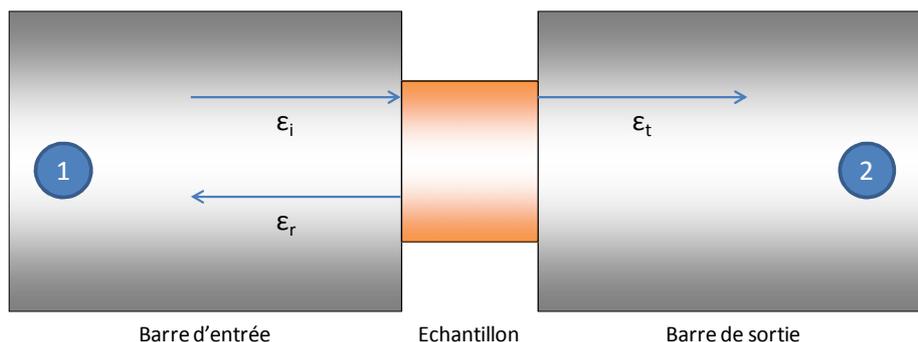


Figure I - 13 : Représentation 1D de la propagation des ondes dans les barres d'Hopkinson avec  $\epsilon_i$  l'onde incidente,  $\epsilon_r$  l'onde réfléchie et  $\epsilon_t$  l'onde transmise

## Chapitre 1 : étude bibliographique

Dans le cas du problème à 1 dimension, si on note  $u$  le déplacement de la barre,  $C_0$  la célérité de l'onde dans la barre, avec  $C_0 = \sqrt{\frac{E}{\rho}}$ , où  $E$  est le module d'Young de la barre et  $\rho$  sa masse volumique, l'équation de la propagation de l'onde est :

$$\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = \frac{1}{C_0} \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (\text{I-5})$$

En utilisant la méthode des caractéristiques, les solutions du déplacement de la barre sont de la forme :

$$u = f(x - C_0 t) + g(x + C_0 t) = u_i + u_r \quad (\text{I-6})$$

Les indices i, r et t renvoient respectivement aux termes incident, réfléchi et transmis.  $f$  et  $g$  sont deux fonctions. La déformation  $\varepsilon$  est définie par :

$$\varepsilon = \frac{\partial u}{\partial x} \quad (\text{I-7})$$

Si l'équation (I-6) est dérivée selon  $x$ , elle devient :

$$\varepsilon = f' + g' = \varepsilon_i + \varepsilon_r \quad (\text{I-8})$$

Et si l'équation (I-6) est dérivée selon  $t$ , celle-ci devient pour la barre d'entrée :

$$\dot{u}_1 = C_0(-f' + g') = C_0(-\varepsilon_i + \varepsilon_r) \quad (\text{I-9})$$

Et pour la barre de sortie où  $u = h(x - C_0)t$ , l'équation (I-7) devient :

$$\dot{u}_2 = -C_0 \varepsilon_t \quad (\text{I-10})$$

Si l'onde de compression se propageant dans l'échantillon est considérée négligeable, l'équation de la vitesse de déformation des ondes devient :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{u}_2 - \dot{u}_1}{l_t} = \left(\frac{C_0}{l_t}\right) (-\varepsilon_i + \varepsilon_r + \varepsilon_t) \quad (\text{I-11})$$

Où  $l_t$  est la longueur de l'échantillon à l'instant  $t$ . Les forces s'exerçant sur l'échantillon dans les barres sont, par définition :

$$F_1 = \frac{A_B}{A_S} E(\varepsilon_i + \varepsilon_r) \quad (\text{I-12})$$

## Chapitre 1 : étude bibliographique

$$F_2 = \frac{A_B}{A_S} E \varepsilon_t \quad (\text{I-13})$$

Où  $A_B$ ,  $A_S$  et  $E$  sont respectivement la section des barres, de l'échantillon et le module d'Young des barres. L'échantillon se déforme de façon uniforme lorsqu'il est à l'équilibre des forces. Dans ces conditions,  $F_1 = F_2$ . Il y a donc :

$$\varepsilon_i + \varepsilon_r = \varepsilon_t \quad (\text{I-14})$$

Si l'équation (I-11) est considérée à l'équilibre des forces, elle devient :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{2C_0 \varepsilon_r}{l_t} \quad (\text{I-15})$$

En supposant que le volume de l'échantillon est constant, alors  $A_{S_0} l_0 = A_S l_t$ , où  $A_S$  est la section de l'échantillon à l'instant  $t$ ,  $l_t$  sa longueur à l'instant  $t$ ,  $l_0$  sa longueur initiale. La contrainte est alors :

$$\sigma(t) = \frac{AE \varepsilon_t}{A_S} \quad (\text{I-16})$$

Si l'hypothèse du volume constant est appliqué aux équations (I-15), (I-16), la contrainte et la déformation expérimentale sont exprimées ainsi :

$$\sigma(t) = \frac{AE \varepsilon_t(t)}{A_{S_0}} \quad (\text{I-17})$$

$$\varepsilon(t) = \frac{2C_0}{l_0} \int \varepsilon_r(t) dt \quad (\text{I-18})$$

Cette méthode, appelée méthode des caractéristiques, permet de déterminer le comportement mécanique du matériau dans le domaine dynamique à partir de l'analyse des ondes réfléchies et transmises. De plus, à partir des courbes contrainte - déformation, il est possible de remonter à l'énergie stockée dans le matériau en utilisant l'équation (I-2). Cette partie sera développée dans le *chapitre III*.

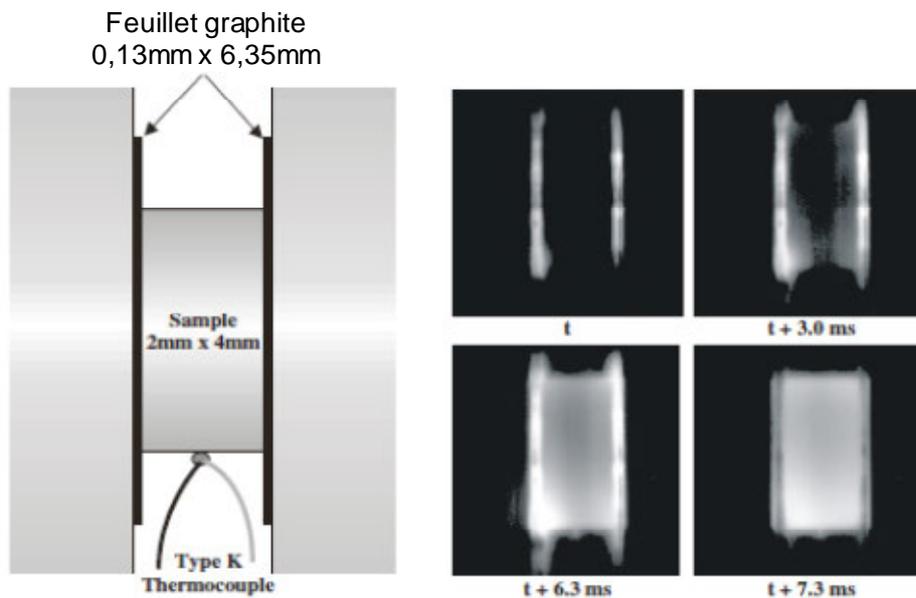
### **1.3.3.5 Essais en température**

Il est parfois nécessaire de connaître le comportement dynamique des matériaux pour des températures élevées comme lors de l'usinage haute vitesse. La nécessité d'étudier le comportement mécanique en température des matériaux dans le domaine dynamique a mené au développement de différents systèmes de chauffage sur le dispositif SHPB.

## Chapitre 1 : étude bibliographique

Afin de conduire ces essais en température, les échantillons peuvent être chauffés généralement dans un four [90-93] ou par infrarouge [94, 95]. L'adaptation de ces systèmes de chauffage sur le dispositif SHPB n'est pas évidente. La plupart du temps, les vitesses de chauffe sont lentes [90-92] et le dispositif de chauffe est situé à côté des barres pour ne pas les chauffer en même temps que l'échantillon, ce qui modifierait leurs propriétés physiques. D'autre part, lorsque l'échantillon est à la température désirée et qu'il est inséré entre les barres, l'impact doit avoir lieu rapidement car l'échantillon se refroidit vite au contact des barres.

Un système de chauffage résistif par courant électrique a été développé au NIST (National Institute of Standard and Technology, USA) [96, 97]. Ce système permet de chauffer très rapidement un échantillon solide inséré entre les barres d'entrée et de sortie du SHPB. Ce système de chauffe permet de s'affranchir des problèmes induits par un chauffage plus lent. La méthode de chauffage employée consiste à faire passer un fort courant dans l'échantillon afin de l'amener rapidement à la température voulue avant le test. Des vitesses de chauffe de l'ordre de  $3500^{\circ}\text{C}/\text{s}$  peuvent ainsi être obtenues. La température de l'échantillon est contrôlée à  $\pm 1^{\circ}\text{C}$  par un pyromètre infrarouge communiquant avec un commutateur FET qui délivre le courant. Une distribution de température uniforme dans l'échantillon est obtenue en insérant des feuillets en graphite entre les barres et l'échantillon (Figure I - 14).



**Figure I - 14 : Configuration de chauffe. Des feuillets en graphite sont insérés entre les barres et l'échantillon et un thermocouple est soudé sous l'échantillon. Des images prises à la caméra ultrarapide en lumière visible montrent les premières millisecondes de chauffe d'un échantillon d'acier à  $1000^{\circ}\text{C}$  [96].**

Comme le montre la Figure I - 14, ce système de chauffe est très efficace pour atteindre des températures élevées dans des temps courts et avec une distribution de température homogène au sein de l'échantillon.

### 1.3.3.6 Compaction de poudre par SHPB

Au-delà de son utilisation principale consistant en la caractérisation mécanique de matériaux massifs dans le domaine dynamique, le dispositif des barres d'Hopkinson peut également permettre de compacter dynamiquement des poudres métalliques [82] ou céramiques [83, 84, 98].

Hägglblad et al. [82] utilisent une matrice en acier pour réaliser la compaction dynamique d'une poudre de titane dans le but de réaliser un implant dentaire (Figure I - 15). Il s'agit de la seule publication à notre connaissance traitant de la compaction dynamique de poudre métallique par SHPB à notre connaissance.

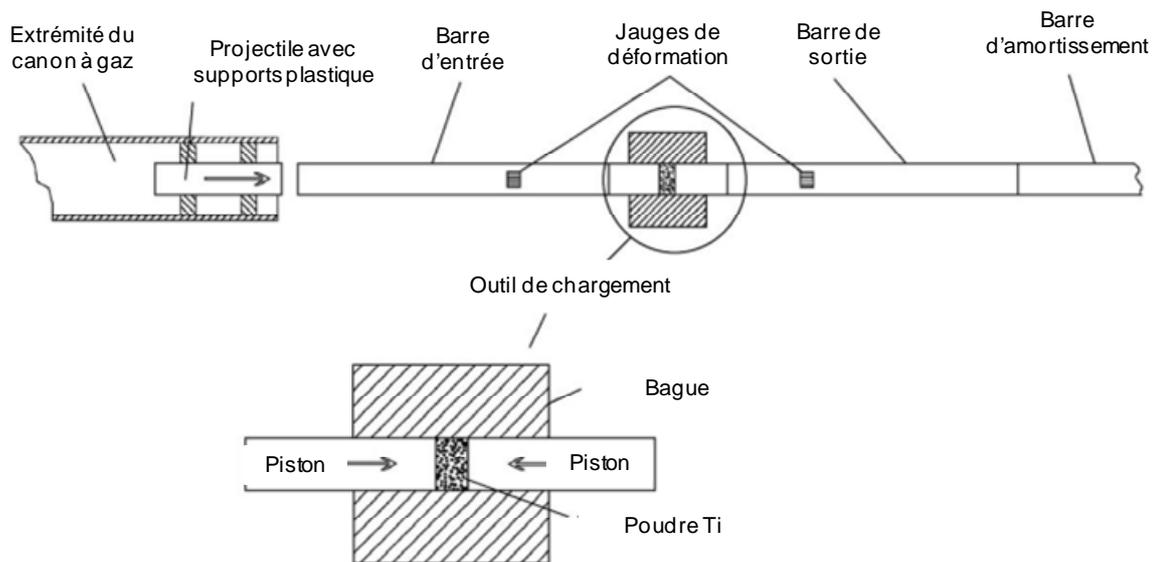


Figure I - 15 : Configuration du SHPB et des outils de compaction [82]

Dans cette configuration (Figure I - 15), le matériau entre les barres n'est plus un matériau solide mais un matériau pulvérulent. Il est contenu dans une matrice en acier avec une empreinte lui donnant la forme désirée, puis soumis à une compaction dynamique. Les auteurs emploient la compaction dynamique pour atteindre des densités à cru supérieures à celles obtenues par compaction quasi-statique. Des densités à cru élevées conduisent à un retrait inférieur et donc des déformations moins importantes lors d'une étape ultérieure de frittage [76, 82]. Cette étude montre qu'il est possible d'utiliser la compaction dynamique de poudres par SHPB pour réaliser la mise en forme de matériaux aux géométries complexes.

Trécant et al. [83, 84, 98] ont également utilisé le dispositif SHPB pour compacter un matériau céramique, de type phosphate de calcium (OCP). Cette étude, est à notre connaissance la seule traitant de la compaction dynamique de poudre céramiques par SHPB. La céramique, chargée en principes actifs, est sensible à la température et ne peut pas être mise en forme par frittage conventionnel. La compaction dynamique permet de mettre en forme le matériau sans apport externe de chaleur, excepté celui créée par échauffement adiabatique et décrit par l'équation (I-1). Les taux de compaction les plus

élevés ont été obtenus lorsqu'une compaction dynamique était réalisée avec une vitesse de projectile de 50 m/s [98]. Une pression quasi-statique supérieure à 300 MPa serait nécessaire pour atteindre un taux de compaction du même ordre de grandeur [98]. Cette étude exploratoire démontre que la compaction dynamique par dispositif des barres d'Hopkinson peut être utilisée comme procédé de mise en forme de céramiques.

### **1.3.4 Bilan**

La compaction dynamique de poudres regroupe un ensemble de techniques permettant la mise en forme de poudres dans le domaine de déformation dynamique :  $10^2 s^{-1} < \dot{\epsilon} < 10^4 s^{-1}$ . Lors de cette compaction dynamique, le matériau pulvérulent est soumis à une onde de compression élastique. Les avantages de la compaction dynamique de poudres sont : densité à cru plus élevée, élévation de température pouvant mener à un adoucissement thermique et donc faciliter la compaction. Une autre manière de faciliter la compaction de poudres est d'effectuer la compaction dynamique à chaud.

## **1.4 Conclusion**

Au vu de cette étude bibliographique, l'association d'un système de frittage de type FAST avec un dispositif permettant de réaliser la compaction dynamique des poudres afin de combiner les avantages des deux approches est envisagée. D'une part, le procédé de frittage de type FAST permet la mise en forme de tous types de matériaux avec des propriétés contrôlées. D'autre part, la compaction dynamique permet de diminuer les porosités d'autant plus facilement que la température de sollicitation et la contrainte appliquée sont élevées. La solution technologique envisagée pour la réalisation d'un tel dispositif se trouve dans la combinaison d'un dispositif des barres d'Hopkinson (SHPB), qui peut être utilisé comme moyen de compaction dynamique de poudres, avec un système de frittage de type FAST. Le dispositif nouvellement créé est alors un appareil de frittage FAST avec possibilité de réaliser une sollicitation dynamique. L'objectif final de ce dispositif est la synthèse de matériaux massifs, à partir de matériaux pulvérulents, aux microstructures et propriétés contrôlées et améliorées par rapport à une mise en forme par un procédé de frittage de type FAST.

**CHAPITRE 2    PRESENTATION DU PROCEDE DCRS  
DYNAMIC COMPACTION RESISTANCE SINTERING**

## 2.1 Introduction

Lors de l'étude bibliographique, il a été montré que la technologie FAST permet le frittage rapide de tous types de matériaux. Additionnellement, la maîtrise de la manière d'appliquer la pression uniaxiale quasi-statique peut permettre de contrôler la microstructure du matériau fritté. D'autre part, les techniques de compaction dynamique de poudres offrent des perspectives intéressantes en terme de gain de densité relative et de contrôle de la microstructure. De plus, il a été mis en évidence que la compaction dynamique était plus efficace lorsqu'elle était effectuée en température. Suite à ces constats, le procédé DCRS (Dynamic Compaction Resistance Sintering), qui est un dispositif de frittage FAST offrant la possibilité d'effectuer une ou plusieurs compactations dynamiques à un moment donné du cycle thermique, a été développé.

## 2.2 Description du procédé DCRS

La conception et le développement du procédé DCRS ont constitué la première partie de ce travail de thèse et ont fait l'objet d'une publication [99]. Un aperçu du DCRS est donné Figure II - 1.



Figure II - 1 : Photographie du dispositif DCRS

Une description complète du dispositif sera donnée dans ce chapitre. Le schéma de principe du DCRS est présenté Figure II - 2.

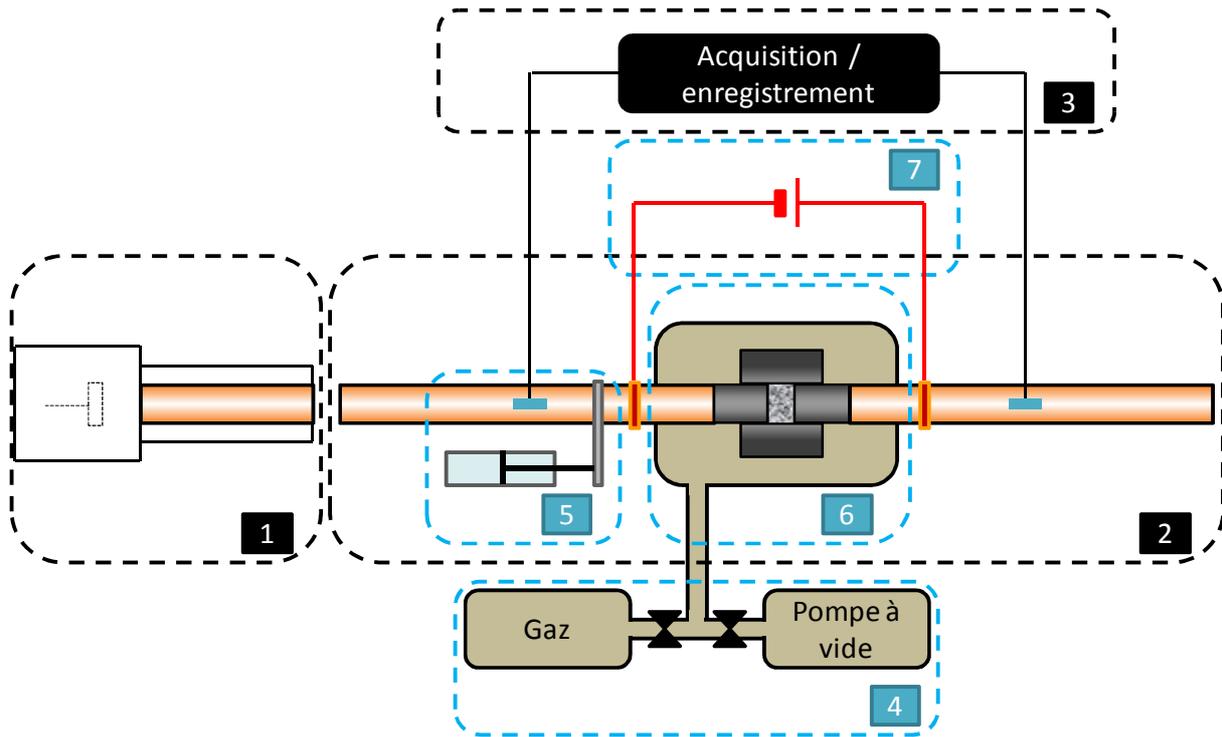


Figure II - 2 : Schéma de principe du DCRS. Éléments du SHPB en noir : (1) système de chargement, (2) barres de compaction, (3) la partie acquisition et enregistrement des données. Adaptation du système de frittage FAST en bleu : (4) groupe de pompage, (5) groupe hydraulique, (6) enceinte atmosphérique, (7) générateur électrique.

Le dispositif DCRS consiste en la combinaison du système de fonctionnement du frittage FAST et d'un montage de compaction dynamique SHPB. Il est composé des parties habituelles d'un SHPB : (1) le système de lanceur pour le chargement dynamique, (2) les barres de compaction et (3) la partie acquisition et enregistrement des données. Une modification est cependant apportée par rapport à un SHPB classique; l'extrémité de la barre de sortie est encastrée afin de pouvoir exercer une pression uniaxiale sur l'échantillon. Sur ce montage SHPB, les différentes parties composant un système de frittage FAST ont été adaptées : un groupe de pompage ou d'injection de gaz (4), un groupe hydraulique permettant d'appliquer la pression uniaxiale quasi-statique (5), une enceinte atmosphérique permettant de travailler sous atmosphère contrôlée (6) et un générateur électrique afin d'amener le courant au dispositif et de provoquer le chauffage par effet Joule (7).

### 2.2.1 Génération et contrôle de la température

Le chauffage d'un échantillon est obtenu par effet Joule grâce à un générateur de courant continu (3000 A / 50 V). Ce dernier est relié aux barres se situant de part et d'autre de l'échantillon grâce à des connecteurs électriques. La température est mesurée via un thermocouple inséré dans un trou non débouchant dans la matrice ou par une mesure pyrométrique en surface de la matrice. Le contrôle de la température et la régulation du cycle thermique sont réalisés grâce une interface de contrôle par l'intermédiaire d'un régulateur PID. La Figure II - 3 montre à titre d'exemple un cycle thermique

appliqué à deux matériaux modèles : un conducteur électrique, le cuivre et un isolant électrique, l'alumine.

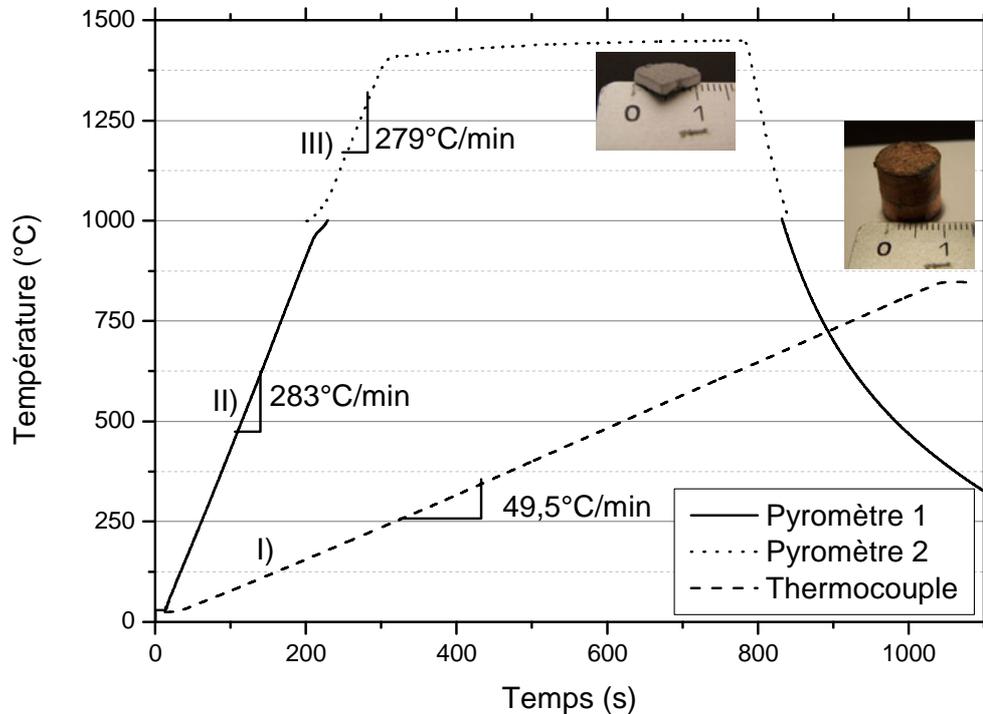


Figure II - 3 : Cycles thermiques appliqués pour I) une poudre de cuivre chauffée à 850°C, 50°C/min, II) et III) d'une poudre d'alumine chauffée à 1450°C, 300°C/min avec 8 min de palier.

Pour les deux matériaux présentés sur la Figure II - 3, les essais ont été réalisés sous vide primaire et sous une pression uniaxiale de 12 MPa. La courbe I) (Figure II - 3) montre qu'il est possible de fritter un matériau conducteur électrique et d'effectuer un contrôle de la température par thermocouple. La reproductibilité du cycle thermique a été étudiée à partir de 3 comprimés auxquels le même cycle thermique a été appliqué. Il a été calculé une vitesse de montée en température moyenne de  $49,5^{\circ}\text{C} \pm 0,1^{\circ}\text{C}/\text{min}$  pour une consigne de 50°C/min. Les courbes II) et III), Figure II - 3 montrent qu'il est possible de fritter un matériau isolant électrique à plus haute température (1450°C), de maintenir l'échantillon un temps donné à cette température et d'effectuer un contrôle de la température par pyromètre. Deux pyromètres sont utilisés pour contrôler la température, le premier ayant une gamme de mesure de 30°C à 1000°C et le second de 1000°C à 3000°C. La transition du pyromètre de contrôle s'effectue à 1000°C et la continuité de la consigne est respectée. Une très faible variation dans la vitesse de montée en température est observée (< 1%).

Les deux cycles thermiques présentés Figure II - 3 illustrent la capacité du DCRS à suivre des consignes de rampes de montée en température sur un domaine large ( $50^{\circ}\text{C}/\text{min} < \text{vitesse} < 300^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ), que ce soit sur des matériaux isolants et conducteurs électriques.

## 2.2.2 Enceinte atmosphérique

La Figure II - 4 présente un plan ainsi qu'une vue de dessus de l'enceinte réactionnelle, sans son couvercle, dans laquelle la poudre est frittée sous atmosphère contrôlée.

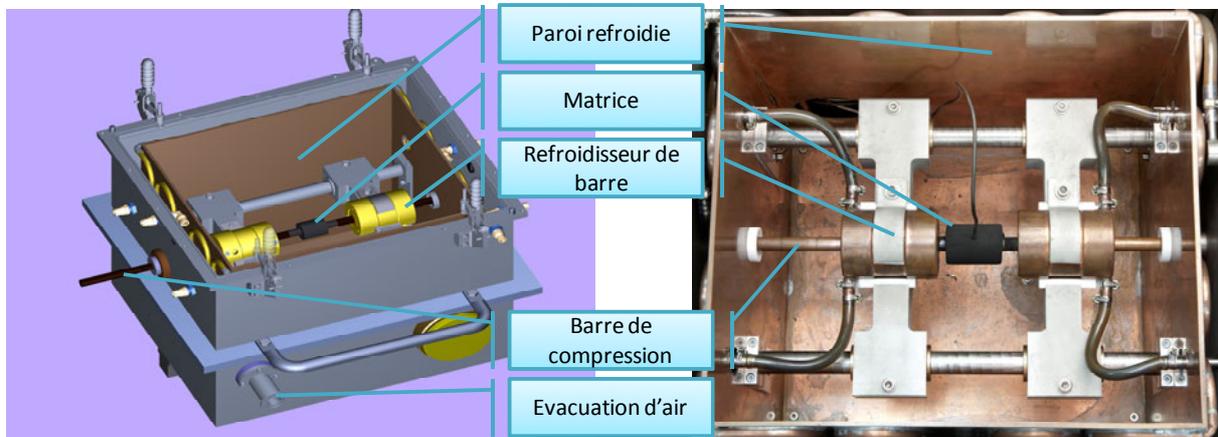


Figure II - 4 : Plan (gauche) et vue de dessus de l'intérieur (droite) de l'enceinte réactionnelle

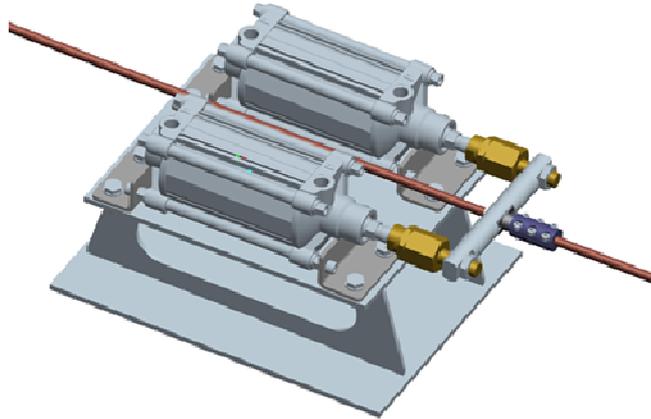
Le cahier des charges est le suivant : contrôle de l'atmosphère de frittage, maîtrise du refroidissement des barres, libre coulissement des barres, travail en toute sécurité.

Le refroidissement des barres est assuré via deux refroidisseurs coulissants dans lesquels circule un circuit d'eau glacée à 10°C et situés à l'extrémité des barres en contact avec la matrice, ce qui permet de confiner le point chaud au centre de l'enceinte. Des refroidisseurs supplémentaires pour les barres sont situés à l'extérieur de l'enceinte réactionnelle entre les connecteurs électriques et l'enceinte, à cause de la résistivité des barres et de la conduction thermique ayant lieu entre l'échantillon chaud et les barres froides.

L'enceinte de frittage a été développée de façon à ce que le contrôle de l'atmosphère interne soit possible une fois le capot fixé sur le support. Il est aussi possible de travailler sous vide dynamique jusqu'à une valeur inférieure au millibar ou sous balayage de gaz (Ar, N<sub>2</sub>...) en légère surpression. Des cycles de vide / remplissage peuvent aussi être envisagés pour purifier l'atmosphère de l'enceinte avant de lancer le cycle de frittage et ainsi éviter l'oxydation.

## 2.2.3 Génération de la pression quasi-statique et de l'impact

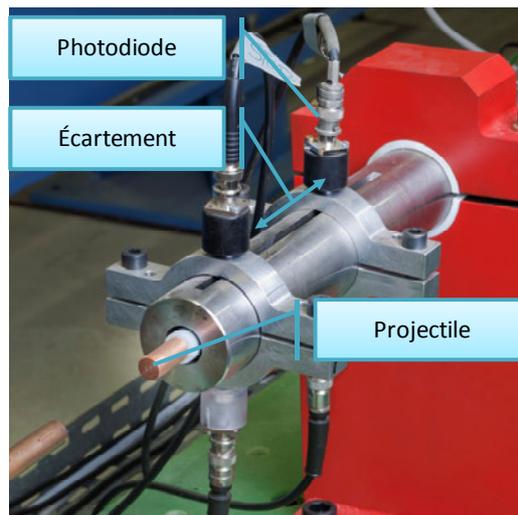
Comme il a été indiqué lors de la description du DCRS, l'extrémité de la barre de sortie est encastrée, contrairement à un dispositif des barres d'Hopkinson classique. Cet encastrement permet d'appliquer la pression quasi-statique comme la pression dynamique. La pression uniaxiale quasi-statique est appliquée via un vérin pneumatique, illustré Figure II - 5.



**Figure II - 5 : Vérin pneumatique permettant l'application de la pression quasi-statique uniaxiale**

Ce vérin est installé sur la barre d'entrée et avant la matrice. Afin d'appliquer la pression sur la barre et donc l'échantillon, le vérin vient en butée sur une bague de serrage fixée sur la barre d'entrée. Lorsque le vérin est activé, une pression quasi-statique uniaxiale est appliquée à l'échantillon. L'application de cette pression a plusieurs objectifs : réaliser le frittage sous charge (Cf. *Chapitre 1*), assurer la précompaction de la poudre et assurer un bon contact électrique entre les barres et la matrice. La valeur de cette pression peut être modifiée au cours du cycle thermique. Les pressions accessibles avec ce vérin, pour un diamètre de barre et d'échantillon de 12 mm se situent entre quelques MPa et une centaine de MPa, valeur limitée par l'utilisation d'outils de frittage en graphite.

La compaction dynamique est réalisée grâce au montage SHPB à l'aide d'un canon à air comprimé. La vitesse du projectile en bout de canon est supposée être constante et est mesurée par 2 photodiodes dont l'écartement est connu. L'extrémité du canon avec le projectile et les photodiodes sont présentés Figure II - 6.



**Figure II - 6 : Extrémité du canon à gaz avec les photodiodes et le projectile**

L'onde élastique de compression créée par l'impact du projectile sur la barre d'entrée, décrite *Chapitre 1*, est à l'origine de la compaction dynamique. La vitesse du projectile et donc la pression créée lors de

l'impact dépend directement de la vitesse du projectile. La pression maximale pouvant être générée dépend de la limite d'élasticité des barres. Dans le cas d'utilisation de barres en cuivre, la vitesse du projectile est limitée à 12 m/s environ ce qui correspond à une contrainte incidente générée à l'impact de 170 MPa environ.

La compaction dynamique peut être réalisée à n'importe quel moment du cycle thermique et peut être réalisée une seule fois ou plusieurs fois. Lors de la réalisation de plusieurs impacts successifs, le temps de rechargement du projectile dans le canon doit être pris en compte. La procédure complète de rechargement prend généralement de l'ordre de 40 secondes à 1 minute.

### 2.2.4 Outils de frittage

Les outils de frittage, matrice et pistons sont le cœur du dispositif DCRS (Figure II - 7).

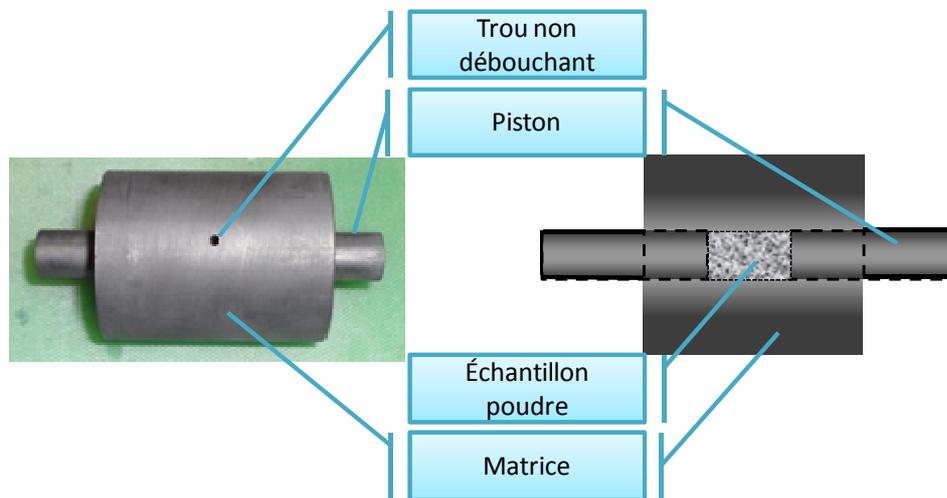


Figure II - 7 : Outils de frittage employés pour la mise en forme

Le matériau choisi pour les outils de frittage est le graphite de nuance 2333 fourni par la société *Mersen*. Ce matériau possède une résistance en température jusqu'à 2200°C et un très faible coefficient d'expansion thermique. De plus, contrairement à la majorité des matériaux, le graphite présente l'avantage d'avoir ses propriétés mécaniques qui augmentent sensiblement avec la température. Un trou non débouchant est percé dans la matrice afin de pouvoir mesurer la température au plus près de l'échantillon par thermocouple ou pyromètre. Le diamètre interne de la matrice et donc de l'échantillon est de 12 mm.

### 2.2.5 Matériau des barres d'Hopkinson

Sur un dispositif SHPB conventionnel, les barres sont généralement choisies dans une nuance d'acier à résistance mécanique et dureté élevées (i.e. acier maraging ou acier rapide S390). Ces propriétés permettent de tester une vaste gamme de matériau tout en évitant les problèmes de déformation plastique aux extrémités ou de flambage des barres. Cependant, la spécificité des barres du procédé

## Chapitre 2 Présentation du procédé DCRS : Dynamic Compaction Resistance Sintering

DCRS étant de chauffer un échantillon par l'intermédiaire d'un fort courant électrique via les barres de compression, une réflexion a été menée sur le choix d'un matériau alternatif.

Le cahier des charges est le suivant :

- **Résistance mécanique élevée** : les barres doivent pouvoir être chargées de façon quasi-statique ou dynamique sans flamber. De plus, les problèmes de déformation plastique aux extrémités doivent être minimisés.
- **Conductivité électrique élevée** : les barres doivent être conductrices pour pouvoir amener le courant à l'échantillon. De plus, lors du passage du courant, il peut y avoir un échauffement des barres si elles ont une conductivité électrique faible. Il faut donc que les barres possèdent une conductivité électrique élevée et que leurs propriétés physiques (mécaniques, thermiques et électriques) soient stables lors d'une élévation éventuelle de température.

La première série de barres utilisée a été un alliage constitué d'un cuivre avec renfort d'oxyde nanométrique stabilisant la microstructure jusqu'à 900°C (ECKA Discup C3/30, Figure II - 8). Malgré les bonnes propriétés électriques et la stabilité en température de cet alliage, ses propriétés mécaniques étaient trop faibles pour appliquer des chargements dynamiques importants (vitesse d'impact limitée à 15 m/s, correspondant à  $\approx 200$  MPa selon le projectile utilisé).

Une deuxième série de barres a été envisagée. L'accent a été mis sur le compromis conductivité électrique / résistance mécanique, en tenant aussi compte de la stabilité thermique. En conséquence, le choix s'est porté sur les alliages de cuivre. Le diagramme d'Ashby montrant les propriétés mécaniques en fonction des propriétés électrique pour les alliages de cuivre est présenté Figure II - 8

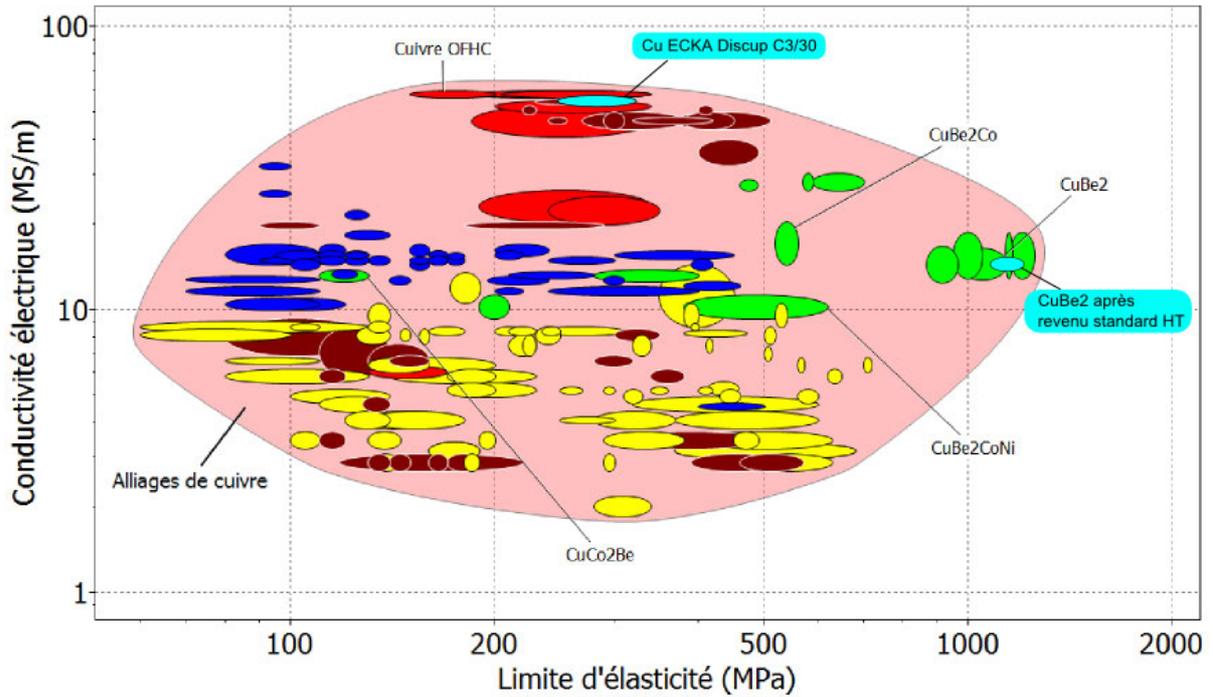


Figure II - 8 : Diagramme d'Ashby représentant la conductivité électrique en fonction de la limite d'élasticité à 20°C pour les alliages de cuivre. La famille des alliages cuivre-béryllium est représentée en vert, les laitons en bleu foncé, les bronzes en jaune, les cuivres purs en rouge et les autres alliages en marron

Sur cette figure se détache très clairement la famille d'alliages de cuivre au béryllium (en vert). Ce sont les seuls alliages de cuivre présentant à la fois une bonne assez conductivité électrique ( $> 10$  MS/m) couplée à une limite d'élasticité pouvant être proche du GPa. Cette famille de matériau a donc été choisie pour déterminer le matériau de la deuxième génération de barres. Plus précisément, c'est l'alliage de cuivre Cu-2 wt% Be après traitement standard HT (écrouissage + revenu) (Figure II - 8) qui a été retenu.

Les propriétés physiques des premières et deuxièmes séries de barres sont récapitulées Tableau II - 1.

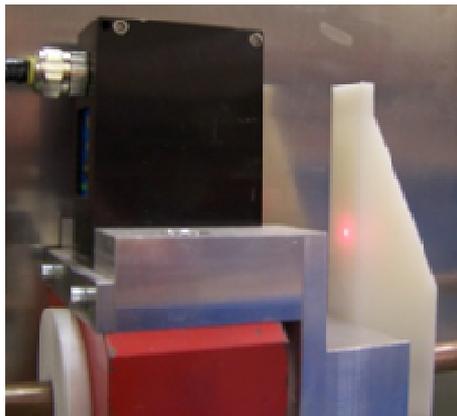
	Matériau	Re (MPa)	Rp (MPa)	$\sigma$ (%IACS)	Allongement A50 (%)	Dureté (Hv)	Densité (g/cm <sup>3</sup> )
1 <sup>ère</sup> série	Cu ECKA	300-	360-	88-91	15-20	120-135	8,70
	Discup C3/30	340	400				
2 <sup>ème</sup> série	Cu-2 wt% Be après revenu standard HT	1130-1420	1310-1520	21-28	1	380-450	8,25

Tableau II - 1 : Propriétés physiques des matériaux des barres

L'utilisation des barres en Cu-2 wt% Be a permis de multiplier la limite d'élasticité par 4 au détriment de la conductivité électrique, qui a été divisée par 3. L'échauffement supplémentaire des barres dû à l'augmentation de leur résistivité électrique a été limité en intégrant sur le dispositif des refroidisseurs supplémentaires de part et d'autre de l'enceinte. Des mesures thermiques effectuées sur les barres lors d'essais de chauffe ont montré que la température des barres en sortie d'enceinte atmosphérique ne dépassait pas 50°C, ce qui modifie peu leurs propriétés mécaniques.

### **2.2.6 Mesure du retrait lors du frittage**

La diminution de volume de l'échantillon au cours du frittage est mesurée grâce à un capteur laser qui suit le déplacement de la barre au cours du traitement thermique. Dans une matrice, le diamètre de l'échantillon reste constant. La densification est donc directement liée au retrait axial, déterminée grâce à une mesure au laser réalisée par un capteur micrométrique, installé sur un support fixe (Figure II - 9).



**Figure II - 9 : Capteur micrométrique dans son support et réflecteur fixé sur la barre d'entrée**

Le retrait de l'échantillon durant le cycle thermomécanique est mesuré grâce à un réflecteur, fixé sur la barre d'entrée et se déplaçant en même temps que celle-ci. La précision de mesure de déplacement de ce capteur est  $\pm 0,5 \mu\text{m}$  (20 fois plus précis que sur le système de frittage FAST de référence FCT HPD 125). Une mesure de déplacement enregistrée lors d'un cycle thermomécanique est illustré Figure II - 10

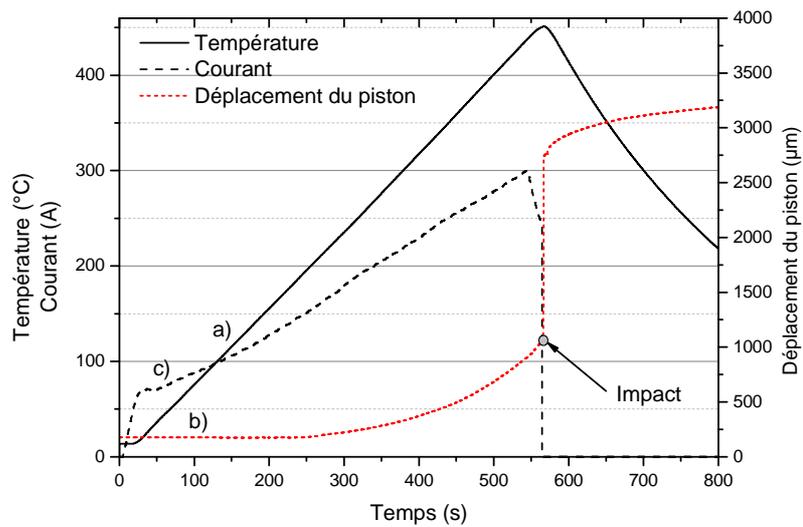


Figure II - 10 : a) Température, b) courant et c) déplacement du piston pour la poudre de cuivre chauffée à 450°C et impactée à cette température

Il s'agit d'un cycle thermique appliqué sur de la poudre de cuivre chauffée à 450°C, 50°C/min, sous vide et suivi d'un impact à 12 m/s à cette température. Une pression quasi-statique de 12 MPa a été appliquée durant l'essai. Les évolutions temporelles de la température (Figure II - 10 a)), du courant (Figure II - 10 c)) et du retrait (Figure II - 10 b)) sont enregistrées lors de l'essai. Après un temps bref (quelques secondes) à 450°C, le courant est coupé et le projectile est lancé, provoquant le déplacement brutal de l'échantillon mesuré par le capteur micrométrique (Figure II - 10 b)). La compaction dynamique provoquée par l'impact provoque la densification de l'échantillon par la réorganisation des poudres. La Figure II - 10 montre que (i) l'impact se produit rapidement, (ii) il est possible de mesurer précisément son effet sur la hauteur de poudre comprimée (si la compression radiale est négligée), (iii) que le courant est coupé immédiatement avant l'impact pour éviter tout risque d'arc électrique.

## 2.3 Bilan

Le procédé DCRS, développé durant cette thèse, offre un large gamme de choix dans les paramètres thermiques, mécaniques ou atmosphériques comme le montre la Figure II - 11.

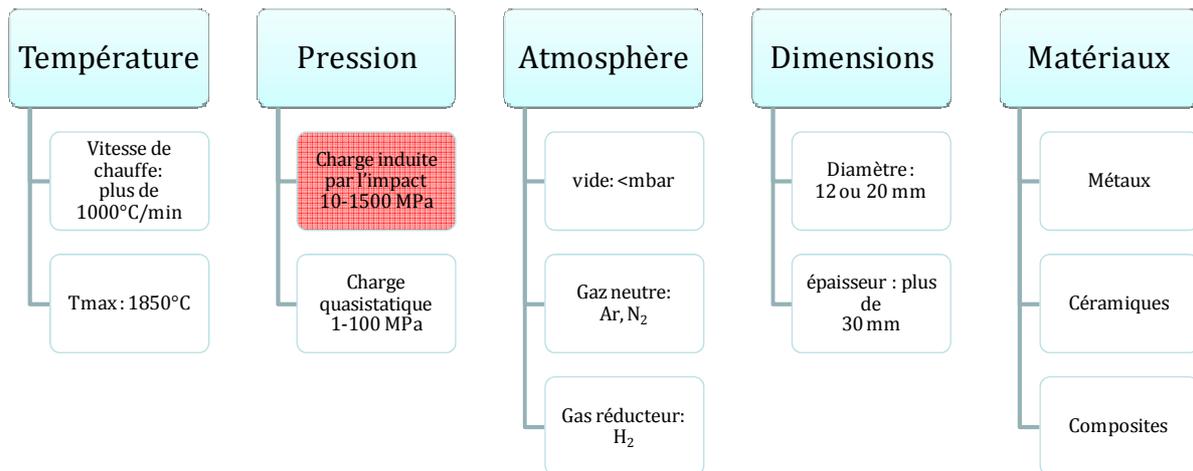


Figure II - 11 : Paramètres du DCRS

Grâce à l'automatisation du procédé, les paramètres thermiques sont contrôlés de manière précise et reproductible. Il est possible de chauffer des matériaux à des températures pouvant atteindre 2000°C et avec des vitesses de chauffe pouvant atteindre 1000°C/min.

Durant le cycle thermique, une pression uniaxiale quasi-statique est appliquée sur l'échantillon. Cette pression, comme sur les dispositifs de frittage FAST, peut atteindre 100 MPa, voire plus si des outillages plus résistants mécaniquement que le graphite sont utilisés. La différence fondamentale par rapport aux dispositifs de frittage FAST est la possibilité d'appliquer en plus une ou plusieurs compactations dynamiques durant le cycle thermique. Ces pressions instantanées engendrées à l'impact peuvent dépasser le GPa.

Le développement de l'enceinte réactionnelle permet de contrôler l'atmosphère lors du frittage, que ce soit un vide primaire (< mbar) ou une atmosphère contrôlée (Ar, N<sub>2</sub>...). Cette enceinte permet aussi le confinement du point chaud (la matrice contenant l'échantillon).

Les échantillons consolidés par DCRS sont des cylindres dont le diamètre est celui des barres (et de la matrice), c'est-à-dire 12 mm actuellement. Le système est prévu pour pouvoir accueillir des barres de 20 mm en cas de scale-up du procédé. Enfin, plusieurs types de matériaux ont été consolidés par DCRS : des métaux (Cu, Ni, Mo) comme des céramiques (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Cela démontre les possibilités offertes par le DCRS en termes de mise en forme de matériaux pulvérulents.

**CHAPITRE 3 ESTIMATION DE L'ENERGIE STOCKEE LORS  
D'UN IMPACT**

### **3.1 Introduction**

Le dispositif DCRS permet d'appliquer à un matériau pulvérulent un cycle thermique couplé à une sollicitation dynamique. Lors de la réalisation d'un impact, une partie de l'énergie mécanique transmise au matériau y reste stockée sous forme de défauts cristallins. L'évaluation de cette énergie, en fonction des paramètres de sollicitation dynamique, permettrait une maîtrise plus fine du procédé afin d'adapter les cycles mécaniques en fonction des matériaux étudiés.

Une solution pour accéder à cette énergie stockée est l'exploitation de la courbe contrainte-déformation du matériau obtenue par traitement des signaux de déformation, décrits dans le *chapitre 1*. Cependant, il a été montré au *chapitre 2* que le dispositif DCRS diffère d'un dispositif SHPB classique par sa configuration (matériau contenu dans une matrice en graphite entre deux pistons graphite), l'hétérogénéité des milieux solides traversés et l'état des matériaux étudiés (pulvérulent), perturbant les signaux de déformation. De plus la sollicitation dynamique est réalisée en température ce qui modifie le comportement des matériaux.

L'objectif de ce chapitre est d'estimer la possibilité d'accéder à l'énergie de déformation lors d'un essai de compaction dynamique sur le dispositif DCRS avec un traitement des signaux approprié, dans le cas où l'échantillon entre les barres est massif. Pour déterminer les perturbations des signaux de déformation engendrées par les modifications apportées au dispositif par rapport à un SHPB classique, une approche numérique permettant de prendre en compte la propagation des ondes est mise en place puis est comparée à des résultats expérimentaux.

### **3.2 Stockage de l'énergie lors de la déformation plastique**

Lorsqu'un matériau est déformé de façon plastique, une partie de l'énergie utilisée pour la déformation reste stockée dans le matériau, l'autre partie de cette énergie étant dissipée sous forme de chaleur [65, 100, 101]. Pour un matériau polycristallin, l'énergie stockée lors de la déformation plastique peut être séparée en deux composantes : l'énergie du champ de contrainte liée à la déformation homogène et celle liée à la déformation non homogène [100] (Figure III - 1)

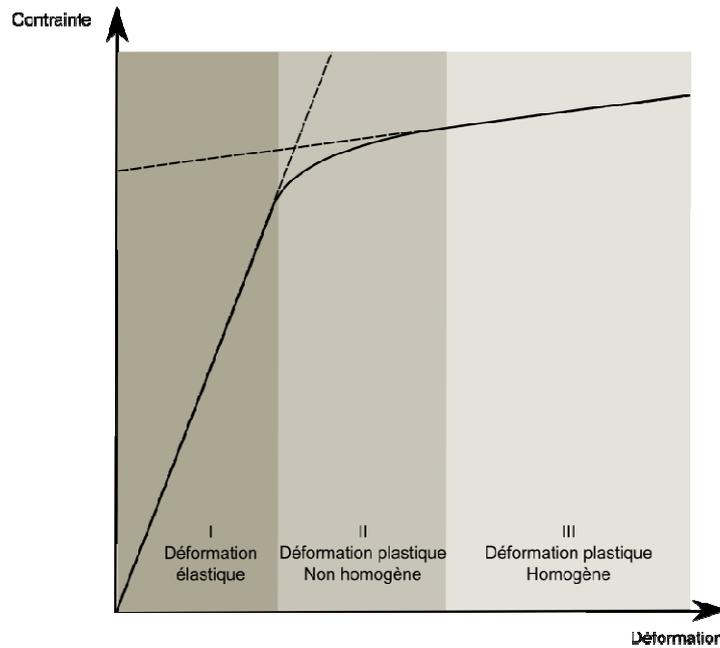


Figure III - 1 : les stades de la déformation d'un matériau

Une première hypothèse consiste à dire qu'une partie de l'énergie de déformation reste stockée dans le matériau sous forme de dislocations. Ces dislocations peuvent être de deux sortes : dislocations géométriquement nécessaires (GND - Geometrically Necessary Dislocations) dans le cas de la déformation plastique non homogène et dislocations statistiquement nécessaires (SND - Statistically Necessary Dislocations) dans le cas de la déformation plastique homogène [100]. Ces dislocations sont le moteur de transformations microstructurales activées thermiquement comme la restauration ou la recristallisation [102].

Connaissant le comportement mécanique du matériau lors de sa déformation, il est possible d'évaluer l'énergie stockée dans le matériau à partir de sa courbe contrainte-déformation [65, 100]. Oliferuk [100] utilise l'intégrale de la courbe contrainte déformation pour estimer l'énergie stockée durant la déformation plastique sous formes de GND dans la zone de la déformation plastique non homogène, connaissant la chaleur dissipée lors de cette déformation. Cependant, sa méthode présente l'inconvénient de ne pas prendre en compte les SND dans ses calculs, c'est-à-dire la partie de la déformation plastique homogène, ce qui conduit à une sous-estimation des valeurs théoriques par rapport aux résultats expérimentaux.

Une autre approche pour déterminer l'énergie stockée d'un matériau polycristallin, employée par Rusinek [65], est de comparer deux hypothèses : (i) l'énergie est stockée par accumulations de dislocations, (ii) l'énergie est accumulée sous forme de micro-contraintes internes.

Dans les deux cas, l'énergie stockée  $W_S(\epsilon_p)$  est reliée à la réciproque du travail plastique  $W_P(\epsilon_p) = \int \sigma(\epsilon_p) d\epsilon_p$ , qui est l'intégration de la contrainte sur le domaine de déformation plastique (Eq. (III-1)).

$$\beta = 1 - \frac{W_S(\varepsilon_p)}{W_P(\varepsilon_p)} \quad (\text{III-1})$$

Dans cette équation,  $\beta$  est le coefficient de Quinney-Taylor et représente la fraction de travail plastique converti en chaleur. En supposant un matériau avec un écrouissage de forme parabolique (typique d'un métal),  $\sigma = B\varepsilon_p^n$ , l'énergie stockée  $W_S(\varepsilon_p)$  peut s'écrire sous la forme suivante (Eq. (III-2)) [65] :

$$W_S(\varepsilon_p) = (1 - \beta) \frac{\varepsilon_p^{1-n}}{B(1+n)} \quad (\text{III-2})$$

Il est donc possible, connaissant la loi de comportement du matériau déformé et le coefficient de Quinney-Taylor, de calculer l'énergie stockée dans le matériau.

La courbe de comportement du matériau est essentielle à l'estimation de l'énergie stockée lors de la déformation. Si lors d'un essai de compression dynamique par l'intermédiaire d'un dispositif SHPB, il est possible d'obtenir cette courbe par traitement des signaux (*Cf. Chapitre 1*), il n'en est pas de même avec le dispositif DCRS. En effet, l'utilisation de barres en cuivre, l'encastrement de la barre de sortie, les pistons en graphite situés entre les barres de compaction et l'échantillon pulvérulent et enfin les essais pouvant être réalisés à haute température compliquent l'exploitation des résultats [99]. Il a donc été nécessaire d'étudier la propagation des ondes obtenues dans le dispositif DCRS afin de valider si, à partir des signaux de déformation enregistrés, il était possible d'obtenir la courbe de comportement du matériau et accéder à l'énergie stockée lors de sa déformation.

### **3.3 Analyse de la propagation des ondes dans le DCRS**

Afin d'étudier la propagation des ondes dans le dispositif DCRS, un modèle numérique a été développé sur la base d'un dispositif SHPB classique avec le logiciel Ansys Autodyn. Ce modèle a ensuite été modifié, étape par étape, afin de se rapprocher des caractéristiques du dispositif DCRS. Tout d'abord, il a été vérifié l'effet de l'encastrement de la barre de sortie sur la perturbation de la propagation des ondes élastique. Ensuite, l'effet de l'addition des pistons graphite dans le système a été considérée en deux étapes : (i) l'effet d'un seul piston, puis (ii) de l'insertion de deux pistons graphite entre l'échantillon massif et les barres. Enfin, le modèle numérique a été confronté aux résultats expérimentaux conduits en parallèle [103]. Toutes les simulations et expériences ont été réalisées sur des matériaux massifs car les matériaux poreux ou granulaires sont difficiles à modéliser, leurs propriétés évoluant rapidement avec leur degré de densification [63, 79, 86, 104, 105].

### 3.3.1 Configuration classique avec encastrement de la barre de sortie

Afin d'étudier l'effet de l'encastrement de la barre de sortie sur la propagation des ondes élastiques dans le dispositif DCRS, la réponse d'un échantillon massif d'aluminium est simulée selon les conditions rassemblées Figure III - 2.

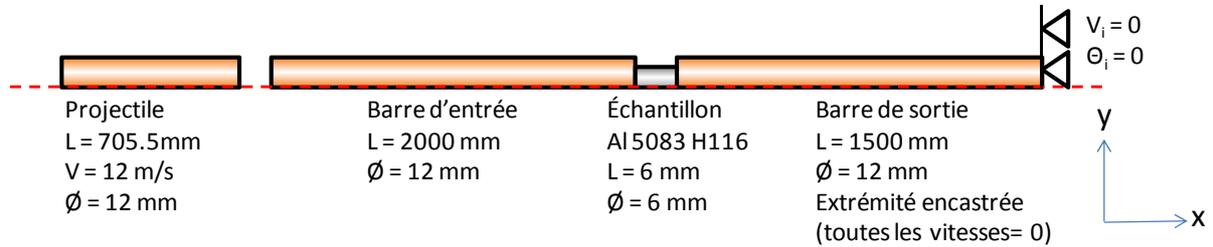


Figure III - 2 : Conditions initiales pour la simulation numérique de la propagation d'ondes élastiques dans un système barres en cuivre et échantillon en aluminium

Un modèle 2D axisymétrique a été employé pour réduire le temps de calcul, considérant la propagation d'ondes planes. Un coefficient de friction nul a été considéré entre les barres et l'échantillon, la frottement rajoutant une contrainte supplémentaire [106]. Deux jauges virtuelles ont été définies sur le maillage, une sur la barre d'entrée et l'autre sur la barre de sortie, pour mesurer la propagation des ondes élastiques.

Le temps de chargement  $t_{contact}$ , ainsi que l'intensité de la déformation incidente  $\varepsilon_i$  sont définis par les équations (III-3),(III-4) :

$$t_{contact} = \frac{2L_p}{C_0} \quad (III-3)$$

$$\varepsilon_i = \frac{\rho V C_0}{2E} \quad (III-4)$$

Où  $L_p$  représente la longueur du projectile,  $C_0 = \sqrt{\frac{E}{\rho}}$  la célérité de l'onde élastique,  $\rho$  la densité des barres,  $V$  la vitesse du projectile et  $E$  le module d'Young des barres. Un projectile de longueur  $L_p = 705,5 \text{ mm}$  a été définie et sa vitesse d'impact fixée à  $V = 12 \text{ m/s}$ .

Les propriétés physiques et mécaniques utilisées pour simuler le comportement élastique des barres et du projectile sont données Tableau III - 1.

$\rho$ (Kg/m <sup>3</sup> )	$E$ (GPa)	$\nu$ (-)
8960	123.33	0.33

Tableau III - 1 : Propriétés mécaniques et caractéristiques physiques utilisées pour les barres et le projectile en cuivre

### Chapitre 3 : Estimation de l'énergie stockée lors d'un impact

Les valeurs calculées à partir des équations (III-3)-(III-4) ont été comparées aux résultats de la simulation Figure III - 3.

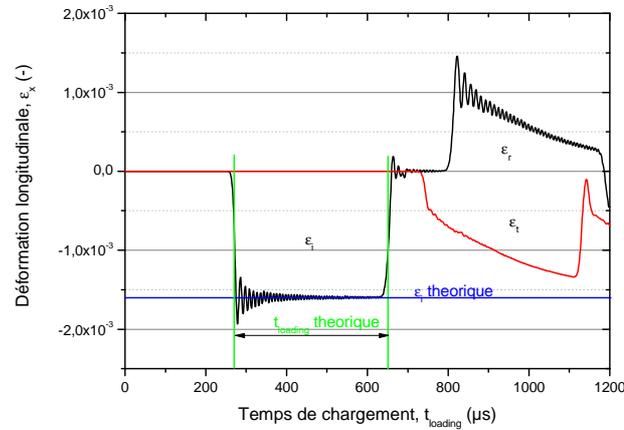


Figure III - 3 : Ondes élastiques obtenues par la simulation numérique

Les signaux des ondes élastiques obtenus par simulation sont en accord avec le temps de chargement théorique  $t_{contact}$ , ainsi que la valeur de déformation incidente théorique  $\varepsilon_i$  calculée à partir des équations (III-3)-(III-4). Les ondes réfléchies  $\varepsilon_r$  et transmises  $\varepsilon_t$  sont également représentées Figure III - 3. En supposant que l'équilibre des forces est atteint, alors  $\varepsilon_i + \varepsilon_r = \varepsilon_t$ . Grace à la théorie de la propagation des ondes élastiques dans un dispositif SHPB présentée dans le *chapitre 1*, la vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}$ , la déformation  $\varepsilon$  ainsi que la contrainte  $\sigma$  imposées à l'échantillon sont définies selon les équations (III-5)-(III-7) :

$$\dot{\varepsilon}(t) = \frac{2C_0\varepsilon_r(t)}{L_p} \quad (III-5)$$

$$\sigma(t) = \frac{A_b E \varepsilon_t(t)}{A_s} \quad (III-6)$$

$$\varepsilon(t) = \frac{2c_0}{l_0} \int_0^t \varepsilon_r(t) dt \quad (III-7)$$

Où  $A_b$  est le diamètre des barres,  $A_s$  le diamètre initial de l'échantillon et  $l_0$  la hauteur initiale de l'échantillon.

La loi de comportement de Johnson-Cook a été utilisée pour définir le comportement plastique de l'échantillon. Afin de simplifier le problème, les hypothèses suivantes ont été envisagées : non sensibilité à la vitesse de déformation ( $C = 0$ ) et déformation isotherme réalisée à la température de référence ( $T = T_0 = 300$  K). A partir de ces hypothèses, la loi de Johnson-Cook ne prenant plus en compte que l'écroutissage, devient (Equation (III-8)) :

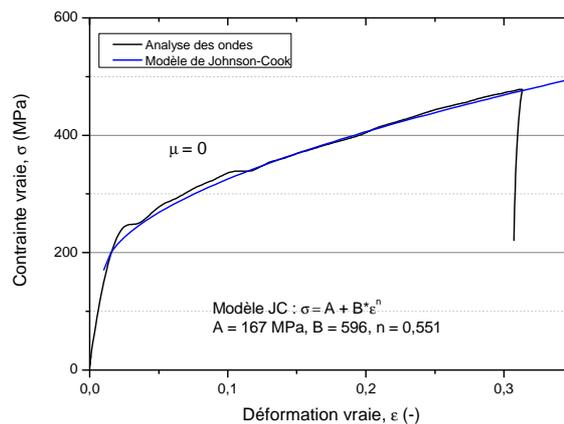
$$\sigma_y = A + B(\varepsilon_p)^n \quad (\text{III-8})$$

Avec  $\sigma_y$  la contrainte équivalente,  $\varepsilon_p$  la déformation plastique équivalente,  $A$  la limite d'élasticité,  $B$  une constante et  $n$  le coefficient d'écroûissage. L'alliage d'aluminium Al 5083 H116, dont les paramètres de Johnson-Cook sont définis dans le Tableau III - 2, a été pris comme matériau de référence pour la simulation numérique.

A (MPa)	B (MPa)	n (-)
167	596	0.551

**Tableau III - 2 : Paramètres de l'équation de Johnson-Cook de l'aluminium 5083 H116 avec les hypothèses C=0 et T=T<sub>0</sub>=300 K [107]**

La loi de comportement de Johnson-Cook (équation (III-8)) a été comparée aux résultats obtenus par calcul à partir des équations (III-5)-(III-7) (Figure III - 4).



**Figure III - 4 : Comparaison entre la courbe calculée contrainte vraie - déformation vraie et le modèle de Johnson-Cook**

Le comportement plastique de l'aluminium 5083 H116, obtenu par simulation, est en accord avec les calculs de propagation des ondes élastiques obtenus à partir des équations (III-5)-(III-7). L'encastrement de la barre de sortie n'a pas d'influence sur la propagation des ondes élastiques et ces dernières peuvent donc être analysées de façon directe (équations (III-5)-(III-7)).

Afin de chauffer l'échantillon pulvérulent par effet Joule grâce au procédé DCRS, des outils de frittage en graphite, pistons et matrice, ont été utilisés [99]. Le graphite, utilisé pour le chauffage par effet Joule perturbe la propagation des ondes car il crée une rupture d'impédance mécanique. Afin d'analyser l'influence du graphite sur la propagation des ondes élastiques, l'introduction d'un seul piston sera étudiée dans un premier temps et suivie de l'étude de l'influence de la configuration où deux pistons graphite sont insérés de part et d'autre de l'échantillon.

### 3.3.2 Déformation d'un piston graphite

Afin d'étudier l'effet de l'insertion d'un piston graphite sur la propagation des ondes élastiques dans le dispositif DCRS, les mêmes conditions de simulation que précédemment ont été utilisées à la différence près que l'échantillon d'aluminium est remplacé par un piston graphite possédant un comportement élastique pur. La configuration adoptée est donnée Figure III - 5.

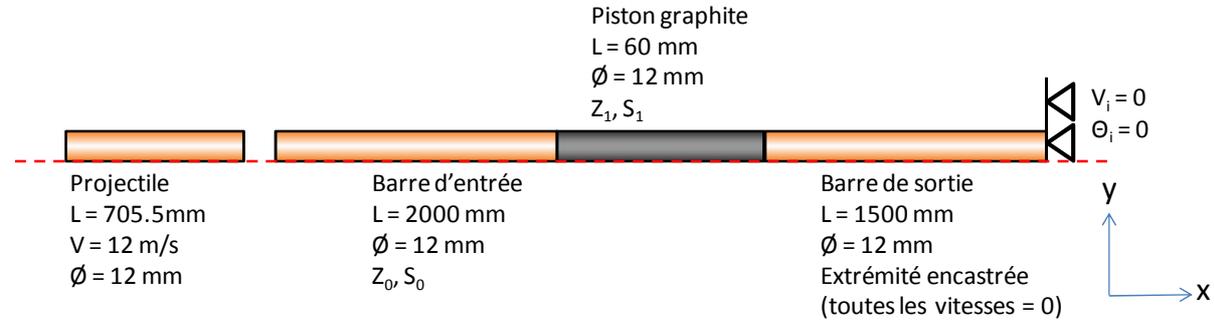


Figure III - 5 : Conditions initiales pour la simulation numérique de propagation des ondes élastiques dans un système avec barres en cuivre et piston graphite.

Les propriétés mécaniques et caractéristiques du cuivre sont celles rassemblées Tableau III - 1, tandis que celles du graphite sont données Tableau III - 3.

$\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )	E (GPa)	$\nu$ (-)
1860	30	0.35

Tableau III - 3 : Propriétés mécaniques et caractéristiques physiques du graphite

Les propriétés mécaniques du graphite étant différentes de celles du cuivre, l'impédance mécanique  $Z_{mech}$  est définie, équation (III-9), afin de pouvoir étudier la propagation de l'onde élastique aux interfaces de contact entre les deux matériaux.

$$Z_{mec} = \rho * C_0 \quad (III-9)$$

Les célérités d'ondes élastiques ainsi que les impédances mécaniques pour le cuivre et le graphite sont données Tableau III - 4.

$C_0^{Cu}$ (m/s)	$C_0^{Graphite}$ (m/s)	$Z_{mec}^{Cu}$ (MPa.s.m <sup>-1</sup> )	$Z_{mec}^{Graphite}$ (MPa.s.m <sup>-1</sup> )
3710	4016	33.24	7.47

Tableau III - 4 : Célérités d'ondes et impédances mécaniques du graphite et du cuivre

### Chapitre 3 : Estimation de l'énergie stockée lors d'un impact

La différence d'impédance mécanique entre le cuivre et le graphite est importante et provoque une rupture d'impédance mécanique aux interfaces de contact. Les contraintes réfléchie  $\sigma_R$  et transmise  $\sigma_T$  peuvent être définies en fonction de l'onde incidente  $\sigma_I$  selon les équations (III-10)-(III-13).

$$\sigma_T = \alpha_{T(0 \rightarrow 1)} * \sigma_I \quad (\text{III-10})$$

$$\sigma_R = \alpha_{R(0 \rightarrow 1)} * \sigma_I \quad (\text{III-11})$$

Avec

$$\alpha_{T(0 \rightarrow 1)} = \frac{2 * Z_1 * S_0}{Z_1 * S_1 + Z_0 * S_0} \quad (\text{III-12})$$

$$\alpha_{R(0 \rightarrow 1)} = \frac{Z_1 * S_1 - Z_0 * S_0}{Z_1 * S_1 + Z_0 * S_0} \quad (\text{III-13})$$

Avec  $Z_0$  l'impédance mécanique et  $S_0$  la section de propagation d'onde dans la barre de cuivre et  $Z_1$  l'impédance mécanique et  $S_1$  la section de propagation d'onde dans le piston graphite. En supposant que l'équilibre des forces est atteint, les déformations transmise et réfléchie sont données par les équations (III-14) et (III-15).

$$\varepsilon_T = \alpha_{T(0 \rightarrow 1)} * \varepsilon_I \quad (\text{III-14})$$

$$\varepsilon_R = \alpha_{R(0 \rightarrow 1)} * \varepsilon_I \quad (\text{III-15})$$

Les section des barres en cuivre et des pistons graphite étant les mêmes, les équations (III-12),(III-13) peuvent être simplifiées.

$$\alpha_{T(0 \rightarrow 1)} = \frac{2 * Z_1}{Z_1 + Z_0} \quad (\text{III-16})$$

$$\alpha_{R(0 \rightarrow 1)} = \frac{Z_1 - Z_0}{Z_1 + Z_0} \quad (\text{III-17})$$

Les résultats de la simulation numérique de propagation des ondes pour un essai de compaction dynamique à l'aide du dispositif SHPB avec un piston graphite placé entre les barres de compaction sont présentés Figure III - 6 (en pointillés) et comparés avec les résultats calculés à partir des équations (III-3), (III-4), (III-14), (III-15) (traits pleins).

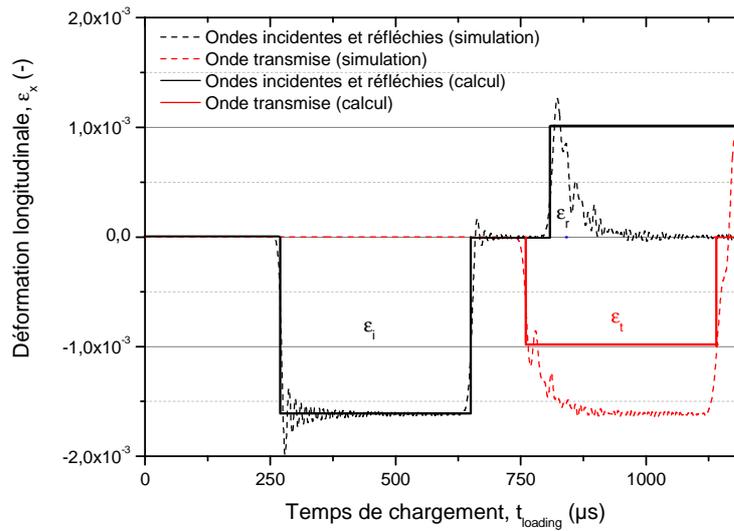


Figure III - 6 : Comparaison des ondes élastiques obtenues par simulation numérique (pointillés) et par calcul (traits pleins) du comportement d'un piston graphite.

Pour l'onde élastique incidente, les valeurs obtenues par simulation numérique sont en accord avec les valeurs calculées. En revanche, concernant les ondes réfléchies et transmises, seule la valeur initiale calculée est identique aux résultats de simulation. Cette différence vient du fait que le temps de chargement observé sur les résultats de simulation est très court. En effet, pour un échantillon long ( $L_0 \gg 10 \text{ mm}$ ), le temps de chargement de l'onde dans l'échantillon ne peut plus être considéré comme négligeable comme dans le cas d'un essai de compression avec le dispositif SHPB pour un échantillon court. Le temps de chargement associé à un échantillon long peut être défini selon l'équation (III-18).

$$t_{contact}^{échantillon} = 2 * \frac{L_{échantillon}}{C_{échantillon}} \quad (\text{III-18})$$

Le diagramme de Lagrange (temps - distance) associé à ce cas de figure est présenté Figure III - 7

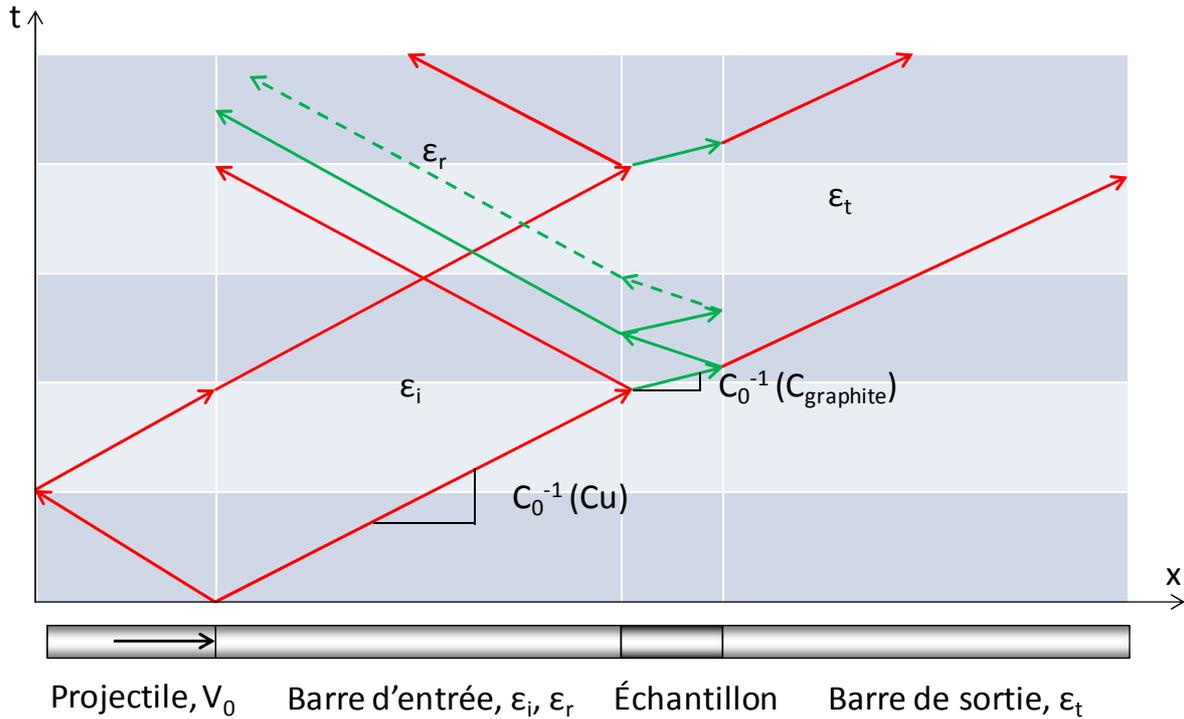


Figure III - 7 : Diagramme de Lagrange de la propagation des ondes élastiques dans un échantillon "long"

À partir des équations (III-3) et (III-18), il est proposé que la différence de célérité des ondes entre les barres et l'échantillon, couplée au fait que l'échantillon soit long, amène à de multiples réflexions d'ondes aux interfaces barre d'entrée/graphite et graphite/barre de sortie. Afin de vérifier ces hypothèses, une étude paramétrique a été menée en faisant varier la longueur de l'échantillon et la célérité des ondes dans celui-ci.

Selon l'équation (III-18), l'allongement de l'échantillon conduit à augmenter son temps de chargement. La longueur de l'échantillon graphite a donc été modifiée dans une gamme allant de 6 mm à 240 mm. Les résultats sont présentés Figure III - 8.

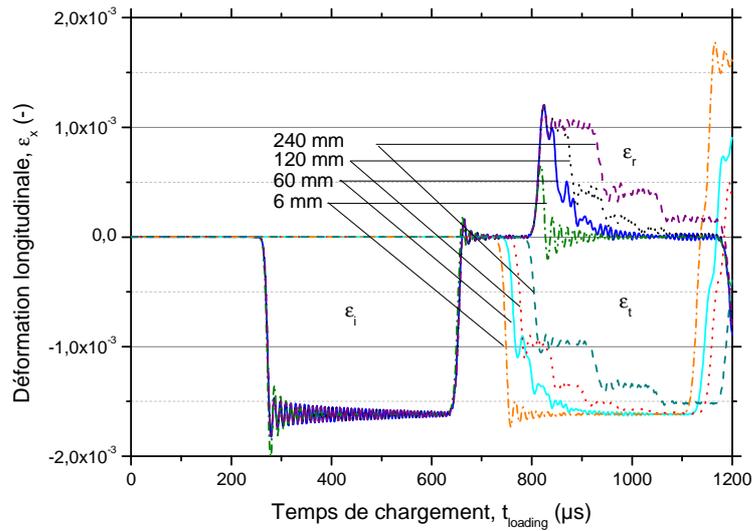


Figure III - 8 : Influence de la longueur de l'échantillon sur la propagation des ondes élastiques

Plus la longueur de l'échantillon est élevée, plus la propagation des ondes est perturbée. Un échantillon "petit" (6 mm) aura un temps de chargement faible, donc une faible incidence sur la transmission de l'onde. Au contraire, pour une longueur d'échantillon plus importante, l'onde se propage en "paliers", avec un temps de "palier" égal au temps de chargement de l'onde dans l'échantillon (équation (III-18)).

Selon l'équation (III-18), augmenter la valeur de la célérité d'onde élastique dans l'échantillon (en modifiant la densité par exemple) conduit à réduire son temps de chargement. L'influence de la valeur de la célérité dans l'échantillon graphite a été testée dans une gamme allant de 1700 m/s à 6100 m/s (Figure III - 9).

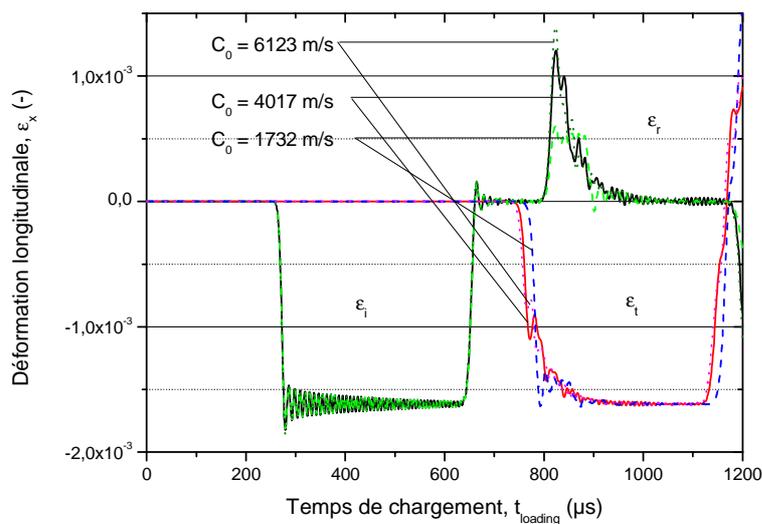
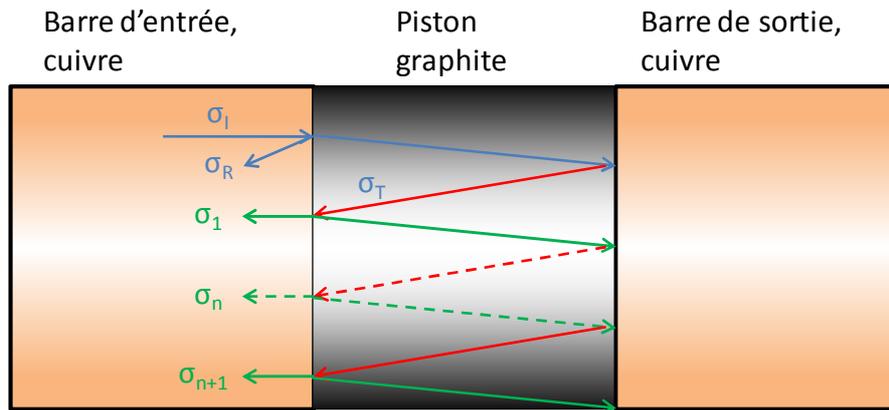


Figure III - 9 : Effet de la valeur de  $C_0$  sur la propagation des ondes élastiques

La perturbation devient importante seulement pour de faibles célérités d'onde, c'est-à-dire lorsque celle-ci est fortement ralentie dans l'échantillon. Modifier la célérité de l'onde dans l'échantillon graphite perturbe donc moins la propagation des ondes que modifier sa longueur.

Pour confirmer cette hypothèse, de multiples réflexions - transmissions d'onde dans l'échantillon aux interfaces entre le cuivre et le graphite doivent être prises en compte, comme expliqué schématiquement Figure III - 10.



**Figure III - 10 : Réflexion des ondes élastiques dans l'échantillon graphite**

Quand la contrainte incidente ( $\sigma_I$ ), sous forme d'onde élastique, arrive à l'interface barre d'entrée cuivre / échantillon graphite, une partie de cette onde est réfléchie ( $\sigma_R$ ) et l'autre partie est transmise ( $\sigma_T$ ), selon les équations (III-10)-(III-13). L'onde transmise  $\sigma_T$  subit de nouveau un phénomène de réflexion/transmission à l'interface graphite / barre de sortie cuivre puis à l'interface graphite / barre d'entrée cuivre. Le graphite agit ici comme un "piège" à ondes. Ces multiples réflexions/transmissions donnent naissance à des contraintes supplémentaires  $\sigma_1$  à  $\sigma_n$  qui viennent s'ajouter à la contrainte réfléchie  $\sigma_R$  dans la barre d'entrée. Chaque onde  $\sigma_n$  vient s'ajouter à l'onde réfléchie  $\sigma_R$  après avoir fait un aller-retour dans l'échantillon, donc après un temps  $t_{contact}^{échantillon}$  décrit par l'équation (III-16). Le même phénomène se produit dans la barre de sortie avec l'onde transmise. Pour l'onde réfléchie, la contrainte globale enregistrée par les jauges de déformation est décrite par les équations (III-19)-(III-22).

### Chapitre 3 : Estimation de l'énergie stockée lors d'un impact

$$\sigma_{\text{réfléchié}} = \sigma_R \text{ pour } 0 \leq t \leq 2 * \frac{L_{\text{specimen}}}{C_{\text{specimen}}} \quad (\text{III-19})$$

$$\sigma_{\text{réfléchié}} = \sigma_R + \sigma_1 \text{ pour } 2 * \frac{L_{\text{specimen}}}{C_{\text{specimen}}} \leq t \leq 4 * \frac{L_{\text{specimen}}}{C_{\text{specimen}}} \quad (\text{III-20})$$

$$\sigma_{\text{réfléchié}} = \sigma_R + \sigma_1 + \dots + \sigma_n \text{ pour } 2n * \frac{L_{\text{specimen}}}{C_{\text{specimen}}} \leq t \leq (2n + 2) * \frac{L_{\text{specimen}}}{C_{\text{specimen}}} \quad (\text{III-21})$$

$$\sigma_{\text{réfléchié}} = 0 \text{ pour } t \geq 2 * \frac{L_P}{C_0} \quad (\text{III-22})$$

L'indice n représente le nombre additionnel d'ondes réfléchies dans la barre d'entrée. Les coefficients  $\sigma_R$  et  $\sigma_n$  peuvent être calculés, équations (III-23)-(III-27).

$$\sigma_R = \alpha_{r(\text{Cu} \rightarrow \text{C}_{\text{graphite}})} * \sigma_I \quad (\text{III-23})$$

$$\sigma_R = \left[ \frac{Z_{\text{C}_{\text{graphite}}} - Z_{\text{Cu}}}{Z_{\text{C}_{\text{graphite}}} + Z_{\text{Cu}}} \right] * \sigma_I \quad (\text{III-24})$$

Et pour  $n \geq 1$  :

$$\sigma_n = \left[ \alpha_{T(\text{C}_{\text{graphite}} \rightarrow \text{Cu})} * \left[ \alpha_{R(\text{C}_{\text{graphite}} \rightarrow \text{Cu})} \right]^{2n-1} * \alpha_{T(\text{Cu} \rightarrow \text{C}_{\text{graphite}})} \right] * \sigma_I \quad (\text{III-25})$$

$$\sigma_n = \left[ \frac{2 * Z_{\text{Cu}}}{Z_{\text{C}_{\text{graphite}}} + Z_{\text{Cu}}} * \left[ \frac{Z_{\text{Cu}} - Z_{\text{C}_{\text{graphite}}}}{Z_{\text{Cu}} + Z_{\text{C}_{\text{graphite}}}} \right]^{2n-1} * \frac{2 * Z_{\text{C}_{\text{graphite}}}}{Z_{\text{C}_{\text{graphite}}} + Z_{\text{Cu}}} \right] * \sigma_I \quad (\text{III-26})$$

Les valeurs de  $\sigma_R$  et de  $\sigma_1$  à  $\sigma_6$  pour un échantillon graphite de 60 mm sont rassemblées dans le Tableau III - 5.

	Contrainte (* $\sigma_I$ )	Contrainte cumulée (* $\sigma_I$ )
$\sigma_R$	-0,63	-0,63
$\sigma_1$	0,38	-0,25
$\sigma_2$	0,15	-0,10
$\sigma_3$	0,06	-0,04
$\sigma_4$	0,02	-0,02
$\sigma_5$	0,01	-0,01
$\sigma_6$	0,00	0,00

Tableau III - 5 : Valeurs des contraintes calculées et valeurs des contrainte cumulée des coefficients  $\sigma_R$  et  $\sigma_1$  à  $\sigma_6$

Les valeurs des deux premières contraintes additionnelles  $\sigma_1$  et  $\sigma_2$  sont respectivement 60% (0,38/0,63) et 25% (0,15/0,63) de la valeur de l'onde réfléchie  $\sigma_R$ . Ces contraintes additionnelles doivent donc être prises en compte dans les calculs de valeur des ondes réfléchie et transmise (Figure III - 11).

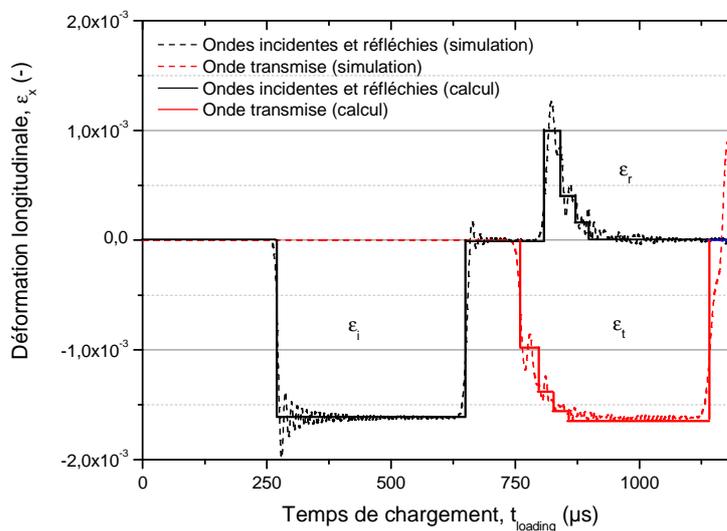


Figure III - 11 : Comparaison des ondes élastiques obtenues par simulation numérique (pointillés) et par calcul (traits pleins) du comportement d'un piston graphite, en tenant compte des réflexions additionnelles.

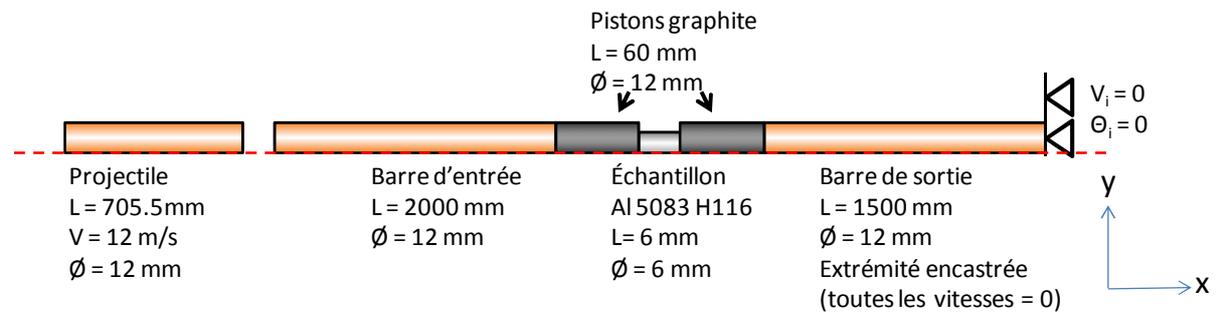
Les ondes réfléchies et transmises calculées en tenant compte des contraintes additionnelles reflètent les résultats obtenus par simulation numérique et permettent d'expliquer les profils d'onde obtenus.

Ces contraintes additionnelles sont dues à la longueur importante de l'échantillon et à la rupture d'impédance mécanique au niveau des barres et de l'échantillon.

L'influence de l'insertion d'un piston graphite entre les barres de compaction en cuivre étant maintenant connu, le paragraphe suivant va être consacré à l'étude du comportement d'un échantillon d'aluminium entre deux pistons en graphite, eux-mêmes entre des barres de compaction en cuivre.

### 3.3.3 Réponse d'un échantillon massif en aluminium entre 2 pistons graphite

Afin de se rapprocher au plus près du cas du dispositif DCRS, une combinaison des deux cas précédemment étudiés (*paragraphes 3.3.1 et 3.3.2*) a été envisagée afin d'étudier le comportement d'un échantillon d'aluminium entre deux pistons en graphite, entre les barres de compaction en cuivre. Ce cas de figure est représenté schématiquement Figure III - 12.



**Figure III - 12 : Conditions initiales pour la simulation de propagation des ondes élastiques avec les barres en cuivre et un échantillon en aluminium entre 2 pistons graphite**

Les propriétés physiques et mécaniques utilisées pour simuler le comportement du cuivre, du graphite et de l'aluminium ont été présentés Tableau III - 1, Tableau III - 2 et Tableau III - 3. Les résultats de simulation numérique pour la configuration échantillon + pistons graphite sont présentés Figure III - 13 (pointillés) et comparés aux résultats obtenus précédemment sans les pistons graphite (cas de la configuration classique) Figure III - 3 (trait plein).

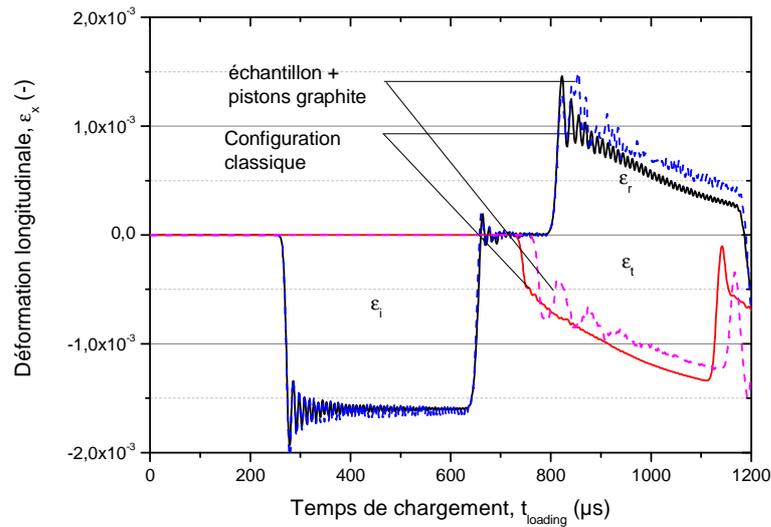


Figure III - 13 : Comparaison des ondes élastiques obtenues par simulation numérique pour la configuration échantillon + pistons graphite (pointillés) et comparaison à la configuration classique (traits pleins).

Comparé à la propagation d'ondes dans la configuration classique du dispositif SHPB, l'ajout de pistons graphite entre les barres et l'échantillon produit un décalage des ondes réfléchies et transmises à la fois en amplitude et au niveau des temps caractéristiques. Le décalage temporel de l'onde transmise s'explique par le temps additionnel de propagation de l'onde dans les pistons par rapport à la configuration classique. Les décalages en amplitude des ondes réfléchies et transmises sont associés aux coefficients de réflexion et transmission de cette configuration, qui sont différents de ceux de la configuration classique.

En supposant que  $\epsilon_i + \epsilon_r = \epsilon_t$  dans la configuration classique, l'insertion de pistons graphite entre les barres et l'échantillon modifie les signaux réfléchis et transmis tel que  $\epsilon_i + (1 + \lambda)\epsilon_r = \lambda\epsilon_t$ , avec  $\lambda$  un paramètre dépendant de la configuration. Ce coefficient peut être déterminé graphiquement et est donné par l'équation (III-27).

$$\lambda = \frac{\epsilon_T (\text{configuration classique})}{\epsilon_T (\text{échantillon+pistons graphite})} \quad (\text{III-27})$$

Le coefficient  $\lambda$  est défini comme le rapport de valeur de l'onde transmise dans le cas de la configuration classique sur la valeur de l'onde transmise dans le cas où des pistons graphite sont insérés entre les barres de compaction et l'échantillon. À partir de la Figure III - 13, le coefficient  $\lambda$  a été évalué graphiquement tel que  $\lambda$  vaut 0,88. Il est alors possible d'appliquer ce coefficient correctif aux ondes réfléchies et transmises pour le cas où l'échantillon est inséré entre 2 pistons en graphite (Figure III - 14).

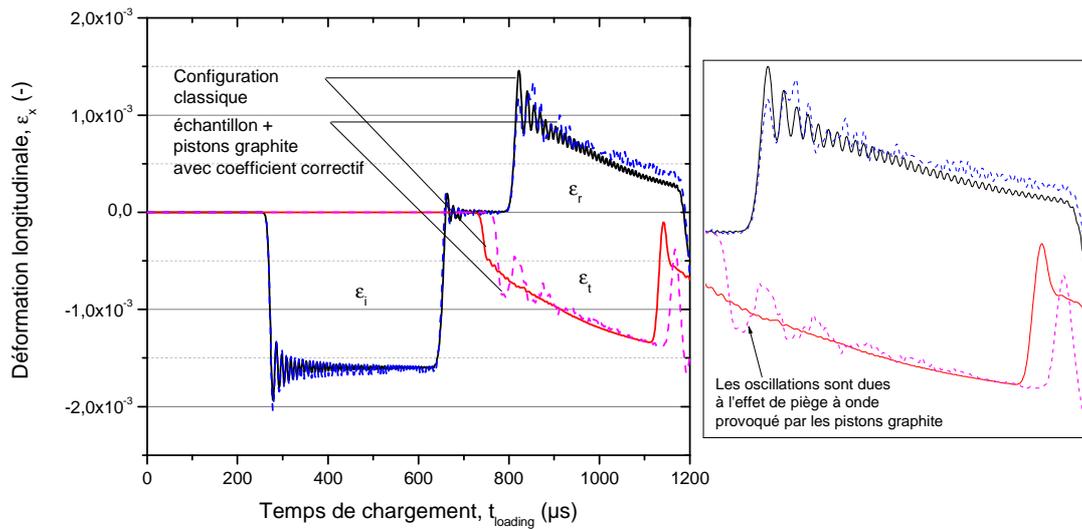


Figure III - 14 : Comparaison des ondes élastiques obtenues par simulation numérique pour la configuration échantillon + pistons graphite avec l'application du coefficient correctif (pointillés) et comparaison à la configuration classique (traits pleins).

En appliquant le coefficient correctif aux ondes réfléchies et transmises, les résultats obtenus sont plus proches de ceux obtenus avec configuration classique. La présence d'oscillations dans l'onde transmise est due au phénomène de piégeage d'onde dû au graphite et évoqué *paragraphe 3.3.2* (multiples réflexion/transmissions aux interfaces cuivre/graphite). Afin de déterminer comment varie le coefficient  $\lambda$  en fonction de la nature du matériau inséré entre les barres de compaction et les pistons graphite, les comportements de 3 matériaux différents ont été simulés. Les paramètres de réponse mécanique de ces matériaux sont présentés dans le Tableau III - 6

	A (MPa)	B (MPa)	n (-)
<b>Matériau 1</b>	167	596	0.551
<b>Matériau 2</b>	100	596	0.551
<b>Matériau 3</b>	167	400	0.551

Tableau III - 6 : Paramètres de Johnson-Cook pour les 3 matériaux étudiés

Les trois matériaux étudiés sont des aluminiums dont les paramètres de Johnson-Cook ont été modifiés de manière arbitraire et présentant donc des réponses mécaniques différentes pour une même sollicitation dynamique. Pour ces 3 matériaux, le coefficient  $\lambda$  a été déterminé graphiquement à partir des courbes de propagation des ondes et de l'équation (III-27). Les résultats sont donnés Tableau III - 7.

	$\lambda (-)$
Matériau 1	0,879
Matériau 2	0,889
Matériau 3	0,886

Tableau III - 7 : Coefficient  $\lambda$  calculé pour les 3 matériaux étudiés (équation (27))

Les coefficients déterminés graphiquement sont similaires quelque soit les paramètres du matériau inséré entre les pistons graphite et les barres en cuivre. Ce coefficient est donc un paramètre structural relativement indépendant du matériau inséré mais dépendant de la configuration employée (diamètre et longueur des pistons).

Afin de suivre l'influence des paramètres de configuration, une étude paramétrique a été réalisée lors de laquelle la longueur des pistons graphite a été modifiée (Figure III - 15).

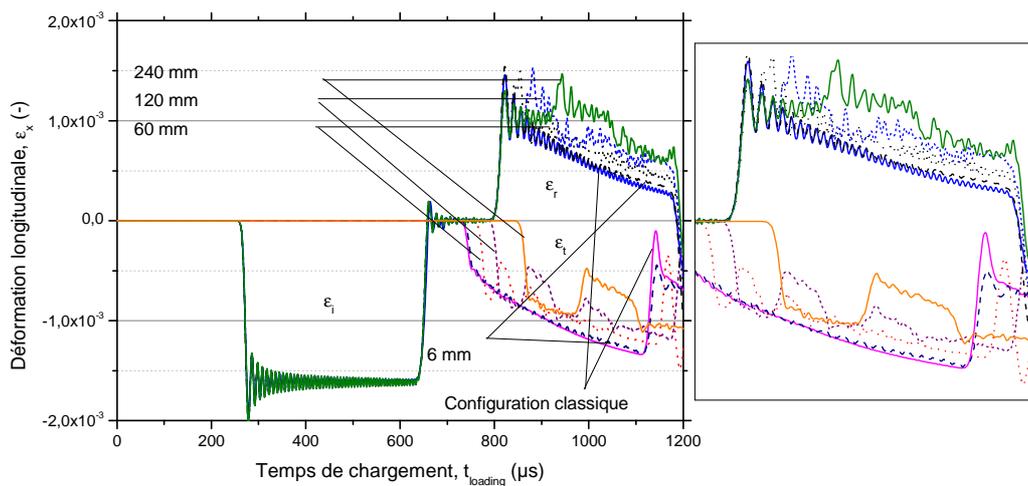


Figure III - 15 : Influence de la longueur des pistons graphite sur la propagation des ondes élastiques.

Plus la longueur des pistons est élevée, plus la propagation des ondes est perturbée. Un petit piston (6 mm) aura un temps de chargement faible qui engendrera de faibles modifications des ondes réfléchies et transmises. Au contraire, pour des pistons longs (> 6 mm), l'onde se propage en paliers, avec un temps de palier étant égal au temps de chargement de l'onde dans le piston. Ces variations de propagation des ondes réfléchies et transmises avec la longueur des pistons modifient le coefficient correctif  $\lambda$ .

Afin d'expliquer ce phénomène, la propagation des ondes dans le système cuivre/graphite/aluminium a été étudiée. Un schéma explicatif est proposé Figure III - 16.

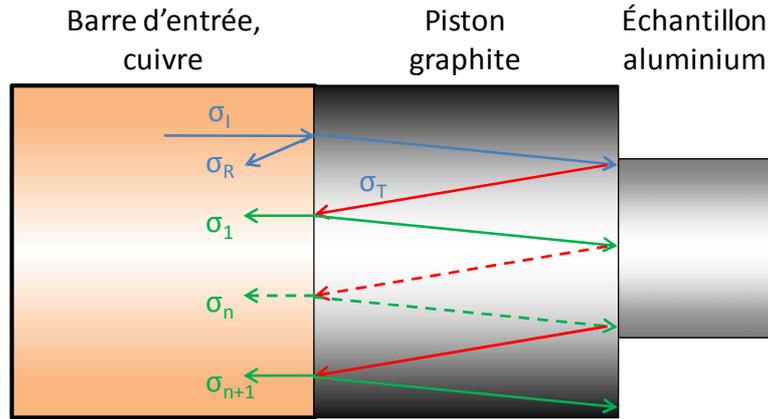


Figure III - 16 : propagation d'une onde incidente dans le système cuivre / graphite / aluminium

La propagation des ondes décrite Figure III - 16 est similaire à celle présentée Figure III - 10. A l'interface barre d'entrée / échantillon graphite, la contrainte incidente ( $\sigma_I$ ), sous forme d'onde élastique, est partiellement réfléchi ( $\sigma_R$ ) et transmise ( $\sigma_T$ ), selon les équations (III-10)-(III-13). L'onde transmise  $\sigma_T$  subit de nouveau un phénomène de réflexion/transmission aux interfaces graphite / aluminium puis graphite / cuivre. Les multiples réflexions/transmissions donnent naissance à des contraintes supplémentaires  $\sigma_1$  à  $\sigma_n$  qui s'ajoutent à la contrainte réfléchi  $\sigma_R$  dans la barre d'entrée. Ainsi, chaque onde  $\sigma_n$  vient en plus de l'onde réfléchi  $\sigma_R$  après avoir fait un aller-retour dans l'échantillon, soit après un temps  $t_{contact}^{échantillon}$  décrit par l'équation (III-16). Le même phénomène se produit dans la barre de sortie à partir de l'onde transmise. Pour l'onde réfléchi, la contrainte globale enregistrée par les jauges de déformation est décrite par les équations (III-19)-(III-22).

$$\sigma_{réfléchi} = \sigma_R \text{ for } 0 \leq t \leq 2 * \frac{L_{specimen}}{C_{specimen}} \quad (\text{III-19})$$

$$\sigma_{réfléchi} = \sigma_R + \sigma_1 \text{ for } 2 * \frac{L_{specimen}}{C_{specimen}} \leq t \leq 4 * \frac{L_{specimen}}{C_{specimen}} \quad (\text{III-20})$$

$$\sigma_{réfléchi} = \sigma_R + \sigma_1 + \dots + \sigma_n \text{ for } 2n * \frac{L_{specimen}}{C_{specimen}} \leq t \leq (2n + 2) * \frac{L_{specimen}}{C_{specimen}} \quad (\text{III-21})$$

$$\sigma_{réfléchi} = 0 \text{ for } t \geq 2 * \frac{L_P}{C_0} \quad (\text{III-22})$$

L'indice n représente le nombre additionnel d'ondes réfléchies dans la barre d'entrée. Les coefficients  $\sigma_R$  et  $\sigma_n$  peuvent être calculés, équations (III-28)-(III-31).

$$\sigma_R = \alpha_{r(Cu \rightarrow C_{graphite})} * \sigma_I \quad (III-28)$$

$$\sigma_R = \left[ \frac{Z_{C_{graphite}} - Z_{Cu}}{Z_{C_{graphite}} + Z_{Cu}} \right] * \sigma_I \quad (III-29)$$

Et pour  $n \geq 1$  :

$$\sigma_n = \left[ \alpha_{T(C_{graphite} \rightarrow Cu)} * \left[ \alpha_{R(C_{graphite} \rightarrow Al)} \right]^n * \left[ \alpha_{R(C_{graphite} \rightarrow Cu)} \right]^{n-1} * \alpha_{T(Cu \rightarrow C_{graphite})} \right] * \sigma_I \quad (III-30)$$

$$\sigma_n = \left[ \frac{2 * Z_{Cu}}{Z_{C_{graphite}} + Z_{Cu}} * \left[ \frac{Z_{Al} * S_{Al} - Z_{C_{graphite}} * S_{C_{graphite}}}{Z_{Al} * S_{Al} + Z_{C_{graphite}} * S_{C_{graphite}}} \right]^n * \left[ \frac{Z_{Cu} - Z_{C_{graphite}}}{Z_{Cu} + Z_{C_{graphite}}} \right]^{n-1} * \frac{2 * Z_{C_{graphite}}}{Z_{C_{graphite}} + Z_{Cu}} \right] * \sigma_I \quad (III-31)$$

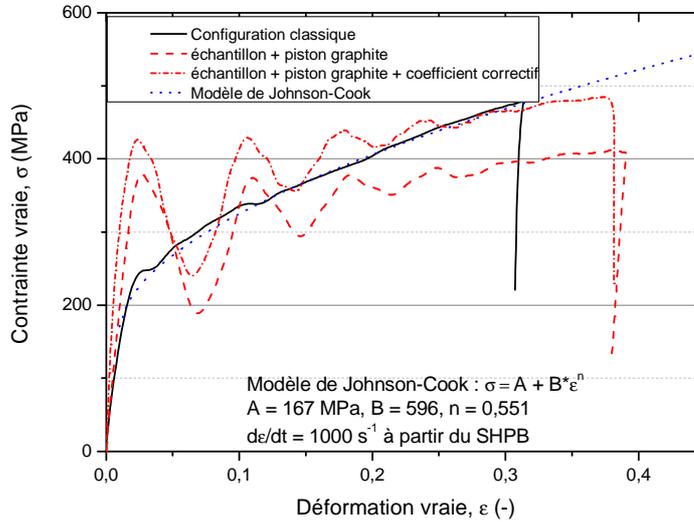
Les valeurs  $\sigma_R$  et  $\sigma_1$  à  $\sigma_4$  pour un échantillon graphite de 60 mm, ainsi que la comparaison avec la valeur  $\sigma_R$  dans le cas d'une configuration classique sont rassemblées dans le Tableau III - 8 et peuvent aider à expliquer l'origine de la perturbation des signaux observés (oscillations).

	Contrainte (* $\sigma_I$ )	Contrainte cumulée (* $\sigma_I$ )	Contrainte (configuration classique) (* $\sigma_I$ )
$\sigma_R$	-0,63	-0,63	-0,81
$\sigma_1$	-0,22	-0,86	
$\sigma_2$	0,05	-0,80	
$\sigma_3$	-0,01	-0,82	
$\sigma_4$	0,00	-0,81	

**Tableau III - 8 : Valeurs de contrainte et contraintes cumulées des coefficients  $\sigma_R$  et  $\sigma_1$  à  $\sigma_4$  et comparaison avec la contrainte pour la configuration classique**

Pour un piston de 60 mm, l'onde oscille autour de sa valeur d'équilibre et l'atteint dès la deuxième réflexion additionnelle  $\sigma_2$ . Cependant, cette description n'explique pas la variation de  $\lambda$  avec la modification de la longueur des pistons.

Les signaux bruts et corrigés sont tout d'abord analysés de manière directe et comparés au modèle de Johnson-Cook (équation (III-8)) puis aux signaux issus de la reconstruction des ondes (équations (III-5)-(III-7)), Figure III - 17.



**Figure III - 17 : Comparaison des courbes contraintes-déformation pour la configuration classique, la configuration échantillon + pistons graphite, la même configuration avec application du coefficient correctif  $\lambda$  et le modèle de Johnson-Cook.**

Pour la configuration échantillon + pistons en graphite, après application du coefficient correctif et reconstruction des ondes, la courbe contrainte-déformation déterminée par le calcul est similaire à celle obtenue pour la configuration classique, aux oscillations près. A partir d'un simple traitement du signal par méthode graphique et de détermination d'un coefficient correctif, il est possible de corriger l'effet induit par les pistons en graphite de comportement purement élastique et par conséquent de déterminer le comportement mécanique du matériau entre les barres et les pistons..

L'objectif de l'étude de la propagation des ondes dans le dispositif DCRS étant d'avoir accès à l'énergie stockée dans le matériau, une approche énergétique passant par le travail plastique  $W_p$  peut être envisagée, équation (III-32).

$$W_p = \Omega \int_0^{\varepsilon_{max}^p} \sigma \cdot d\varepsilon \tag{III-32}$$

Avec  $\Omega$  le volume spécifique,  $\varepsilon_{max}^p$  la valeur de déformation plastique maximale. Les courbes contrainte déformation présentées Figure III - 17 peuvent être intégrées et l'analyse des ondes effectuée au niveau du travail plastique (Figure III - 18).

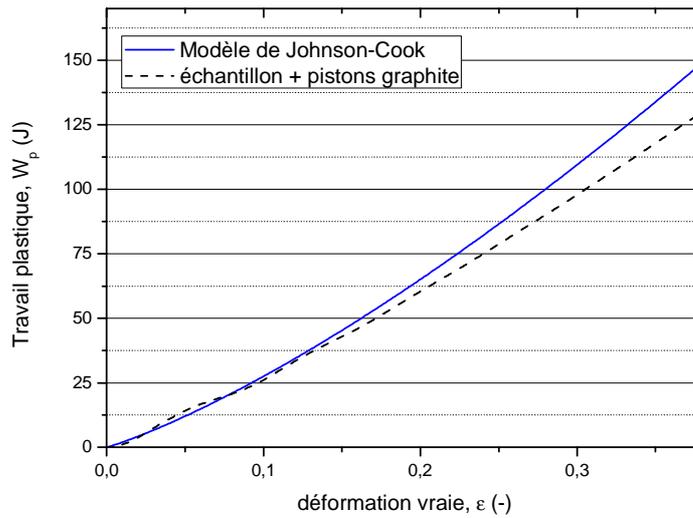


Figure III - 18 : Travail plastique en fonction de la déformation vraie intégré à partir du modèle de Johnson-Cook (trait plein) et à partir de la configuration échantillon + pistons graphite (pointillés)

À partir des courbes présentées Figure III - 18, il est possible de définir une quantité adimensionnelle  $\Lambda$  telle que :

$$\Lambda = \frac{W_{p,graphite}(\varepsilon)}{W_{p,Johnson\ Cook}(\varepsilon)} \quad (III-33)$$

La variation du paramètre  $\Lambda$  avec la valeur de déformation est représentée Figure III - 19.

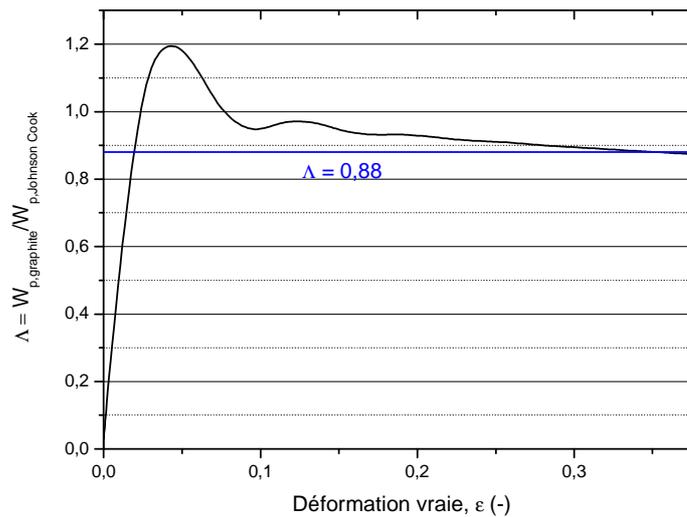


Figure III - 19 : Variation de  $\Lambda$  en fonction de la déformation vraie

Ce paramètre  $\Lambda$  oscille pour de faibles valeurs de déformation et se stabilise rapidement autour d'une valeur limite  $\Lambda = 0,88$ , soit  $\Lambda \approx \lambda$ . Le coefficient déterminé par un rapport de travail plastique  $\Lambda$  est sensiblement le même que le coefficient correctif  $\lambda$  déterminé graphiquement à partir de la propagation des ondes élastiques.

Deux méthodes différentes sont donc disponibles pour corriger les perturbations sur les ondes élastiques induites par l'utilisation de pistons graphite entre les barres et l'échantillon. Il est possible d'éliminer les contributions mécaniques engendrées par les pistons en graphite pour accéder directement au comportement mécanique d'un échantillon dans un système où il est maintenu entre deux pistons en graphite.

### 3.3.4 Résultats expérimentaux et discussion

Afin de vérifier la validité du modèle de correction des perturbations des ondes élastiques induites par l'utilisation de pistons graphite entre les barres et l'échantillon développé dans ce chapitre, une étude expérimentale a été menée avec le procédé DCRS développé par Acquier et al. [99].

Les barres et le projectile sont en cuivre, de diamètre 12 mm. Le projectile présente une longueur de 705,5 mm, la barre d'entrée 2000 mm et la barre de sortie 1500 mm. Des jauges de déformation sont fixées au milieu de la barre d'entrée et de sortie et connectées à un amplificateur avec un gain de 10. Le graphite utilisé dans cette étude présente un taux de porosité de 7 % mais est considéré totalement dense afin de simplifier les calculs. L'échantillon retenu est l'aluminium 5083 H116. Les propriétés mécaniques et caractéristiques du cuivre des barres et du projectile, du graphite des pistons et de l'échantillon aluminium sont données Tableau III - 9.

	$\rho$ (Kg/m <sup>3</sup> )	$E$ (GPa)	$\nu$ (-)
Cuivre	8700	85.7	0.33
Graphite	1860	5	0.35
Aluminium 5083 H116	2650	72	0.33

**Tableau III - 9 : Propriétés mécaniques et caractéristiques physiques des barres de compaction cuivre du dispositif DCRS.**

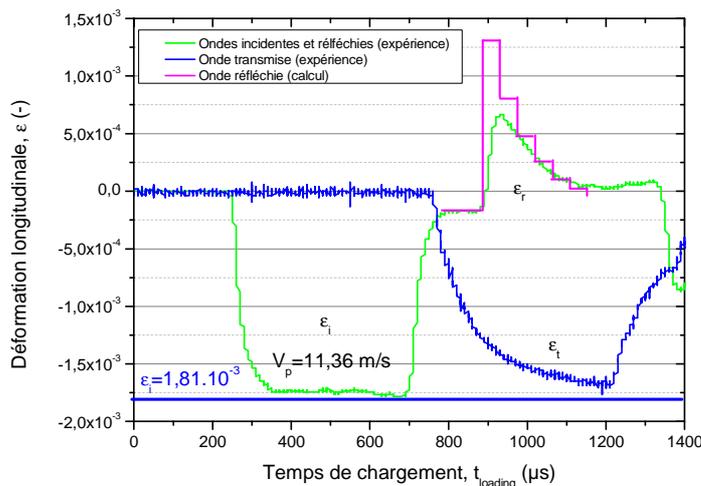
Dans un premier temps, les expériences ont été menées afin d'étudier le comportement d'un piston graphite inséré entre les barres de cuivre. Les résultats ont été comparés à ceux obtenus à partir des équations (III-19)-(III-26).

Ces expériences ont été suivies par l'étude de l'influence de la longueur du pistons sur la propagation des ondes et les résultats ont été comparés à ceux de la Figure III - 8 pour laquelle l'influence de la longueur des pistons graphite a été déterminée par la simulation.

Enfin, le comportement d'un échantillon d'aluminium a été étudié pour plusieurs configurations : configuration classique, ou échantillon inséré entre 2 pistons graphite. Ces configurations ont ensuite été comparées aux calculs à partir des équations (III-19)-(III-22) et (III-28)-(III-31).

Lors de toutes les expériences, les échantillons ont été lubrifiés afin de minimiser le coefficient de friction entre l'échantillon en aluminium et les barres de cuivre ou entre l'échantillon en aluminium et les pistons en graphite.

Le comportement élastique d'un piston en graphite a été étudié lors d'un essai de compaction dynamique avec le dispositif DCRS. Le piston graphite, d'une longueur de 35,15 mm et de diamètre de 11,63 mm, a été inséré entre les deux barres de compaction en cuivre. Le projectile a impacté la barre d'entrée avec une vitesse mesurée de 11,36 m/s. Les signaux obtenus ont été comparés avec ceux calculés à partir des équations (III-19)-(III-26), (Figure III - 20).



**Figure III - 20 : Comparaison des ondes élastiques obtenues expérimentalement (trait plein) et par calcul (pointillés), équations (III-19)-(III-26), du comportement d'un piston graphite**

Les signaux calculés à partir des équations (III-19)-(III-26) sont très similaires aux résultats expérimentaux à l'exception de la première réflexion. Cette dernière n'est que partiellement observée car le temps de montée de l'onde  $T_r$  correspond au temps pour l'onde d'atteindre sa valeur maximale. Le temps de montée peut être estimé par l'équation (III-34) [106].

$$T_r = \bar{\lambda}_{forme\ du\ projectile} \frac{\phi_{bar}}{c_{bar}} \text{ et } \bar{\lambda}_{plat} \approx \frac{5}{2} \quad (III-34)$$

À partir de l'équation (III-34), le temps de montée de l'onde  $T_r$  est estimé à 9,5  $\mu s$ . Le temps de chargement de l'échantillon graphite calculé à partir de l'équation (III-18) est quant à lui de 43  $\mu s$ . Ces deux valeurs étant du même ordre de grandeur, indiquent que l'onde se décharge avant même d'avoir atteint sa valeur maximale. Cela explique pourquoi la première réflexion de l'onde réfléchie mesurée est plus faible que celle obtenue par le calcul.

L'influence de la longueur d'un piston graphite sur la propagation des ondes élastiques a été étudiée lors d'essais de compaction réalisés avec le dispositif DCRS et comparée aux tendances des résultats issus des simulations. Deux longueurs de piston ont été choisies, les deux pistons ayant le même diamètre (11,63 mm) et la vitesse du projectile dans les deux expériences était la même : 11,36 m/s. Les résultats sont présentés Figure III - 21.

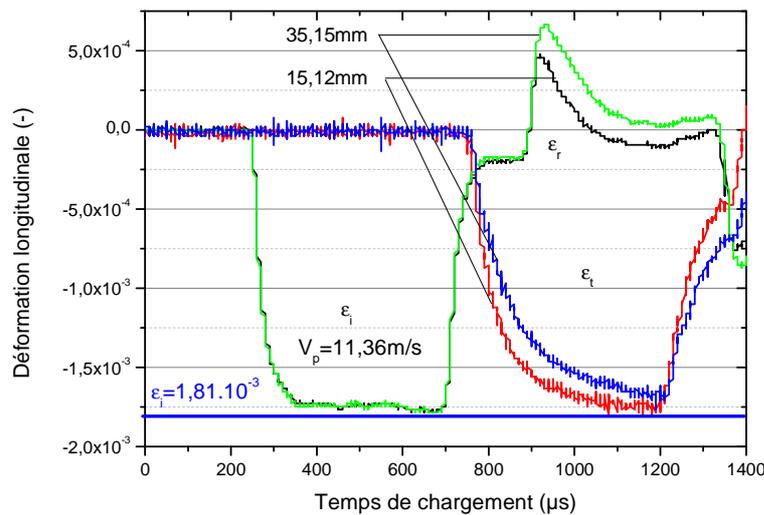


Figure III - 21 : Influence de la longueur de l'échantillon sur la propagation des ondes élastiques pour les résultats expérimentaux.

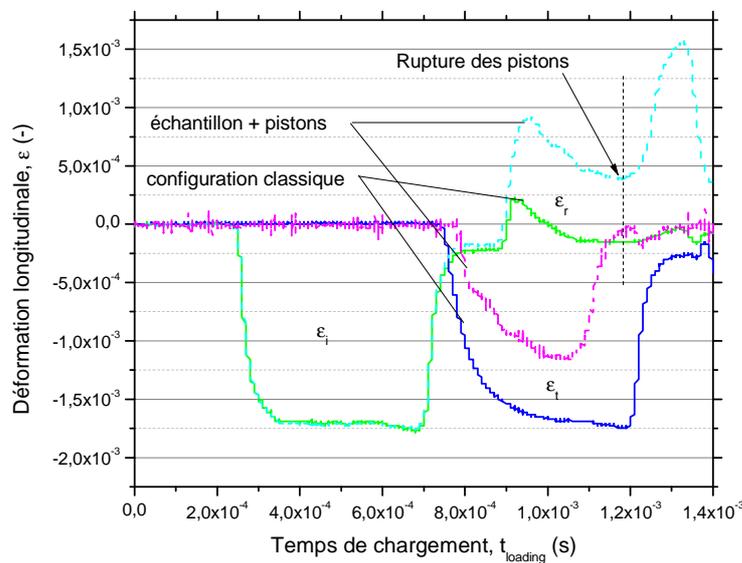
Des évolutions similaires sont observées pour les résultats expérimentaux Figure III - 21 et pour les résultats issus de la simulation numérique Figure III - 8. Plus la longueur du piston est importante, plus les signaux sont perturbés. Il faudra donc, dans la mesure du possible, choisir des pistons de longueur faible pour étudier la propagation des ondes au sein du DCRS.

À partir de ces premiers résultats, le modèle développé lors de l'étude numérique concernant l'introduction d'un échantillon long au comportement purement élastique et de nature totalement différente par rapport aux barres (barres métalliques / échantillon céramique) peut être considéré comme valide. Dans ce modèle, le graphite est un "piège" à ondes, celles-ci subissant de multiples

### Chapitre 3 : Estimation de l'énergie stockée lors d'un impact

réflexions/transmission séparées par un temps  $t_{contact}^{échantillon} = 2 * \frac{L_{échantillon}}{C_{échantillon}}$  aux interfaces cuivre/graphite dues à la rupture d'impédance mécanique entre les matériaux.

Suite à cette étude préliminaire, le comportement plastique d'un échantillon d'aluminium inséré entre deux pistons en graphite eux-mêmes entre les barres de compaction a été étudié expérimentalement et comparé aux résultats obtenus par la configuration classique. L'aluminium 5083 H116 a été retenu comme échantillon. Les résultats expérimentaux ont ensuite été comparés aux résultats calculés à partir des équations (III-19)-(III-22), (III-28)-(III-31). L'échantillon a été choisi avec un ratio  $L/D = 0,5$  afin de minimiser les effets dus à l'inertie [108], avec  $L = 4$  mm et  $D = 8$  mm. Les résultats de propagation d'onde dans 2 configurations : échantillon + pistons graphite et configuration classique sont donnés Figure III - 22.



**Figure III - 22 : Comparaison des ondes élastiques obtenues expérimentalement pour la configuration échantillon + pistons graphite (pointillés) et comparaison aux résultats obtenus pour la configuration classique (traits pleins).**

Les pistons graphite ont fissuré durant les essais et ce de manière reproductible (au même moment sur 2 essais), ce qui explique que 2 domaines sont observés sur les signaux relatifs aux ondes réfléchies et transmises dans la configuration échantillon + pistons. L'aluminium a une limite d'élasticité plus importante que le graphite, il provoque un effet de poinçonnement. Cet effet a été mis en évidence à la fois expérimentalement et de façon numérique (Figure III - 23).

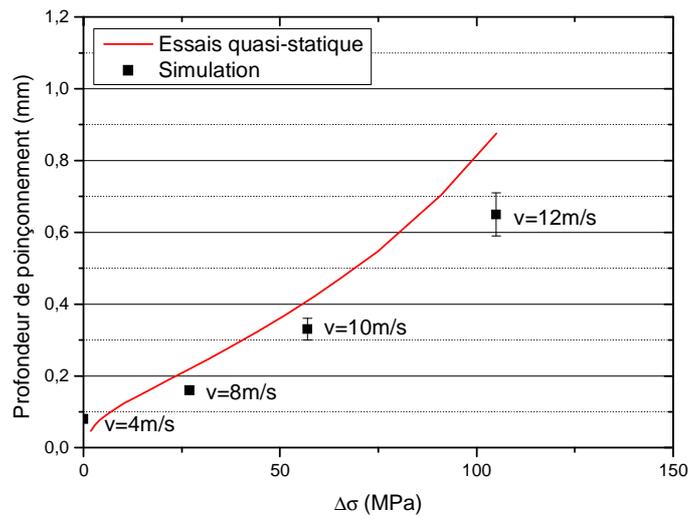


Figure III - 23 : Profondeur de poinçonnement expérimentale (trait plein) et obtenue par simulation (points) en fonction de la contrainte appliquée

Pour simuler le poinçonnement du graphite, la loi de comportement du graphite a été modifiée par un modèle élasto-plastique avec comme limite d'élasticité 170 MPa. Cette valeur a été définie par l'intermédiaire d'essais de compression quasi-statique sur presse ( $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) et dynamiques avec un dispositif SHPB ( $10^3 \text{ s}^{-1}$ ). Le graphite utilisé ne présente pas de sensibilité à la vitesse de déformation dans la gamme de vitesse de déformation étudiée. Les incertitudes des mesures en condition quasi-statique et dynamique n'excédaient pas  $\pm 15 \text{ MPa}$ . La profondeur de pénétration, entre le centre et le bord du piston graphite, due au poinçonnement, a ensuite été mesurée pour différentes valeurs de vitesse du projectile. Les signaux ont été analysés et la différence de contrainte entre le comportement purement élastique et le comportement élasto-plastique a été déterminée pour chaque point de mesure.

Expérimentalement, un cylindre de graphite (diamètre 11,21 mm et hauteur 34,35 mm) a subi un chargement quasi-statique avec un cylindre en acier de diamètre plus petit et possédant une limite d'élasticité plus élevée (acier 317 LN, diamètre 7,99 mm, hauteur 5,99 mm). La courbe force-déplacement a été enregistrée pour 20 valeurs différentes (Figure III - 23).

Les valeurs de profondeur de poinçonnement obtenues expérimentalement sont assez proches de la simulation numérique pour de faibles contraintes, mais s'éloignent lorsque des contraintes plus élevées sont atteintes. En réalité, le graphite utilisé contient 7% de porosité, qui n'est pas prise en compte dans le modèle numérique. Le module d'Young d'un matériau poreux  $E^*$  est relié au module d'Young du même matériau sans pores  $E_s$  par le modèle de Gibson-Ashby, initialement développé pour des matériaux cellulaires, équation (III-35) [109-111]

$$\frac{E^*}{E_s} = \varphi^2 \left( \frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2 + (1 - \varphi) \frac{\rho^*}{\rho_s} \quad (\text{III-35})$$

Avec  $\rho^*$  la densité du matériau poreux en  $\text{g/cm}^3$ ,  $\rho_s$  la densité du matériau totalement dense en  $\text{g/cm}^3$  et  $\varphi$  la fraction volumique des pores. Les différences observées Figure III - 23 proviennent en partie du fait que le module d'Young d'un matériau poreux sera toujours inférieure à celle du même matériau totalement dense, modifiant la célérité d'onde et donc l'impédance mécanique (Eq.(III-9)).

Ayant connaissance du phénomène de poinçonnement, celui-ci peut être corrigé en appliquant la méthode développée par Safa et Gary [112]. Néanmoins, ce n'est pas l'objectif de cette étude et donc cette méthode ne sera pas considérée dans ce manuscrit.

Finalement, une méthode globale est proposée pour corriger des signaux de propagation des ondes élastiques lors d'essais avec le dispositif DCRS Figure III - 24.

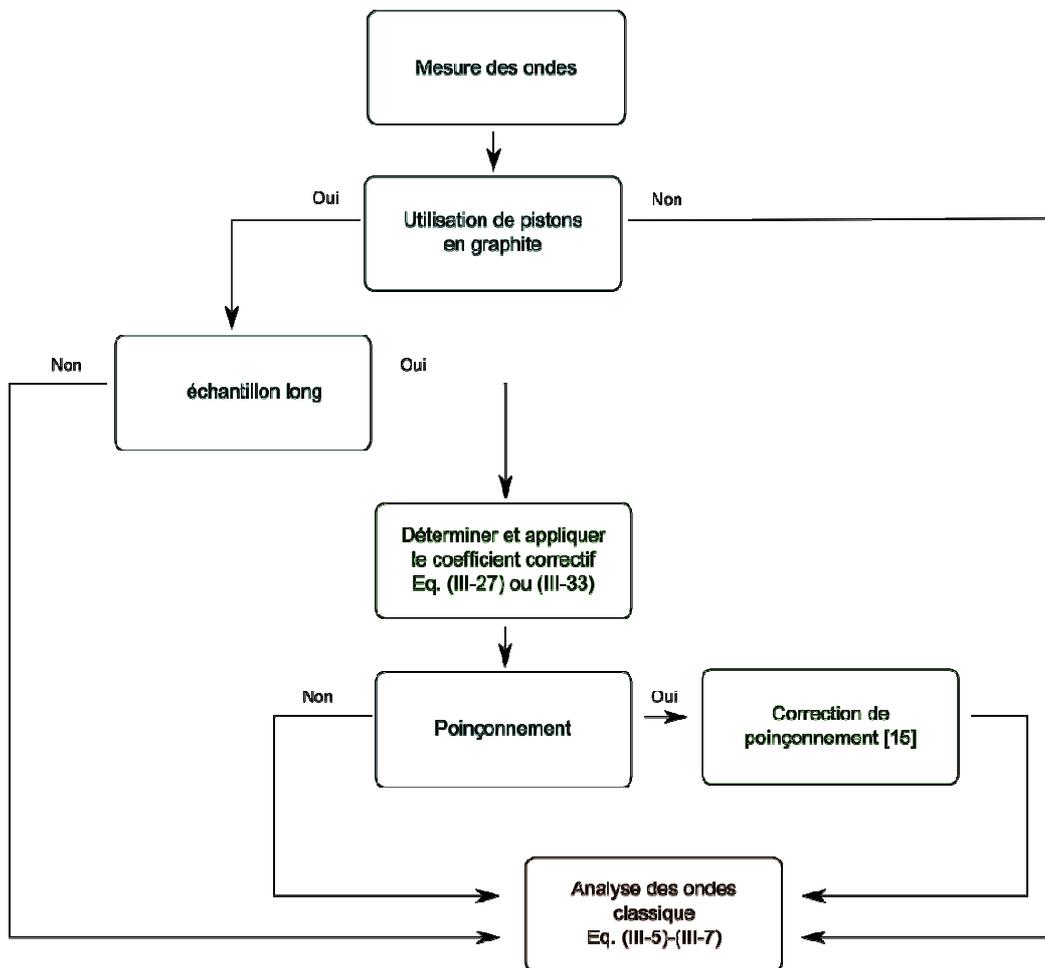


Figure III - 24 : Diagramme récapitulatif de la méthode de correction des ondes à appliquer lors d'un essai au DCRS

La méthodologie mise en place pour effectuer l'analyse des ondes et récapitulée Figure III - 24 permet d'approximer le comportement mécanique d'un échantillon massif inséré entre 2 pistons en graphite lors d'un essai de compaction dynamique réalisé avec le dispositif DCRS. Il est donc possible

d'approximer l'énergie stockée sous forme de dislocations grâce à l'équation (III-1) et en supposant le coefficient de Quinney-Taylor  $\beta$  connu.

### **3.3.5 Limites**

A partir de la méthodologie présentée Figure III - 24 pour réaliser l'analyse des ondes lors d'essais réalisés avec le DCRS, seule une approximation du comportement réel du matériau est atteinte. De plus, le graphite est poreux ce qui induit des dispersions d'onde supplémentaires.

L'étude développée dans ce chapitre a été menée sur des matériaux massifs. Or, lors d'un essai de compression avec le procédé DCRS, le matériau se trouve généralement sous forme pulvérulente, ou sous forme poreuse en cours de densification. L'étude de tels matériaux est délicate car les propriétés mécaniques d'un matériau pulvérulent évoluent lorsque celui-ci se densifie [63, 86]. De plus, lors d'un essai avec le dispositif DCRS, le matériau est chauffé par effet Joule. L'élévation de température modifie aussi les propriétés mécaniques de l'échantillon et des pistons en graphite (les barres sont refroidies par un circuit d'eau glacée à 10°C). Enfin, une compaction quasi-statique est généralement appliquée pour maintenir un bon contact électrique entre tous les composants. L'étude complète du comportement d'un matériau pulvérulent en température nécessitera donc une étude plus approfondie.

En l'état actuel, il est difficile d'utiliser les ondes élastiques enregistrées lors des essais pour estimer l'énergie stockée dans l'échantillon en cours de frittage lors d'un impact. Néanmoins, cette étude a montré que la décomposition du problème complexe qu'est la compaction de poudre par DCRS en éléments plus simples permettait d'obtenir des estimations sur l'effet individuel de chacun d'entre eux.

## **3.4 Conclusion**

Lors de cette étude, la compréhension du phénomène de propagation des ondes dans le dispositif DCRS a été effectuée. L'objectif était d'accéder à l'énergie plastique stockée sous forme de dislocations grâce à la détermination de la courbe de comportement du matériau lors d'un impact.

Pour ce faire, le problème a été décomposé en plusieurs étapes et a été abordé par l'approche simulation numérique : l'étude de l'influence de l'encastrement, les effets induits par l'insertion d'un piston graphite sur la propagation des ondes élastiques puis finalement l'étude du comportement d'un matériau massif entre deux pistons graphite. Il a été montré que l'encastrement ne perturbe pas la propagation des ondes élastiques. Le graphite agit comme un "piège" à ondes, car les différences d'impédance mécanique entre les barres métalliques (cuivre) et les pistons graphite sont importantes ce qui génère de multiples réflexions / transmissions de l'onde élastique dans le piston graphite. Ce dernier fragmente les ondes réfléchies et transmises avec un degré de fragmentation qui dépend de la longueur des pistons : plus le piston est long, plus l'onde est fragmentée. Un matériau massif inséré entre deux pistons en graphite présente un décalage par rapport à son comportement dans une

configuration SHPB classique. Cet écart, dû à la présence des pistons en graphite, peut être corrigé en appliquant un terme correctif aux ondes réfléchies et transmises. Des valeurs moyennes de la contrainte et de la déformation appliquée à l'échantillon massif peuvent ainsi être déterminées.

De manière expérimentale, les mêmes tendances que celles obtenues par simulation numérique ont été mises en évidence, à la différence près que les pistons en graphite ont subi un poinçonnement durant l'essai et se sont fracturés. Le poinçonnement a été étudié par Gary et Safa [112] qui ont montré qu'il est possible de le corriger. Des écarts ont été révélés par rapport à la simulation et proviennent en partie du fait que les pistons en graphite sont poreux.

Une méthode corrective a finalement été mise en place pour corriger des signaux de propagation des ondes élastiques pour différentes configurations dans le cas d'un échantillon massif. Une étude plus approfondie reste à mener pour déterminer le comportement d'un matériau pulvérulent dans ces conditions, puis lors d'essais en température. Enfin, l'énergie stockée par un matériau pulvérulent lors d'un essai de compaction avec le procédé DCRS pourra être estimée.

Il s'avère que l'analyse de la propagation des ondes élastiques d'un matériau par le procédé DCRS est délicate malgré les efforts entrepris. Une seconde approche, basée sur la réponse de matériaux suivant les paramètres thermo-mécaniques de mise en forme, est alors entreprise afin de se diriger vers une compréhension plus globale des effets de la sollicitation dynamique engendrés par l'utilisation du procédé DCRS sur les propriétés physiques.



## **4.1 Introduction**

L'objectif de ce chapitre est d'étudier, grâce à un matériau modèle, en l'occurrence un cuivre ODS (Oxide Dispersion Strengthened), comment l'apport de la sollicitation dynamique peut modifier les mécanismes de frittage et, en conséquence, influencer les caractéristiques structurales et les propriétés des matériaux élaborés par rapport au chargement quasi-statique utilisé conventionnellement avec le frittage FAST. Ces modifications sont possibles grâce à un transfert d'énergie dans le matériau qui est étudié en fonction de la température à laquelle l'impact est effectué ainsi que de leur nombre. Les mécanismes de stockage de l'énergie résiduelle dans le matériau durant la sollicitation dynamique sont également abordés.

Dans un premier temps, les effets de la sollicitation dynamique via l'application d'un ou plusieurs impacts mécaniques sur les microstructures ainsi que sur les propriétés physiques et mécaniques du matériau sont déterminés et caractérisés. Un bref rappel des différents mécanismes de stockage de l'énergie dans un matériau déformé, les mécanismes de durcissement structuraux est abordé. Une description complète du matériau étudié, des paramètres de mise en forme ainsi que des techniques de caractérisation est ensuite donnée. Les résultats présentant les effets de la sollicitation dynamique sur les propriétés physiques et mécaniques du matériau mis en forme par le procédé DCRS sont finalement présentés puis discutés.

Dans un second temps, la compréhension de l'évolution des propriétés physiques et mécaniques du cuivre ODS en fonction des traitements thermo-mécaniques utilisés est effectuée. Pour cela, la limite d'élasticité a été décomposée en durcissements structuraux élémentaires permettant ainsi d'estimer la quantité d'énergie résiduelle stockée dans la matrice de cuivre à l'issue des traitements thermiques comportant un chargement dynamique.

## **4.2 Énergie stockée dans le matériau et contributions structurales**

Lors de la déformation d'un métal, la majeure partie de l'énergie est convertie en chaleur et seulement une faible fraction (quelques %) reste stockée dans le matériau (voir Eq. (III-1)). Cette énergie stockée, à l'origine de phénomènes de transformation microstructurales typiques des métaux déformés (recristallisation, restauration), est liée à l'introduction et l'accumulation dans le matériau des dislocations générées durant la déformation [102]. Cette énergie peut être estimée en substituant les contributions structurales au niveau microscopique à la limite d'élasticité globale, qui représente la somme de toutes les contributions microstructurales.

### **4.2.1 Mécanismes de stockage de l'énergie**

Lorsqu'un matériau est soumis à une déformation plastique, la majeure partie de l'énergie de déformation est stockée sous forme d'accumulation de dislocations [102]. L'augmentation de la densité

des dislocations est due à la fois à la génération de nouvelles dislocations, à leur piégeage par les dislocations existantes et à leur intégration dans les microstructures caractéristiques de l'état déformé décrits ci-après [102].

Lors de la déformation d'un métal polycristallin, la forme des grains évolue de manière à suivre la déformation macroscopique. Il en résulte une augmentation de la surface des joints de grains [102]. Celle-ci est possible grâce à l'intégration des dislocations générées durant la déformation dans les joints de grains existants. L'énergie associée à l'augmentation de la surface des joints de grains sera d'autant plus importante que les grains seront petits et que la contrainte appliquée sera importante.

Un deuxième mécanisme de stockage de l'énergie est la création d'une structure interne dans les grains existants. Les dislocations nouvellement créées se retrouvent stockées dans des sous structures telles que les enchevêtrements de dislocations, des cellules ou des murs denses constitués de dislocations ainsi que dans des sous grains qui sont des grains à faible désorientation cristalline ( $< 15^\circ$ ). L'énergie stockée dans ces sous structure est une source de durcissement structural qui, par conséquent, peut être estimée [102].

Ces mécanismes de stockage de l'énergie dans les matériaux déformés influencent leur comportement mécanique mais ne sont pas les seuls. En effet, d'autres mécanismes de durcissement structuraux tels que les durcissements aux joints de grains et les durcissements dus à la présence de précipités participent également au comportement mécanique macroscopique.

## **4.2.2 Durcissements structuraux**

Un matériau polycristallin contenant des précipités est principalement soumis à deux types de durcissement : un durcissement par précipitation selon le principe d'Orowan et un durcissement du aux joints de grains obéissant à la loi de Hall et Petch. Dans le cadre des matériaux mis en forme avec le procédé DCRS, un troisième durcissement pourra être pris en compte, celui du durcissement de la matrice cuivre qui fonction de l'énergie résiduelle stockée dans le matériau lors des traitements thermomécaniques. Ces durcissements modifient la limite d'élasticité du matériau et leurs formalismes sont développés ci-après.

### **4.2.2.1 Mécanisme d'Orowan**

Lorsqu'une dislocation ne peut pas cisailer un précipité (la déformation propagée par la dislocation n'est pas compatible avec la structure cristalline du précipité), elle le contourne (Figure IV - 1). Lorsque la dislocation a franchi le précipité, les deux extrémités (ganses) se rejoignent et libèrent la dislocation qui forme une boucle autour du précipité [102].

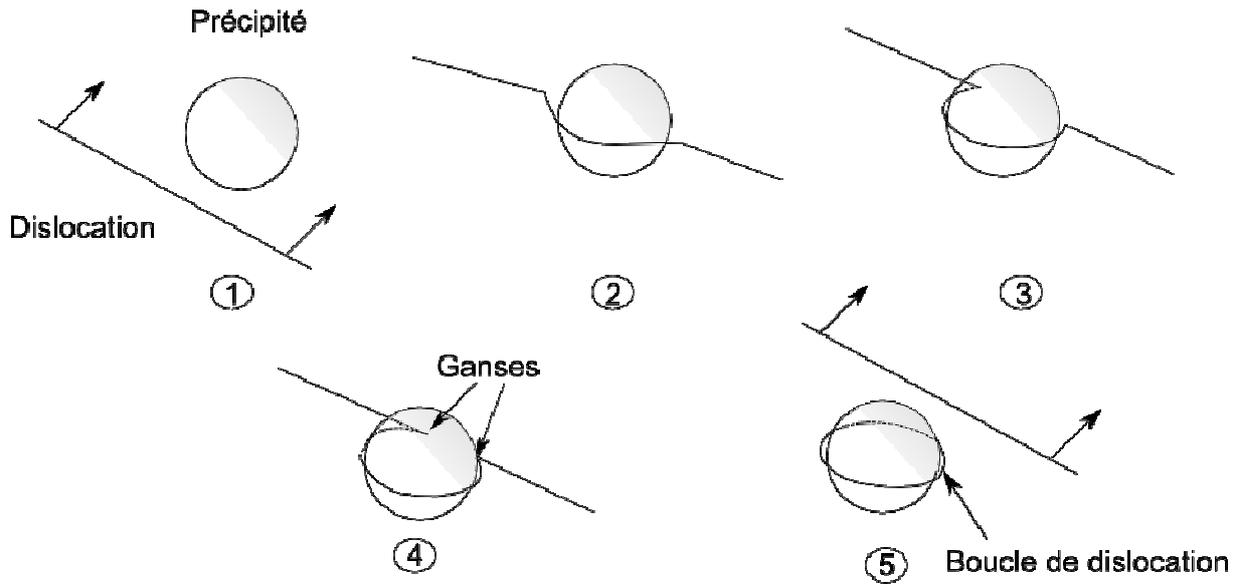


Figure IV - 1 : Illustration du mécanisme d'Orowan.

Ce phénomène de franchissement de précipité demande une certaine énergie qui peut être estimée [113]. Le durcissement  $\Delta\sigma_{Orowan}$  par ce mécanisme est donné par la formule d'Orowan-Ashby, équation (IV-1) [114, 115].

$$\Delta\sigma_{Orowan} = \frac{0,84MGb}{2\pi(1-\nu)^{0,5}(\lambda-2r)} \ln\left(\frac{r}{b}\right) \quad (IV-1)$$

Avec  $M$  le facteur de Taylor et  $M \approx 3$  pour un métal polycristallin,  $G$  le module de cisaillement de la matrice de cuivre en MPa,  $b$  le vecteur de burgers du cuivre en nm,  $r$  le rayon moyen des précipités en nm,  $\nu$  le coefficient de poisson de la matrice cuivre,  $\lambda = r\sqrt{\frac{2\pi}{3f}}$  l'espacement moyen entre les particules en nm et  $f$  la fraction volumique des précipités.

A fraction volumique équivalente, cette expression montre que la contribution d'Orowan est plus forte lorsque les particules sont de petite taille.

Les constantes physique issues de la littérature [114, 116] permettant le calcul de la contribution d'Orowan pour le cuivre sont présentées Tableau IV - 1.

$G$ (MPa)	$b$ (nm)	$\nu$ (-)
45000	0,256	0,33

Tableau IV - 1 : Constantes physiques du cuivre pour l'équation d'Orowan [114].

### 4.2.2.2 Mécanisme de Hall-Petch

La loi de Hall-Petch [116] relie la limite d'élasticité à la taille des grains dans un matériau polycristallin et s'exprime par la formule donnée équation (IV-2) :

$$\Delta\sigma_{Hall-Petch} = \sigma_0 + k_y d^{-0,5} [MPa] \quad (IV-2)$$

Avec  $\sigma_0$  la contrainte nécessaire au mouvement des dislocations dans un cristal parfait en MPa qui dépend de la friction du réseau,  $k_y$  la constante de Hall-Petch relative au matériau en  $MPa.m^{0,5}$  qui dépend très fortement de l'histoire thermo-mécanique de l'échantillon et  $d$  la taille de grains mesurée en m.

La contrainte de Hall-Petch sera d'autant plus importante que les grains seront petits. Le durcissement décrit par la loi de Hall-Petch fonctionne pour des matériaux polycristallins pour une taille de grains comprise entre une centaine de micromètres et un micromètre. Pour des grains plus petits, la taille des grains se rapproche de celle des dislocations et l'application d'une contrainte extérieure provoque un glissement des joints de grains, provoquant une diminution de la limite d'élasticité avec la contrainte appliquée [117]. Le Tableau IV - 2 donne les constantes issues de la littérature permettant le calcul de la contribution de Hall-Petch pour le cuivre [116].

$\sigma_0$ (MPa)	$k_y$ (MPa.m <sup>0,5</sup> )
20	0,14

**Tableau IV - 2 : Valeurs typique des paramètres de Hall-Petch pour le cuivre [116].**

### 4.2.2.3 Bilan

Un métal polycristallin contenant des précipités tels qu'un cuivre ODS est principalement soumis à trois types de durcissement : un durcissement par précipitation selon le mécanisme d'Orowan, un durcissement du aux joints de grains obéissant à la loi Hall et Petch et un durcissement prenant en compte l'écroissage de la matrice. Ces durcissement contribuent à la limite d'élasticité du matériau selon l'équation (IV-3) :

$$R_{p0,2} = \Delta\sigma_{Orowan} + \Delta\sigma_{Hall-Petch} + \Delta\sigma_{Matrice} \quad (IV-3)$$

Avec  $\Delta\sigma_{Orowan}$ ,  $\Delta\sigma_{Hall-Petch}$  et  $\Delta\sigma_{Matrice}$  les durcissements respectivement dus aux précipités, aux joints de grains et à la contribution de la matrice.  $\Delta\sigma_{Matrice}$  dépend des conditions de mise en forme de l'échantillon et sa détermination permet d'estimer l'énergie résiduelle stockée à l'issue de la sollicitation dynamique de l'échantillon.

## 4.3 Matériaux et méthodes

### 4.3.1 Matériaux

Dans ces travaux, le matériau modèle est une poudre de cuivre sphérique obtenue par atomisation, avec une distribution de taille de particule comprise entre 44 $\mu\text{m}$  et 149 $\mu\text{m}$ . Cette poudre contient une quantité non négligeable d'oxygène. En conséquence, le matériau étudié peut être considéré comme un composite de cuivre ODS (Oxide Dispersion Strengthened) pour lequel la présence d'oxyde dissous dans la matrice peut être expliqué par le processus de synthèse qui est l'atomisation.

### 4.3.2 Caractérisations de la poudre

La poudre de cuivre utilisée dans cette étude a été caractérisée finement afin de contrôler et maîtriser les paramètres matériaux initiaux. La distribution de taille de particules a été déterminée par granulométrie laser (*BECKMAN COULTER, modèle LS230*). Le fluide porteur employé est l'éthanol. La distribution granulométrique en volume est représentée Figure IV - 2.

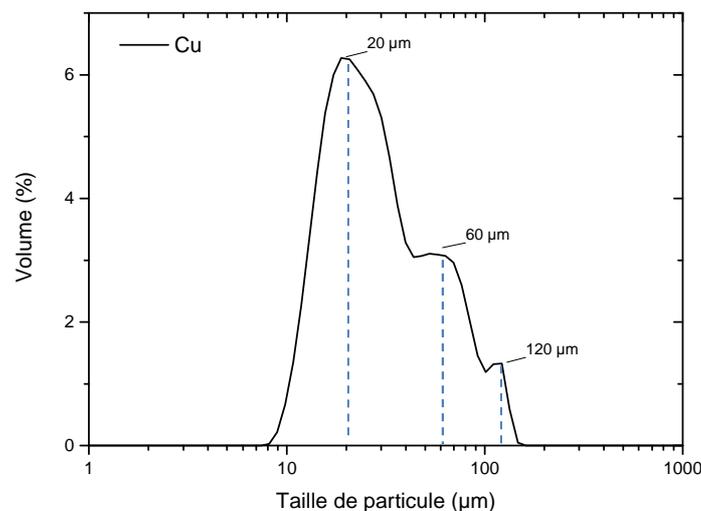


Figure IV - 2 : Distribution granulométrique en volume de la poudre de cuivre.

La distribution granulométrique de la poudre en volume est trimodale centrée sur 20  $\mu\text{m}$ , 60  $\mu\text{m}$  et 120  $\mu\text{m}$ .

L'analyse microstructurale de la poudre par microscopie électronique à balayage (*Zeiss DSM 982 Gemini*) montre que la poudre présente une morphologie sphérique et confirme la répartition trimodale observée en granulométrie (Figure IV - 3).

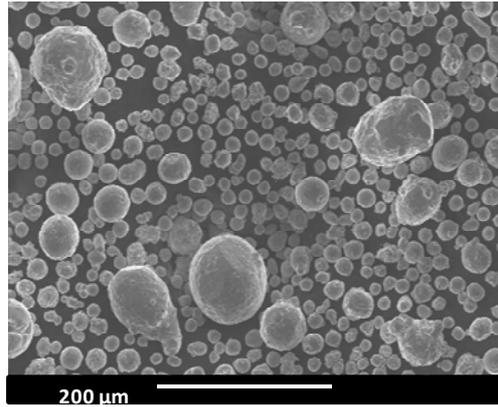


Figure IV - 3 : Imagerie en microscopie à balayage des poudres de cuivre.

Les phases cristallines en présence dans la poudre de cuivre ont été identifiées par diffraction des rayons X (DRX) (*Bruker, D8 Advance*). Le spectre DRX de la poudre est présenté Figure IV - 4.

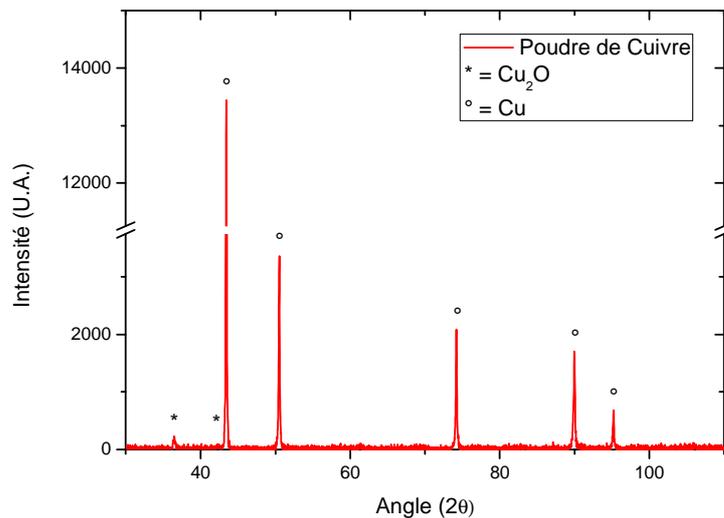


Figure IV - 4 : Spectre de diffraction des rayons X obtenus pour la poudre de cuivre.

La diffraction des rayons X révèle, en plus du cuivre, la présence d'une phase cristalline secondaire qui est l'oxyde de cuivre cristallisé sous la forme de  $\text{Cu}_2\text{O}$  (Figure IV - 4). Cet oxyde étant détecté par le diffractomètre, cela signifie qu'il y en aurait au moins 5 à 6 % dans le volume analysé (seuil de détection du DRX).

L'observation de la section d'une particule de cuivre enrobée, polie et légèrement attaquée à l'acide nitrique, révèle une structure eutectique (Figure IV - 5).

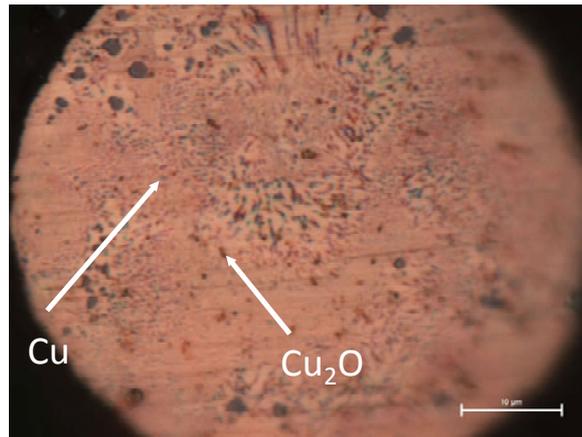


Figure IV - 5 : image en microscopie optique d'une coupe d'un grain de poudre de cuivre.

Une microstructure typique d'une composition eutectique est observée. Les particules sombres correspondraient à l'oxyde de cuivre  $\text{Cu}_2\text{O}$  d'après les résultats de DRX (Figure IV - 4) alors que la phase rose correspondrait au cuivre pur Cu. La composition exacte de cette structure peut être définie à partir du diagramme binaire Cu-O, Figure IV - 6.

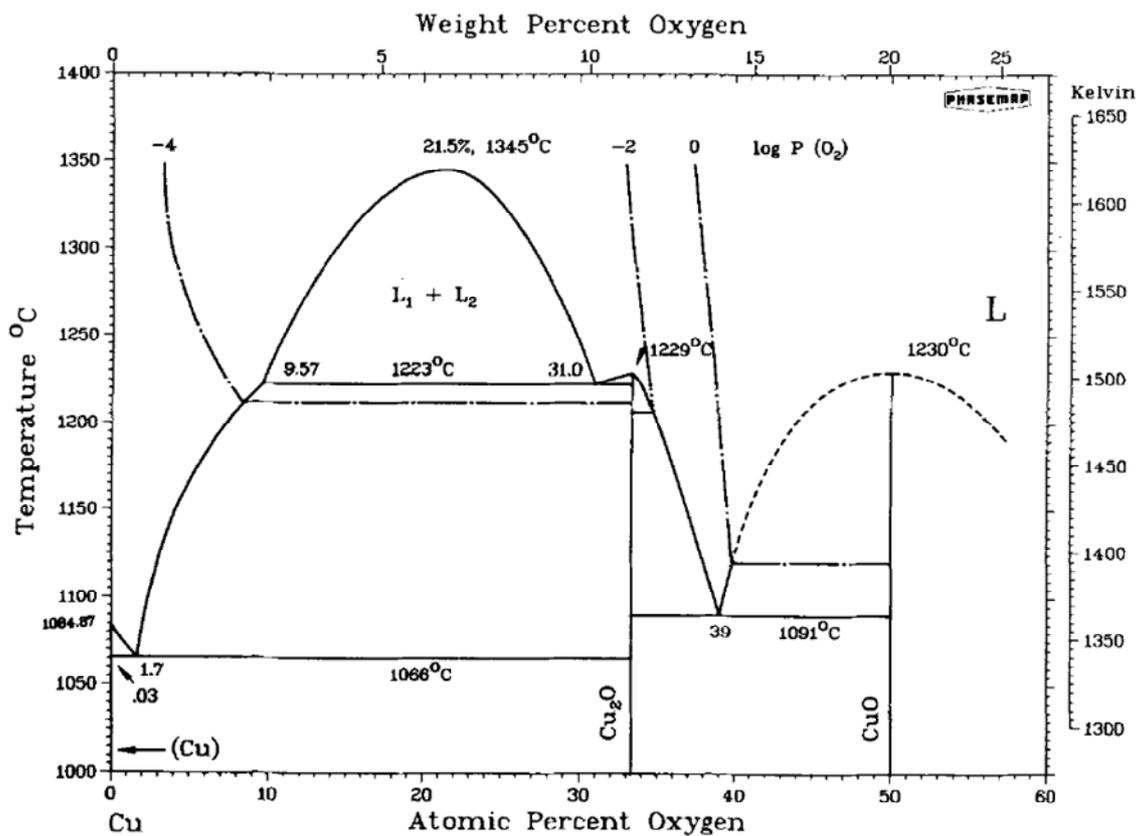


Figure IV - 6 : Diagramme binaire Cu-O [118, 119].

Pour de faibles concentrations en oxygène, il y a la formation d'un eutectique  $\text{Cu}(\alpha)+\text{Cu}_2\text{O}$  à 1,7 at % O. Pour nos poudres de cuivre, la fraction volumique de  $\text{Cu}_2\text{O}$  a été estimée par analyse d'image à  $12,8 \pm 0,2$  % et elle est supposée constante pour le reste de l'étude.

En conclusion, la poudre de cuivre employée dans cette étude est de morphologie sphérique, avec une répartition granulométrique trimodale centrée sur 30, 60 et 120  $\mu\text{m}$ . Elle présente une microstructure caractéristique d'une composition eutectique  $\text{Cu}(\alpha)+\text{Cu}_2\text{O}$ . La fraction volumique de  $\text{Cu}_2\text{O}$  est évaluée par analyse d'image à  $12,8 \pm 0,2 \%$ .

### 4.3.3 Conditions expérimentales

Les échantillons de cuivre ODS ont été mis en forme suivant différents chemins thermo-mécaniques. Alors que les paramètres thermiques et mécaniques qui sont proches de ceux d'un dispositif conventionnel de frittage FAST, les paramètres de sollicitation dynamique sont spécifiques au procédé DCRS et sont le résultat des paramètres de l'impact qui crée une onde de compression élastique.

#### 4.3.3.1 Paramètres thermiques et mécaniques

La courbe dilatométrique du cuivre ODS a été obtenue en chauffant la poudre de cuivre jusqu'à une température de  $950^\circ\text{C}$ , avec une vitesse de montée en température de  $50^\circ\text{C}/\text{min}$  et sous une pression quasi-statique de 12 MPa (Figure IV - 7).

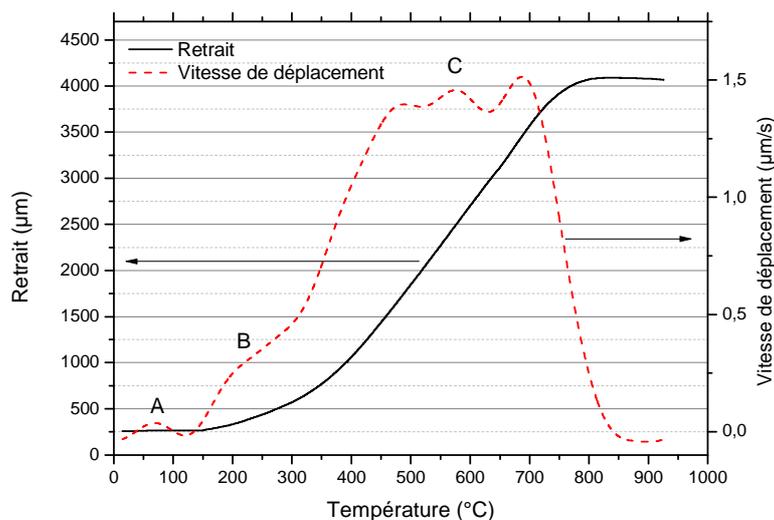


Figure IV - 7 : Courbe dilatométrique et dérivée première (vitesse) des poudres de cuivre chauffées à  $50^\circ\text{C}/\text{min}$  sous une pression uniaxiale de 12 MPa.

La courbe en pointillés rouge, Figure IV - 7, correspond à la vitesse de déplacement des pistons au cours du frittage. Elle est caractérisée par la présence de 3 pics, notés A, B et C et est semblable à celle obtenue par Diouf [47] lors de la mise en forme de poudre de cuivre par frittage FAST. Le premier pic, observé à basse température (pic A), est attribué au réarrangement initial des particules par la pression uniaxiale. Le pic B, qui forme un épaulement entre  $180^\circ\text{C}$  et  $320^\circ\text{C}$ , correspondrait à une déformation localisée de ces mêmes particules alors que le pic C, entre  $400^\circ\text{C}$  et  $700^\circ\text{C}$ , pourrait être attribué à la

déformation en volume. Ce pic C présente 3 maxima à 482°C, 576°C et 686°C et qui peuvent être expliqués par la distribution trimodale des particules. En effet, il a été montré que pour une distribution bimodale de particules [120, 121] la première étape du phénomène de retrait au cours du frittage est contrôlée par les particules les plus fines et la seconde étape par les particules les plus grosses. Par analogie à ces études, le premier pic (482°C) correspondrait au frittage des particules les plus fines (20 µm), le second pic (572°C) au frittage des particules de diamètre moyen (60 µm) et enfin le dernier pic (686°C) aux particules les plus grossières (120 µm).

Suite à l'étude dilatométrique, les cycles thermiques de mise en forme de la poudre de cuivre ODS ont été définis (Tableau IV - 3).

Vitesse de montée en température (°C/min)	Pression uniaxiale (MPa)	Atmosphère de frittage	Température(s) de frittage (°C)	Maintien en température (min)
50	12 MPa	Vide (<1 mbar)	De 300 à 850	0, 3 ou 6

**Tableau IV - 3 : Paramètres thermiques et quasi-statiques appliqués à la poudre de cuivre.**

Les paramètres suivants ont été fixés pour l'ensemble des essais : la vitesse de montée en température, la pression uniaxiale et l'atmosphère de frittage. La vitesse de montée en température a été sélectionnée de façon à ce que l'échantillon puisse suivre de manière homogène la rampe de montée en température. Une pression uniaxiale très faible de 12 MPa est employée pour maximiser l'effet de la sollicitation dynamique. Enfin, la mise en forme est effectuée sous vide primaire afin de limiter l'oxydation durant le cycle de frittage.

D'après la courbe dilatométrique (Figure IV - 7), les températures de mise en forme testées sont situées dans la zone de retrait entre 300°C et 850°C, avec un incrément de 50°C entre chaque. A ces températures, le temps de palier a été fixé à 0, 3 ou 6 minutes.

#### **4.3.3.2 Paramètres de la sollicitation dynamique**

Pour chaque température de mise en forme décrite dans le paragraphe précédent, les échantillons ont été soumis à un cycle de sollicitation dynamique via la réalisation d'un ou plusieurs impact(s) en fin de cycle thermique. À chaque échantillon impacté correspond un échantillon non impacté ayant subi exactement le même traitement thermique. Ainsi, il est possible de comparer les échantillons deux à deux afin de déterminer l'effet de la sollicitation dynamique sur leurs propriétés physiques et mécaniques.

Les différents paramètres de sollicitation dynamique retenus sont :

- 1 impact en fin de cycle thermique, ou
- 5 impacts successifs lors d'un palier isotherme en fin de cycle thermique, ou
- 9 impacts successifs également lors d'un palier isotherme en fin de cycle thermique.

L'illustration des cycles thermo-mécaniques est présentée Figure IV - 8.

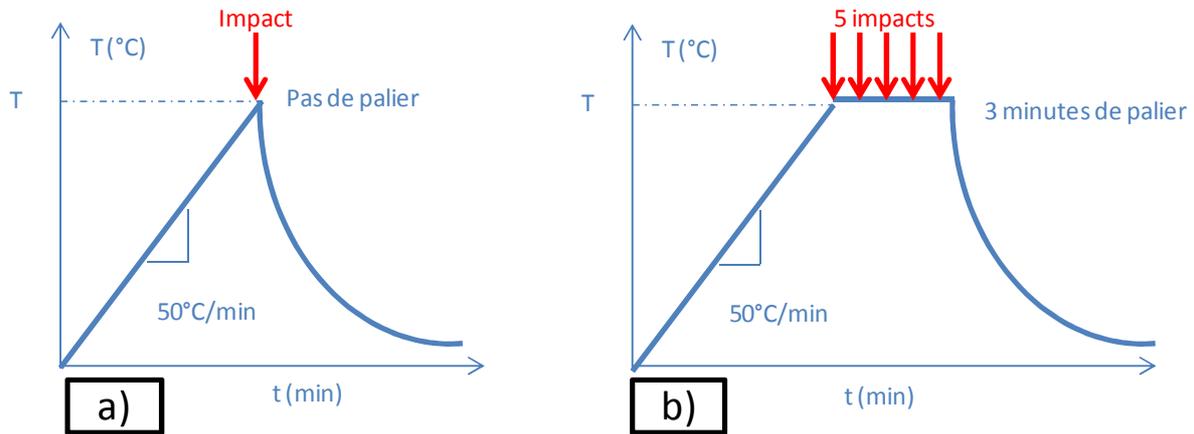


Figure IV - 8 : Cycles thermomécaniques (a) avec 1 ou sans impact à une température T, puis interrompu, (b) avec 5 ou sans impacts (juste 3 minutes de palier) à une température T, puis interrompu.

Lorsque plusieurs impacts successifs sont effectués (cas b pour 5 impacts), le temps de rechargement du projectile dans le canon doit être pris en compte ce qui nécessite d'étaler les impacts sur un temps donné. La réalisation de 5 impacts successifs nécessite 3 minutes. Par conséquent, afin de déterminer un effet de l'impact et non un effet thermique, les échantillons qui ont été impactés 5 fois sont comparés aux échantillons maintenus durant 3 minutes à la température de frittage. Il en est de même pour les échantillons impactés 9 fois : ils sont comparés aux échantillons restés durant 6 minutes à la température de frittage.

La sollicitation dynamique est réalisée grâce à un projectile impactant les barres de compaction en cuivre. Les caractéristiques physique du projectile et de l'impact rassemblés Tableau IV - 4.

Longueur du projectile (mm)	Masse volumique $\rho_b$ (kg/m <sup>3</sup> )	Célérité de l'onde $C_0$ (m/s)	Vitesse d'impact $V_p$ (m/s)	Contrainte engendrée par l'impact (MPa)	Temps de chargement de l'onde de compression ( $\mu$ s)
705,5	8700	3188	11,24	156	440

Tableau IV - 4 : Caractéristiques physiques du projectile et de l'impact.

La contrainte engendrée par l'impact comme le temps de chargement de l'onde de compression sont calculés par les équations (I-3) et (I-4) données dans le Chapitre 1. La vitesse du projectile est

supposée constante à  $11,24 \text{ m/s} \pm 0,1 \text{ m/s}$  pour tous les essais et crée donc une contrainte à l'impact de  $156 \pm 2 \text{ MPa}$ .

Rappel de l'équation (I-4) permettant de calculer la contrainte à l'impact  $\sigma_I$  :

$$\sigma_I = \frac{1}{2} \rho_b C_0 V_p \quad (\text{I-4})$$

## 4.4 Résultats

La détermination des effets de la sollicitation dynamique sur les échantillons de cuivre ODS a été effectuée via : leur contribution sur la densification (densité relative), l'évolution des propriétés physiques (conductivité électrique, limite d'élasticité  $R_{p0,2}$  via des essais de compression quasi-statiques) et les évolutions microstructurales (la taille des grains de cuivre et des oxydes, défauts de structure).

### 4.4.1 Effet de la sollicitation dynamique sur la densification

L'effet de la sollicitation dynamique sur la densité relative des échantillons frittés a tout d'abord été étudié par l'intermédiaire d'un seul impact et comparé à une mise en forme sans impact (équivalente au frittage FAST, Figure IV - 9 - (a)). Puis, l'effet de plusieurs impacts successifs (5 impacts) à une température a été abordé et comparé à une mise en forme avec un palier de 3 minutes (Figure IV - 9 - (b)). Les densités des échantillons impactés 5 fois sont comparées avec des échantillons maintenus 3 minutes à la température de mise en forme afin de ne prendre en compte que l'effet de l'impact. Les cycles thermo-mécaniques utilisés sont ceux de la Figure IV - 8.

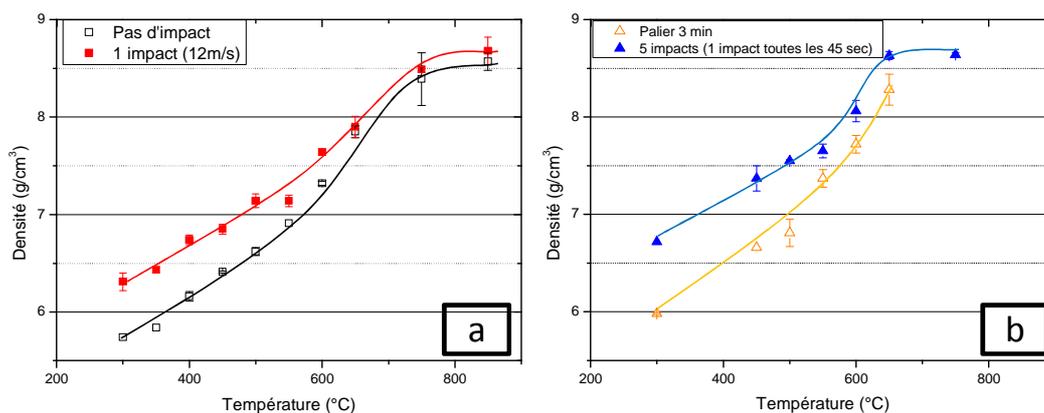


Figure IV - 9 : Effet de la sollicitation dynamique sur la densité d'échantillons de cuivre via l'application (a) d'un seul impact et comparaison à la densité des échantillons non impactés et (b) de 5 impacts successifs sur la densité d'échantillons de cuivre et comparaison à la densité des échantillons non impactés maintenus 3 minutes à la température de frittage

La Figure IV - 9 - (a) met en évidence que l'application d'un impact est toujours bénéfique en terme de gain en densité, quelle que soit la température de mise en forme entre 300°C et 850°C. Ce gain est d'autant plus important que la température de mise en forme est faible. La densité maximale est atteinte pour une température de 850°C.

Pour les cas où 5 impacts sont appliqués, la même tendance est observée. Il y a effectivement un gain en densité grâce à l'application de plusieurs impacts successifs à la température de mise en forme (effet thermo-mécanique) par rapport à un maintien en température (effet thermique seul). De plus, les écarts de densité sont plus élevés entre les échantillons impactés et non impactés lors de la réalisation de 5 impacts successifs que lorsqu'un seul impact est appliqué (Figure IV - 9 - (b)). Après 5 impacts, la densité maximale est atteinte pour une température de 650°C, soit 200°C en dessous de la température de consolidation sans impact.

Afin de déterminer l'influence la sollicitation dynamique suivant la température d'impact, il a été décidé d'étudier plus spécifiquement et plus finement la consolidation des échantillons à deux températures différentes, 450°C (Figure IV - 10 - (a)) et 650°C (Figure IV - 10 - (b)). Dans le cas de la température de 450°C, deux traitements additionnels constitués de 9 impacts et son homologue consistant en un palier isotherme de 6 minutes ont été introduits.

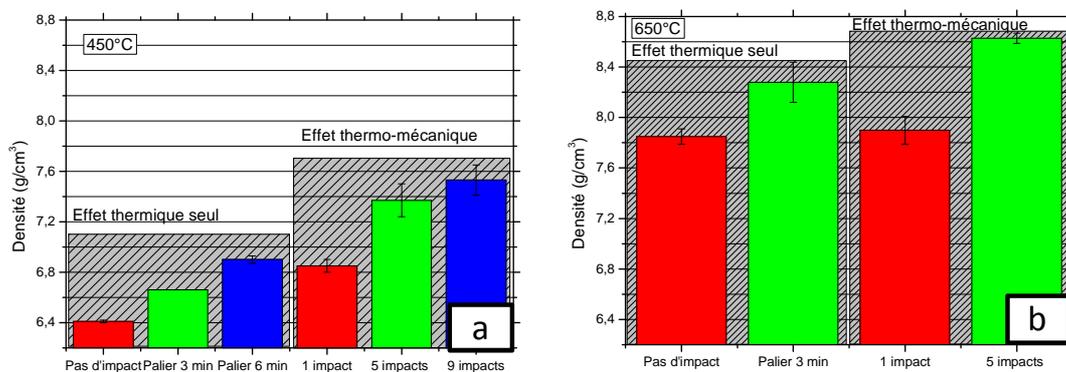


Figure IV - 10 : Influence des conditions de mise en forme sur la densité des échantillons de cuivre frittés à (a) 450°C et (b) 650°C.

La Figure IV - 10 - (a) présente les densités obtenues en fonction des cycles thermo-mécaniques appliqués pour le cuivre fritté à 450°C. Les résultats correspondant aux échantillons n'ayant pas subi d'impact sont rassemblés sur la gauche des figures et ceux soumis à 1, 5 ou 9 impacts sur la droite. Les échantillons sont à comparer 2 à 2, par couleur, pour déterminer l'effet isolé de la sollicitation dynamique. Comme il a été souligné dans les paragraphes 4.4.1.1 et 4.4.1.2, la sollicitation dynamique, dans les conditions de test retenues, a un effet positif sur la densification par rapport à l'effet thermique seul. Ainsi pour une température de mise en forme de 450°C, la réalisation d'un impact a quasiment le même effet qu'un maintien de 6 minutes à cette même température.

Aux températures de mise en forme supérieures à 450°C, ici 650°C, l'amplitude de l'effet d'un impact lors de la sollicitation dynamique est légèrement plus faible sur la densité, mais 5 impacts successifs améliorent grandement la densité par rapport aux échantillons ayant subi 3 minutes de maintien.

#### 4.4.1.1 Résumé

Un résumé des densités obtenues pour les essais réalisées sur le cuivre est donné Figure IV - 11.

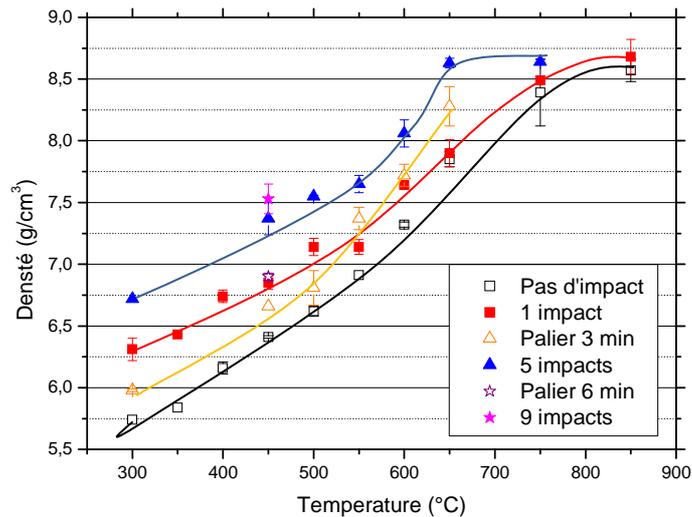


Figure IV - 11 : Récapitulatif de l'évolution de la densité des pastilles de cuivre en fonction de la température de mise en forme et des traitements thermo-mécaniques.

Lors de cycles purement thermiques avec une compaction quasi-statique seule, la réalisation d'un maintien en température conduit à un gain en densité. Ce gain est relativement constant pour les basses températures mais s'accroît aux plus hautes températures (à partir de 550°C). En effet, pour les températures plus élevées, le maintien en température favorise le phénomène de diffusion, phénomène activé thermiquement, responsable des gains en densité observés.

Ensuite, la réalisation d'impact permet un gain en densité par rapport à un traitement thermique seul. Ce gain est d'autant plus important que l'impact est réalisé à basse température et que le nombre d'impact réalisé est important. En effet, l'aptitude des particules de poudre à se réorganiser sous l'effet de l'impact est d'autant plus importante que la porosité est importante. Au contraire, la réalisation d'impact sur un matériau peu poreux laisse peu de marges de progression en terme d'aide à la compaction. Ce comportement explique pourquoi l'apport de la sollicitation dynamique sur la densité relative diminue à mesure que la température de mise en forme augmente.

Enfin, l'ajout d'une sollicitation dynamique en complément du cycle thermo-mécanique permet l'obtention d'un échantillon de densité maximale à une température 200°C inférieure (650°C) à celle nécessaire par la réalisation d'un cycle thermique couplé à une pression quasi-statique (850°C). La

possibilité d'élaborer des matériaux à des températures plus basses qu'avec des procédés conventionnels peut être considérée comme un véritable atout pour élaborer des matériaux massifs nanostructurés à partir de poudres nanostructurées dont les grains présentent un fort potentiel de croissance.

#### 4.4.2 Sollicitation dynamique et conductivité électrique

Une des principales caractéristiques du cuivre justifiant son utilisation étant sa conductivité électrique, les échantillons frittés ont été caractérisés par conductimétrie (technique décrite en *Annexes*) et les conditions d'élaboration, plus particulièrement la réalisation de sollicitation dynamique, a été variée afin de voir leur influence sur la conductivité électrique des échantillons élaborés (Figure IV - 12).

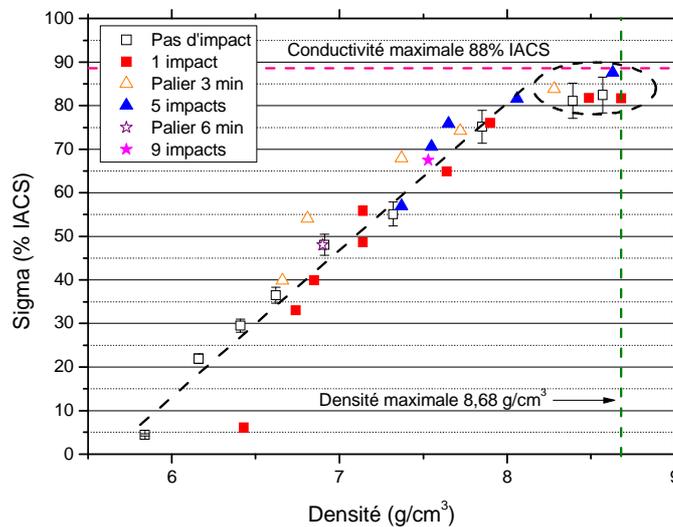


Figure IV - 12 : Conductivité électrique en fonction de la densité pour différents traitements thermo-mécaniques.

La Figure IV - 12 présente l'évolution des valeurs de conductivité électrique (% IACS) en fonction de la densité des échantillons de cuivre pour les différents cycles thermo-mécaniques envisagés. La densité maximale ainsi que la conductivité électrique maximale sont indiquées compte tenu de la quantité d'oxyde présent dans le matériau. La valeur limite de la conductivité électrique ne dépasse pas 88% IACS à cause de la présence d'oxydes. La conductivité maximale de 88% IACS reste supérieure aux valeurs de conductivité électrique rencontrées dans la plupart des cuivre avec renfort disponibles sur le marché : 80% IACS pour un CuAgZr [114], entre 74 et 82% IACS pour un Cu<sub>4</sub>Cr<sub>2</sub>Nb [122] ou encore entre 55 et 68% IACS pour un Cu<sub>8</sub>Cr<sub>4</sub>Nb [122].

La conductivité électrique évolue linéairement de 5% IACS à 85% IACS avec la densité du cuivre jusqu'à 8 g/cm<sup>3</sup> environ. Un nuage de points est ensuite observé à partir de cette valeur de densité.

### 4.4.3 Effet de la sollicitation dynamique sur la microstructure

Afin d'étudier l'effet de la sollicitation dynamique sur la microstructure, 3 méthodes, décrites en *Annexes* sont employées : la fractographie, l'imagerie en microscopie électronique à balayage et l'EBSD. La fractographie permet d'analyser les faciès de rupture et d'obtenir ainsi des informations sur la cohésion entre les particules et le type de rupture. L'EBSD est utilisée pour caractériser les grains de cuivre (taille, forme), déterminer la texture cristallographique et la présence de défauts dans les grains ainsi que les désorientations associées à des cellules de dislocations

#### 4.4.3.1 Faciès de rupture

La méthode de fractographie permet l'étude de l'état d'avancement du frittage grâce à l'observation des surfaces fracturées des échantillons. La mise en évidence de l'influence de la température et du nombre d'impacts sur l'état cohésif des échantillons est présentée Figure IV - 13.

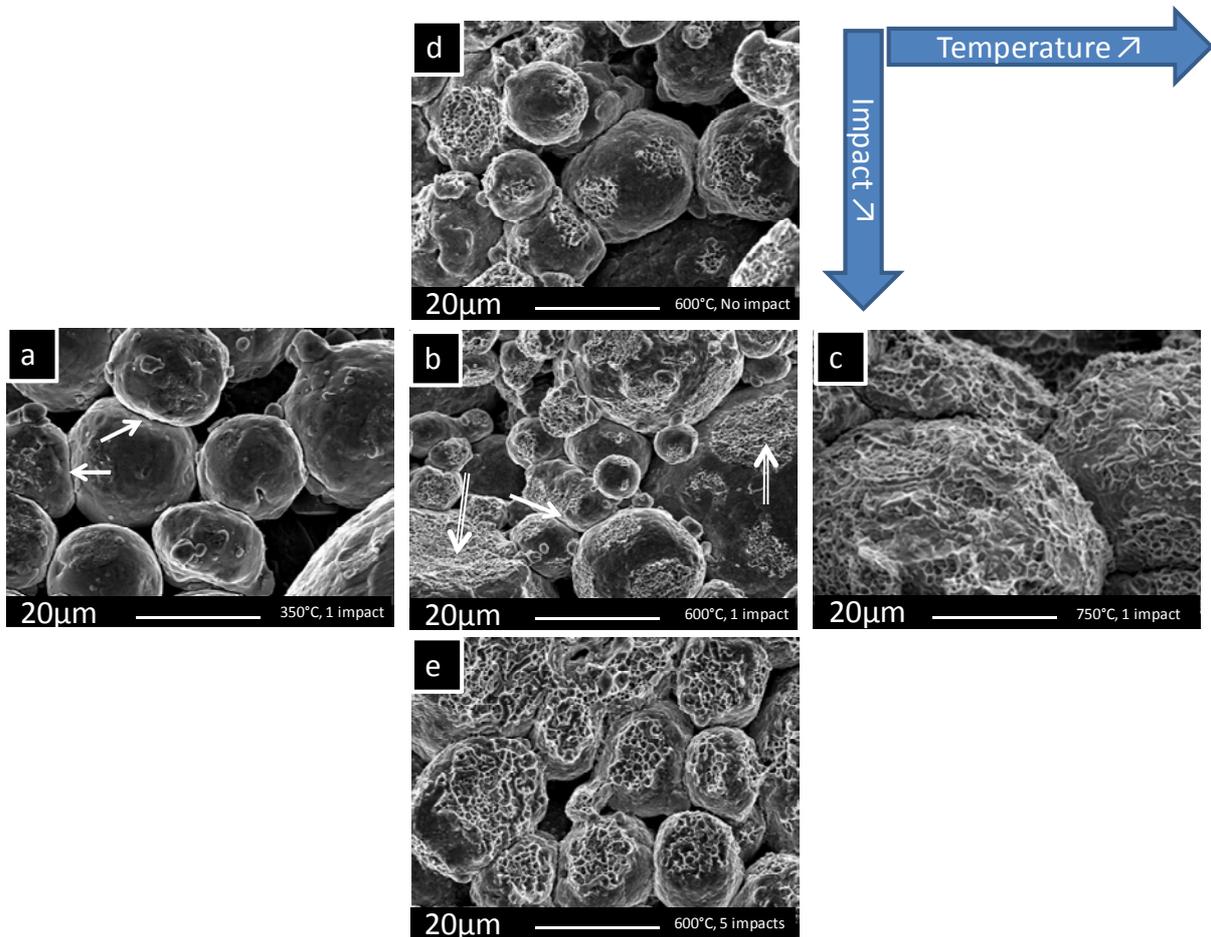


Figure IV - 13 : Images MEB de faciès de rupture a) 350°C, 1 impact, b) 600°C, 1 impact, c) 750°C, 1 impact, d) 600°C, pas d'impact, e) 600°C, 5 impacts.

À partir des images MEB (a), (b) et (c) Figure IV - 13, il est possible d'observer l'évolution des faciès de rupture avec la température pour des échantillons ayant été soumis à 1 impact. Pour une

température de 350°C et 1 impact, certaines particules sont déformées (flèches blanches). Il n'y a pas de signe de cohésion entre les particules, mais seulement une déformation visible des particules qui peut être attribuée à l'impact. Lorsque la température augmente (à 600°C), des particules déformées sont encore observées mais des cupules sont présentes (doubles flèches). La présence de ces cupules est le signe d'une cohésion plus marquée des particules. Ces cupules indiquent l'existence de liaisons physiques entre les particules de poudre et que le matériau était ductile. Enfin, à 750°C, la totalité de la surface des particules initiales est recouverte de cupules ce qui indique une cohésion totale entre les particules.

Les images MEB (d), (b) et (e) Figure IV - 13 ont été obtenues par des échantillons ayant été impactés respectivement 0, 1 et 5 fois à 600°C. L'augmentation de la sollicitation mécanique conduit à une amélioration significative de la surface occupée par les cupules.

#### 4.4.3.2 Texture cristallographique

Les analyses EBSD effectuées sur les échantillons consolidés n'ont pas révélé de texture/orientation cristallographique particulière liée à la mise en forme. Les matériaux ont donc une orientation cristallographique isotrope et l'impact ne semble donc pas avoir d'effet sur la cristallographie (texturation par exemple).

#### 4.4.4 Influence de la sollicitation dynamique sur les propriétés mécaniques

L'influence de la sollicitation dynamique sur la limite d'élasticité des échantillons frittés a été étudiée en deux temps. Premièrement, l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température d'élaboration pour des échantillons non impactés et impactés une seule fois est présentée Figure IV - 14 - (a).

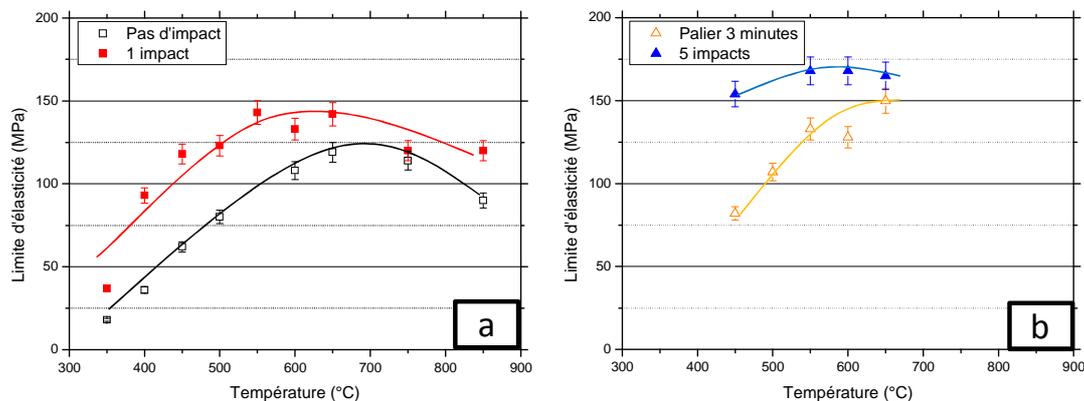


Figure IV - 14 : (a) Effet de la sollicitation dynamique par l'intermédiaire d'1 impact entre 300°C et 850°C sur la limite d'élasticité de échantillons de cuivre et comparaison à la limite d'élasticité des échantillons non impactés et (b) limite d'élasticité en fonction de la température de frittage après 5 impacts et 3 minutes de maintien.

L'évolution des courbes est similaire que l'échantillon soit impacté ou non et la valeur de la limite d'élasticité passe par un maximum se situant à la température de frittage de 650°C avant de diminuer, mais la limite d'élasticité des échantillons impactés est toujours supérieure à celle des échantillons non impactés, avec des valeurs de limite d'élasticité pouvant être jusqu'à 70% supérieures dans le cas d'échantillons impactés par rapport aux échantillons non impactés.

Dans un deuxième temps, l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température d'élaboration pour des échantillons maintenus 3 minutes et impactés 5 fois est présentée Figure IV - 14 - (b). La limite d'élasticité des échantillons impactés 5 fois est non seulement toujours supérieure à celle des échantillons non impactés mais également supérieure à celle des échantillons impactés 1 fois dans les domaines de température étudiés. Ainsi des valeurs de limite d'élasticité pouvant être jusqu'à 100% supérieures dans le cas d'échantillons impactés 5 fois par rapport aux échantillons maintenus 3 minutes à la température de frittage sont observées. Cet écart diminue néanmoins lorsque la température augmente.

Dans la suite de l'étude, ces différents domaines seront étudiés via : un échantillon mis en forme à 450°C dans le domaine de température où la densité relative augmente en même temps que la limite d'élasticité et un échantillon mis en forme à 650°C dans le domaine de température où la limite d'élasticité diminue alors que la densité relative augmente. Afin d'avoir une description plus précise de l'évolution de la limite d'élasticité, celle-ci est reportée en fonction de la densité atteinte pour des conditions de mise en forme différentes à deux températures distinctes : 450°C et 650°C, Figure IV - 15.

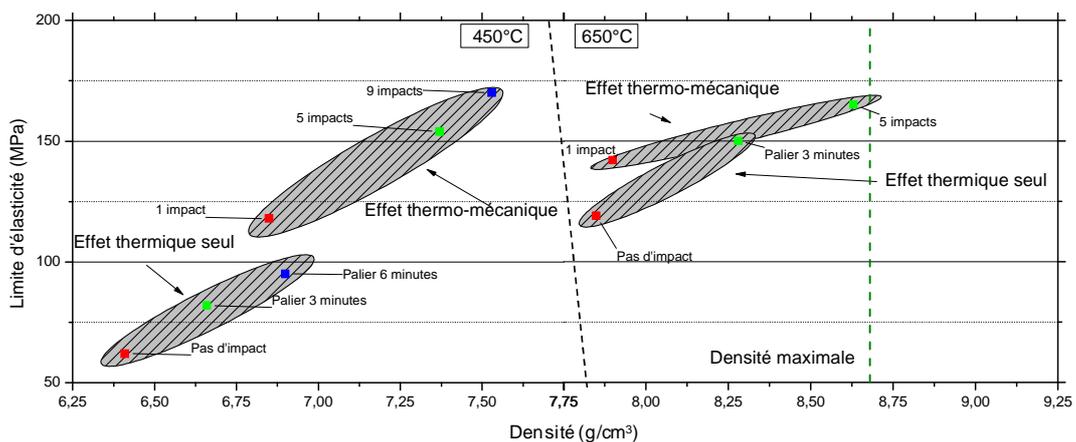


Figure IV - 15 : Influence des conditions de mise en forme sur la limite d'élasticité des échantillons de cuivre frittés à 450°C et 650°C.

Les résultats Figure IV - 15 peuvent être séparés en 2 groupes : celui des échantillons non impactés pour lesquels seul l'effet thermique est pris en compte (0, 3 et 6 minutes de palier) et celui des

échantillons impactés pour lesquels il faudra considérer en plus un effet mécanique dû à l'impact aux propriétés mécaniques (1, 5 et 9 impacts). Les échantillons sont à comparer 2 à 2 par couleur.

A relativement basse température, 450°C, pour les deux groupes l'évolution de la limite d'élasticité est linéaire avec la densité et les échantillons impactés ont une limite d'élasticité supérieure aux échantillons non impactés. Il y a donc un effet notable de la sollicitation dynamique lors de la mise en forme à des températures relativement basses.

Pour une température plus élevée, 650°C, les échantillons impactés possèdent également des limites d'élasticité ainsi que des densités plus élevées que les échantillons ayant subi un simple traitement thermique. L'effet de la sollicitation dynamique à cette température sur la limite d'élasticité est comparativement moins important qu'à plus basse température (450°C). Lorsqu'un traitement thermo-mécanique est réalisé à 650°C, les gains en termes de limite d'élasticité sont donc toujours présents mais la marge de progression est plus faible.

#### 4.4.4.1 Résumé

Un résumé des limites d'élasticité obtenues pour l'ensemble des essais est présenté (Figure IV - 16).

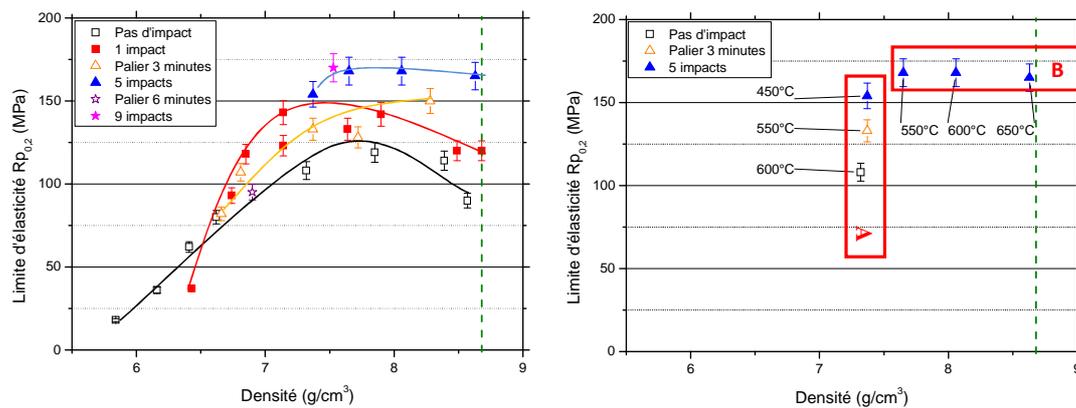


Figure IV - 16 : Limite d'élasticité en fonction de la densité pour différents traitements thermo-mécaniques.

Au travers de la totalité des résultats présentés Figure IV - 16, l'effet positif de la sollicitation dynamique, via la réalisation d'un seul ou de plusieurs impacts successifs sur la limite d'élasticité de pastilles de cuivre et sur une large gamme de température est démontré. La combinaison de l'effet thermique et mécanique sur la limite d'élasticité est toujours supérieur comparé à l'effet thermique seul.

Dans la suite de l'étude, les effets de la sollicitation dynamique sur la limite d'élasticité seront évalués à travers 2 aspects (cadres A et B Figure IV - 16) : premièrement, l'étude des différences de propriétés mécaniques (limite d'élasticité) pour des échantillons ayant une densité équivalente sera analysée suivant les traitements thermo-mécaniques effectués (cadre A Figure IV - 16). Ensuite, l'étude de la

différence des densités pour des échantillons ayant une limite d'élasticité équivalente sera analysée suivant les traitements thermo-mécaniques (cadre B Figure IV - 16). Ces deux analyses sont représentatives de deux types d'optimisation : en A, l'optimisation mécanique d'un matériau poreux vers des résistances plus élevées et en B, la densification d'un matériau aux propriétés mécaniques quasi optimales.

## 4.5 Interprétation

La réflexion autour des résultats obtenus se concentre sur l'explication des propriétés physiques (conductivité électrique et limite d'élasticité) obtenues suivant différents traitements thermo-mécaniques via des considérations d'ordre microstructural.

### 4.5.1 Conductivité électrique

La dépendance de la conductivité électrique à la densité relative peut être expliquée par le schéma Figure IV - 17.

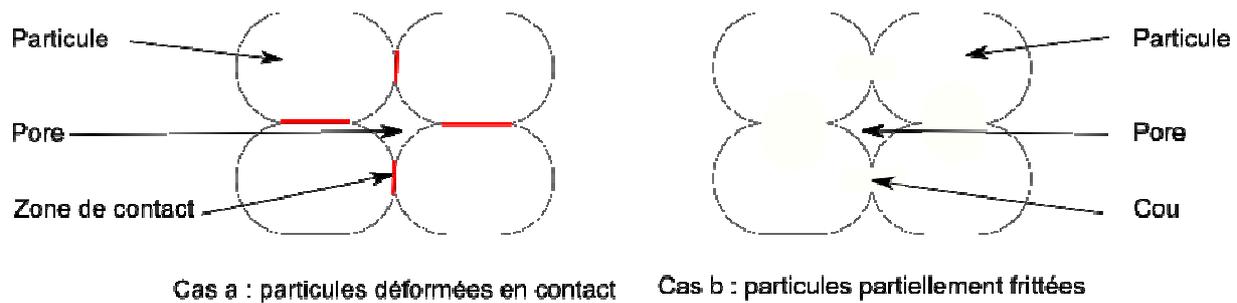


Figure IV - 17 : Schéma des contacts entre (a) particules sphériques déformées (non frittées) et (b) entre particules déformées et partiellement frittées.

Lorsque le contact entre les particules est mauvais comme dans le cas d'un échantillon impacté à très basse température, le courant circule mal dans les particules (cas du point isolé Figure IV - 12). Lorsque le contact entre les particules est suffisamment bon sans pour autant qu'il y ait de liaisons physiques créées entre les particules (cous de frittage) comme dans le cas d'échantillons compactés fortement à basse température, le courant parvient à circuler à travers l'échantillon et les seuls résistances qu'il peut rencontrer sont les pores et les résistances des zones de contact entre les particules. Lorsque le contact entre les particules est assuré via des liaisons physiques comme dans le cas des échantillons frittés, le courant circule également dans l'échantillon et les seuls résistances électriques rencontrées sont dues aux pores. Il est possible de faire l'approximation que la résistivité de l'air emprisonné dans les pores est de très loin supérieure à celle des particules de cuivre en contact même en considérant une couche d'oxyde en surface. Au final, la conductivité électrique ne dépend pas beaucoup de l'état microstructural de déformation (taille des grains, défauts cristallins comme les

dislocations, etc.) mais essentiellement de la densité relative (fraction de matériau apte à conduire le courant).

#### 4.5.2 Limite d'élasticité

Comme indiquée au *paragraphe 4.2.2.3*, la limite d'élasticité de l'échantillon de cuivre ODS dépend principalement de types de durcissement : un durcissement par précipitation selon le mécanisme d'Orowan, un durcissement dû aux joints de grains obéissant à la loi Hall et Petch et un durcissement prenant en compte l'écroutissage de la matrice.

Les particules d'oxydes présentes dans le cuivre provoquent un durcissement structural (cf. *paragraphe 4.2.2.1*) et il a été nécessaire de les caractériser afin d'évaluer cette contribution. L'analyse d'image via le logiciel ImageJ des surfaces polies des échantillons frittés observés par MEB ont permis de révéler la taille et la distribution de taille des précipités d'oxyde de cuivre. Le grandissement des images MEB sur lesquelles sont effectuées les analyses d'image est choisi en fonction de la taille des oxydes et le seuil de détection des oxydes est fixé à 10 pixels. L'objectif de l'analyse d'image est de binariser l'image MEB de façon à déterminer simplement la distribution des tailles d'oxyde et donc une taille moyenne. Un exemple d'analyse d'image à partir d'une image MEB est présenté Figure IV - 18.

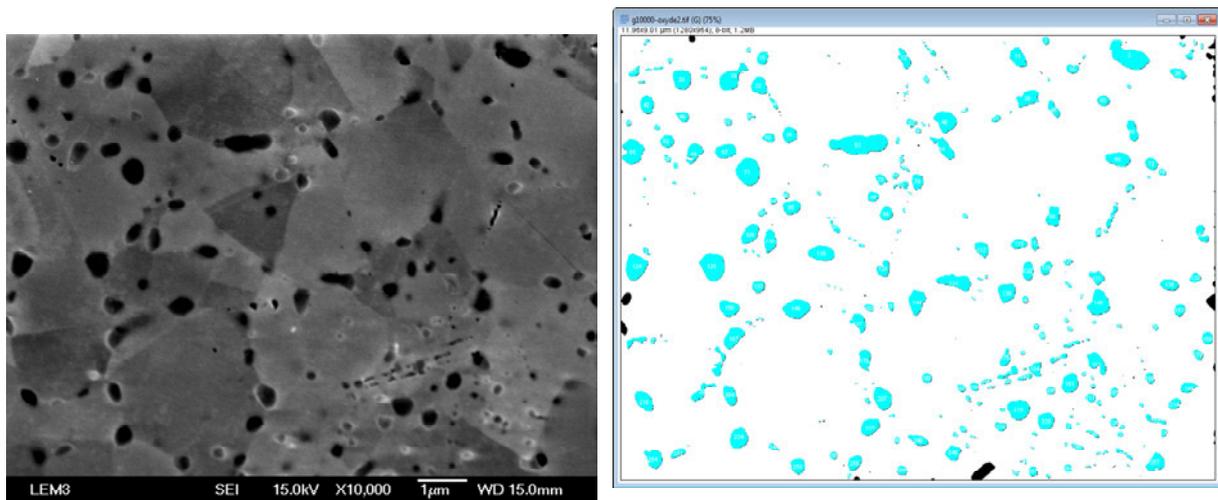


Figure IV - 18 : Oxydes de cuivre. Image MEB (gauche) et après analyse d'image via ImageJ (droite). Les oxydes sur les bords ne sont pas pris en compte dans les calculs.

Le traitement d'image Figure IV - 18 est effectué de la même manière sur toutes les images MEB analysées par la suite. Afin d'avoir une bonne statistique de comptage, l'analyse de la taille des oxydes est effectuée à partir de 7 clichés MEB pris aléatoirement sur la surface polie d'un échantillon et présentant au minimum 300 particules d'oxydes.

Les tailles d'oxyde pour des échantillons mis en forme à deux températures différentes, 450°C et 600°C, ainsi que les contributions d'Orowan à la limite d'élasticité des précipités d'oxyde de cuivre

pour différents traitements thermo-mécaniques, calculées à partir de l'équation (IV-1), sont données Tableau IV - 5.

	450°C		600°C	
	Diamètre moyen des particules d'oxyde (nm)	Contribution d'Orowan (MPa)	Diamètre moyen des particules d'oxyde (nm)	Contribution d'Orowan (MPa)
<b>Pas d'impact</b>	205	74	236	55
<b>1 impact</b>	219	65	240	52
<b>Palier 3 min</b>			270	38
<b>5 impacts</b>	213	68	280	34
<b>Palier 6 minutes</b>				
<b>9 impacts</b>	218	65		

**Tableau IV - 5 : Contribution d'Orowan à la limite d'élasticité.**

Pour une température de frittage de 450°C, la taille des oxydes est indépendante du traitement thermo-mécanique associé. En effet, celle-ci reste constante à environ 210-215 nm quel que soit le temps de frittage associé. Comparativement, lorsque la température de frittage augmente à 600°C, la taille des oxydes augmente et passe à 236 nm pour un temps de maintien nul (pas d'impact et 1 impact) et 270 nm pour un temps de maintien de 3 minutes (3 minutes et 5 impacts). Le fait d'impacter l'échantillon ne semble pas avoir d'influence sur l'évolution de la taille des particules d'oxydes.

En conséquence, les contributions d'Orowan pour les traitements de consolidation réalisés à 450°C sont proches de 70 MPa alors qu'elles ne sont plus que de 55 MPa à 600°C sans maintien en température et diminuent jusqu'à 36 MPa pour un maintien de 3 minutes à 600°C.

Il a été nécessaire de déterminer la taille des grains afin d'estimer la contribution des grains à la limite d'élasticité selon le durcissement de Hall-Petch (cf. *paragraphe 4.2.2.2*). Celle-ci est calculée à partir des images EBSD. La détection des grains est réalisée à partir d'un critère de désorientation entre pixels voisins. Tous les pixels voisins désorientés de moins de 15° sont considérés comme appartenant au même grain.

L'image Figure IV - 19 présente un exemple de microstructure obtenue par analyse EBSD. Les couleurs représentent les orientations cristallines. Aucune orientation préférentielle n'est observée. En parallèle, le graphique Figure IV - 19 rassemble les distributions surfaciques et volumiques de la taille de grain obtenues après analyse d'image combinée à l'analyse de Saltykov (méthode décrite en *Annexes*).

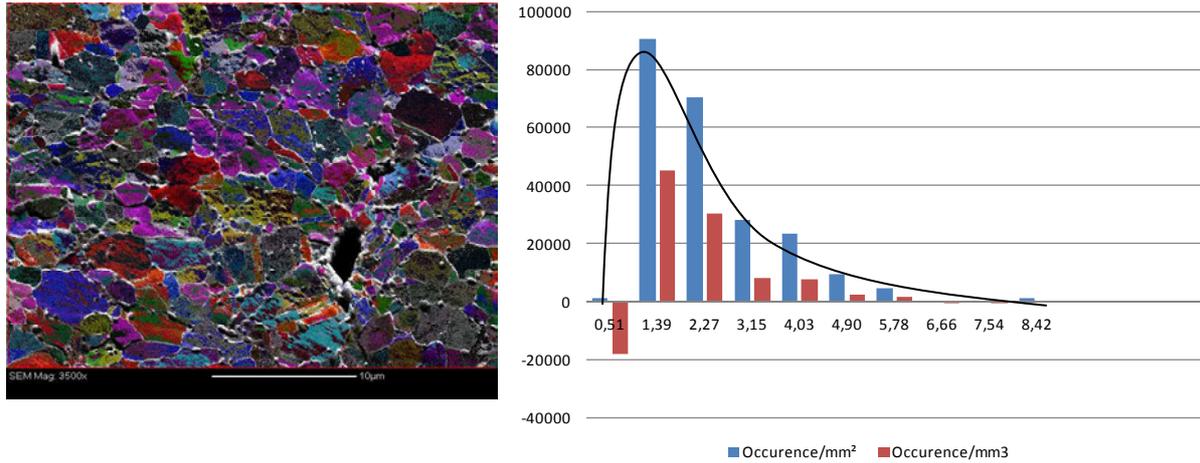


Figure IV - 19 : Image EBSD superposée à l'image MEB (gauche) et distribution volumique et surfacique de la taille des grains correspondant (droite).

À partir de l'image Figure IV - 19, il est possible de déterminer le nombre de classes pour discrétiser la distribution de taille de grains. Ce nombre de classe est donné par l'équation (IV-4) :

$$K = 1 + 10 \log \left( \frac{N}{3} \right) \quad (\text{IV-4})$$

Avec  $K$  le nombre de classes et  $N$  le nombre total de grains. À partir du nombre de classe, l'écart entre les classes peut être déduit (équation (IV-5)).

$$\Delta = \frac{d_{max}}{K} \quad (\text{IV-5})$$

Avec  $\Delta$  l'écart entre 2 classes et  $d_{max}$  le diamètre du plus gros grain détecté sur l'image.

Le graphique en barres bleues de la Figure IV - 19 représente la distribution surfacique de grains répartie en  $K$  classes séparées par un pas  $\Delta$ , qui vérifie une loi log normale caractéristique d'une distribution de taille des grains [123].

Pour déterminer la répartition volumique des grains représentée par le graphique en barres rouges Figure IV - 19, la méthode corrective de Saltykov est appliquée à la distribution surfacique précédemment déterminée. La répartition volumique de la classe de grains la plus petite est négative, ce qui est possible si le nombre mesuré de sections de la plus petite dimension est trop faible [123].

Les tailles des grains déterminées par la méthode corrective de Saltykov ainsi que les contributions de Hall-Petch à la limite d'élasticité pour différents traitements thermo-mécaniques sont données Tableau IV - 6.

	450°C		600°C	
	Taille de grain (µm)	Contribution de Hall-Petch (MPa)	Taille de grain (µm)	Contribution de Hall-Petch (MPa)
<b>Pas d'impact</b>	1,80	124	2,14	115
<b>1 impact</b>	1,75	126	1,96	120
<b>Palier 3 min</b>			1,89	122
<b>5 impacts</b>	1,92	121	2,13	116
<b>Palier 6 minutes</b>				
<b>9 impacts</b>	1,46	137		

**Tableau IV - 6 : Contribution de Hall-Petch à la limite d'élasticité.**

La taille des grains évolue peu dans les domaines de température et pour les temps de frittage considérés, ce qui peut être expliqué par des températures et des temps de frittages associés trop faibles pour favoriser la croissance des grains, ou par le blocage de la croissance des grains par les précipités de Cu<sub>2</sub>O présents dans l'échantillon. Par conséquent, les contributions de Hall-Petch à la limite d'élasticité ne sont pas très différentes quel que soit le traitement thermo-mécanique envisagé.

Les contributions des précipités  $\Delta\sigma_{Orowan}$  et de la taille des grains  $\Delta\sigma_{Hall-Petch}$  présentées précédemment ne sont pas les seules à participer à la limite d'élasticité. Les défauts introduits lors du traitement thermo-mécanique sous forme de dislocations et regroupés dans le terme  $\Delta\sigma_{Matrice}$  ont également une influence. Afin de déterminer  $\Delta\sigma_{Matrice}$ ,  $R_{p0,2}$  est comparé à  $\Delta\sigma_{Orowan} + \Delta\sigma_{Hall-Petch}$ , la différence entre les deux termes étant  $\Delta\sigma_{Matrice}$ . Cependant, cette relation n'est vraie que pour des matériaux totalement denses. Pour des matériaux poreux, il convient de prendre en compte la contribution des pores à la limite d'élasticité. Cette dernière peut être approximée dans le cas à partir de la relation de Gibson-Ashby, initialement développée pour des matériaux cellulaires [109, 111] (équation (IV-6)) :

$$\frac{\sigma^*}{\sigma_s} = 0,3 \left( \varphi \frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{\frac{3}{2}} + (1 - \varphi) \frac{\rho^*}{\rho_s} \quad (IV-6)$$

Avec  $\sigma^*$  la limite d'élasticité du matériau poreux en MPa,  $\rho^*$  la densité du matériau poreux en g/cm<sup>3</sup>,  $\sigma_s$  la limite d'élasticité du matériau totalement dense en MPa,  $\rho_s$  la densité du matériau totalement dense en g/cm<sup>3</sup> et  $\varphi$  la fraction volumique des pores. La valeur de  $\rho_s$  sera fixée à  $\rho_s = 8,68 \text{ g/cm}^3$  pour le reste de l'étude et a été déterminée à partir de la loi des mélanges en considérant la densité du cuivre, celle de son oxyde Cu<sub>2</sub>O et la fraction volumique de précipité dans la matrice de cuivre.

Connaissant la valeur de  $\varphi$  pour chaque échantillon, les valeurs des contributions de  $\Delta\sigma_{Matrice}$  sont obtenues pour les échantillons de cuivre en fonction des traitements thermo-mécaniques à 450°C (Tableau IV - 7).

	450°C, pas d'impact	450°C, 1 impact	450°C, 5 impacts	450°C, 9 impacts
$\varphi$ (%)	26	21	15	13
$\Delta\sigma_{Orowan} + \Delta\sigma_{Hall-Petch}$ (MPa)	198	191	189	202
$\sigma_s$ (MPa)	109	184	210	222
$\Delta\sigma_{Matrice}$ (MPa)	(-89)	(-7)	21	20

Tableau IV - 7 :  $\Delta\sigma_{Matrice}$  pour différents traitements thermo-mécaniques à la température de mise en forme de 450°C.

La valeur de  $\Delta\sigma_{Matrice}$  augmente avec le nombre d'impacts lors d'un traitement thermique à 450°C, puis se stabilise a une valeur constante à partir de 5 impacts. Les échantillons mis en forme à 450°C sans impact et 450°C avec 1 impact présentent une valeur de  $\Delta\sigma_{Matrice}$  négative. Cette valeur négative peut avoir comme origine le fort taux de porosité (26%) ne permettant pas au matériau d'atteindre sa valeur de limite d'élasticité avant de se fracturer lors des essais de compression et faussant ainsi les calculs (Figure IV - 20).

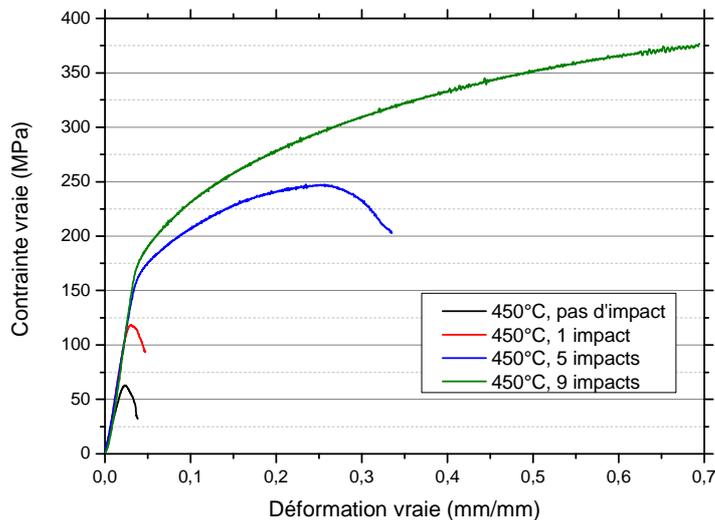


Figure IV - 20 : Courbes contrainte - déformation obtenues pour les échantillons de cuivre ayant subi un traitement thermique à 450°C.

En effet, les échantillons mis en forme à 450°C sans impact et 450°C avec 1 impact se sont fragmentés avant d'atteindre leur zone plastique et la limite d'élasticité déterminée graphiquement est donc sous-estimée par rapport à leur valeur réelle, d'où la valeur négative de  $\Delta\sigma_{Matrice}$ . L'échantillon mis en

forme à 450°C avec 1 impact présente une valeur quasi nulle de  $\Delta\sigma_{Matrice}$ , ce qui signifie que l'échantillon n'a pas stocké d'énergie lors de l'impact ou bien que les effets négatifs observés sont compensés par l'effet positif de l'écroutissage. Les échantillons impactés 5 et 9 fois à 450°C ont une valeur de  $\Delta\sigma_{Matrice}$  constante autour de 20 MPa, ce qui veut dire que le matériau a emmagasiné de l'énergie lors des impacts, mais que la valeur de cette énergie atteint rapidement un palier.

L'hypothèse de la fragmentation des échantillons avant d'avoir atteint la zone de déformation plastique et donc la sous-estimation de la valeur de la limite d'élasticité va être vérifiée par l'observation des faciès de rupture (Figure IV - 21).

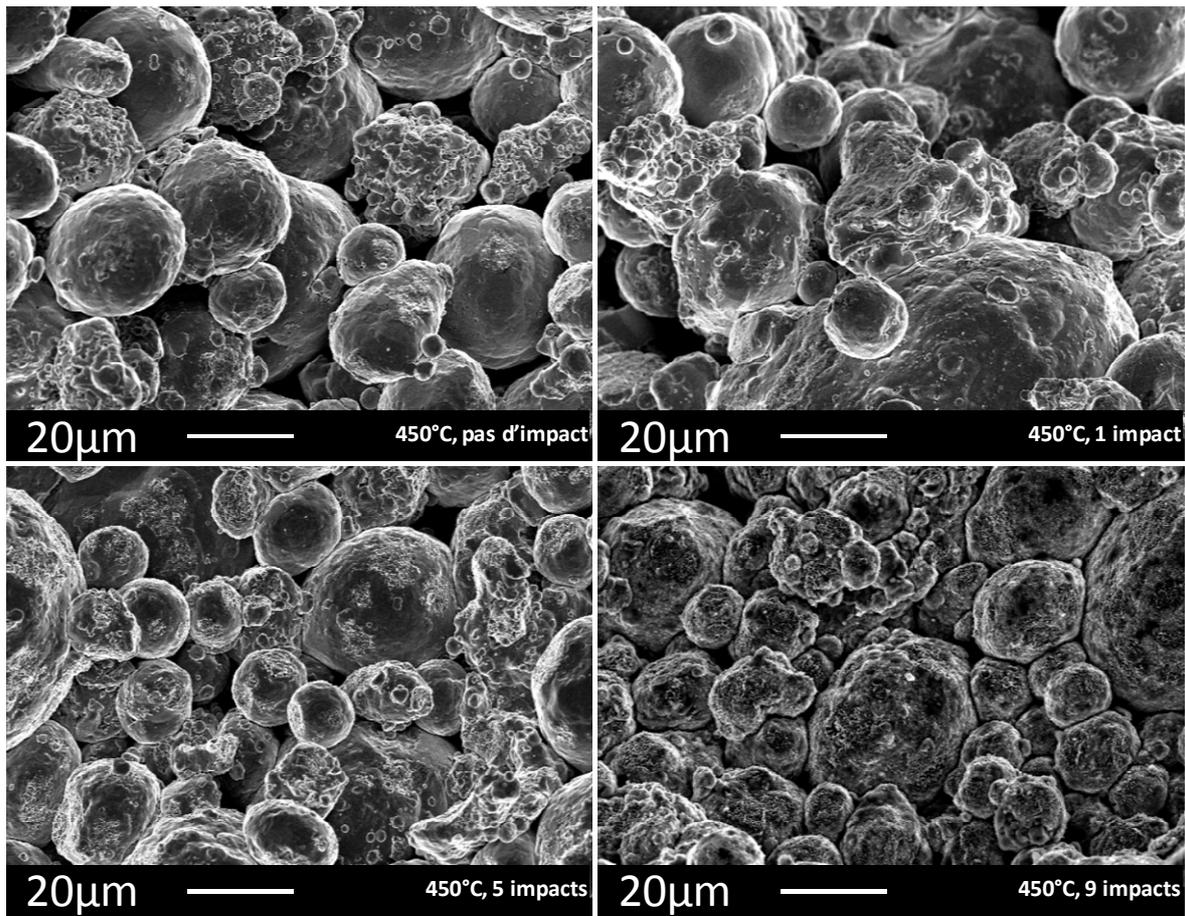


Figure IV - 21 : Faciès de rupture des échantillons avec un traitement thermique à 450°C.

En effet, les échantillons frittés à 450°C avec 1 impact ou sans impacts présentent peu ou pas de cupules à la surface des particules de poudre, ce qui veut dire que le traitement thermo-mécanique n'a pas été suffisant pour induire une cohésion entre les particules. Au contraire, les échantillons frittés à 450°C avec 5 et 9 impacts montrent une proportion importante de cupules sur la surface des particules de cuivre et possèdent donc une certaine cohésion (confirmé par la Figure IV - 20).

Pour un traitement thermique à plus haute température (600°C), les valeurs de  $\Delta\sigma_{Matrice}$  sont rassemblées Tableau IV - 8.

	600°C, pas d'impact	600°C, 1 impact	600°C, Palier 3 minutes	600°C, 5 impacts
$\varphi$ (%)	16	12	11	7
$\Delta\sigma_{Orowan} + \Delta\sigma_{Hall-Petch}$ (MPa)	170	172	160	150
$\sigma_s$ (MPa)	149	170	160	194
$\Delta\sigma_{Matrice}$ (MPa)	(-21)	(-2)	0	44

**Tableau IV - 8 : Détermination de  $\Delta\sigma_{Matrice}$  pour différents traitements thermo-mécaniques à la température de mise en forme de 600°C.**

De manière similaire aux échantillons obtenus à 450°C,  $\Delta\sigma_{Matrice}$  évolue avec les traitements thermo-mécaniques à 600°C. Les valeurs de  $\Delta\sigma_{Matrice}$  pour la mise en forme à 600°C sans impact et avec un impact sont négatives et sont respectivement de -21 MPa et de -2 MPa. La même explication que précédemment est avancée, à savoir une tenue mécanique trop faible pour atteindre la valeur réelle de la limite d'élasticité. Lors d'un traitement thermique seul (3 minutes à 600°C), la valeur de  $\Delta\sigma_{Matrice}$  est nulle. Le traitement thermique seul à cette température n'induit pas de durcissement de la matrice. Cependant, la réalisation de 5 impacts durant ce temps de traitement thermique (3 minutes) permet de faire évoluer  $\Delta\sigma_{Matrice}$  vers une valeur élevée de 44 MPa. Cette valeur est deux fois plus importante que celle déterminée pour l'échantillon mis en forme à 450°C et avec 5 impacts.

Afin de déterminer l'évolution de  $\Delta\sigma_{Matrice}$  en fonction des paramètres de mise en forme, l'évolution de la limite d'élasticité lors d'essais sous sollicitation dynamique est étudié via :

- des échantillons de cuivre ayant des densités équivalentes mais des limites d'élasticités différentes (cadre A Figure IV - 22)
- des échantillons ayant des limites d'élasticités équivalentes mais des densités différentes (cadre B Figure IV - 22).

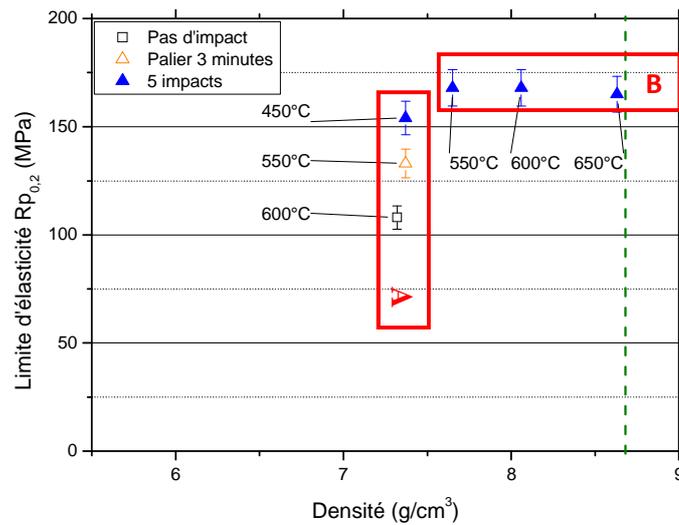


Figure IV - 22 : Évolution de la limite d'élasticité à densité équivalente (A) et optimisation de la densité à limite d'élasticité équivalente

Les 3 échantillons représentatifs de l'évolution des propriétés mécaniques pour une densité donnée (A) sont : 600°C sans impact, 550°C avec 3 minutes de maintien et 450°C avec 5 impacts. Les échantillons représentatifs de l'évolution de la valeur de la densité pour des échantillons présentant une limite d'élasticité optimale (B) sont : 550°C avec 5 impacts, 600°C avec impacts et 650°C avec 5 impacts.

Le Tableau IV - 9 résume les données physiques et mécaniques pour 3 échantillons de cuivre ODS possédant des densités équivalentes mais des limites d'élasticité différentes (cadre A Figure IV - 22), ainsi que les valeurs de renfort mécanique calculées à partir des contributions microstructurales (taille des grains et tailles d'oxydes).

	600°C, pas d'impact	550°C, Palier 3min	450°C, 5 impacts
$\varphi$ (%)	15,7	15,1	15,1
$R_{p_{0,2}}$ (MPa)	108	133	154
$\Delta\sigma_{Hall-Petch}$ (MPa)	115	113	121
$\Delta\sigma_{Orowan}$ (MPa)	55	57	68
$\sigma_s$ (MPa)	149	181	210
$\Delta\sigma_{Matrice}$ (MPa)	(-21)	11	21

Tableau IV - 9 : Évolution de  $\Delta\sigma_{Matrice}$  pour 3 échantillons possédant une densité équivalente

Le Tableau IV - 9 montre que pour des échantillons de cuivre ODS ayant une densité identique mais des limites d'élasticité différentes,  $\Delta\sigma_{Matrice}$  varie. Il est possible de définir un paramètre adimensionnel  $\alpha$  tel que (équation IV-7) :

$$\alpha = \frac{\Delta\sigma_{Matrice}}{\sigma_s} \tag{IV-7}$$

Ce paramètre  $\alpha$  permet de prendre en compte l'évolution de  $\Delta\sigma_{Matrice}$  par rapport à la limite d'élasticité du matériau dense, c'est-à-dire que la contribution de la porosité n'est pas prise en compte.

**Le paramètre  $\alpha$  est donc représentatif de l'énergie stockée dans le matériau indépendamment de la porosité résiduelle.** Ainsi, l'évolution du coefficient  $\alpha$  en fonction des paramètres thermo-mécaniques est indiqué dans le Tableau IV - 10.

	<b>600°C, pas d'impact</b>	<b>550°C, Palier 3min</b>	<b>450°C, 5 impacts</b>
$\alpha$ (-)	-0,14	0,06	0,1

**Tableau IV - 10 : Évolution du paramètre  $\alpha$  pour 3 échantillons de même densité**

À densité équivalente,  $\alpha$  évolue de la même manière que  $\Delta\sigma_{Matrice}$  car il est lié à la porosité du matériau. Les résultats du Tableau IV - 10 montrent que la réalisation d'un traitement thermo-mécanique permet de stocker plus d'énergie dans l'échantillon qu'un traitement thermique seul.

Afin d'expliquer ces résultats ainsi que l'origine de  $\Delta\sigma_{Matrice}$ , les microstructures des 3 échantillons sont considérées Figure IV - 23. Les sous joints, dont la désorientation est comprise entre 5° et 15°, sont représentés par des lignes jaunes. Les joints de grains ont été considérés pour des valeurs de désorientation comprise entre 15° et 58° et sont représentés en violet. Enfin, les macles, dont la désorientation est comprise entre 58° et 62° sont représentées en violet.

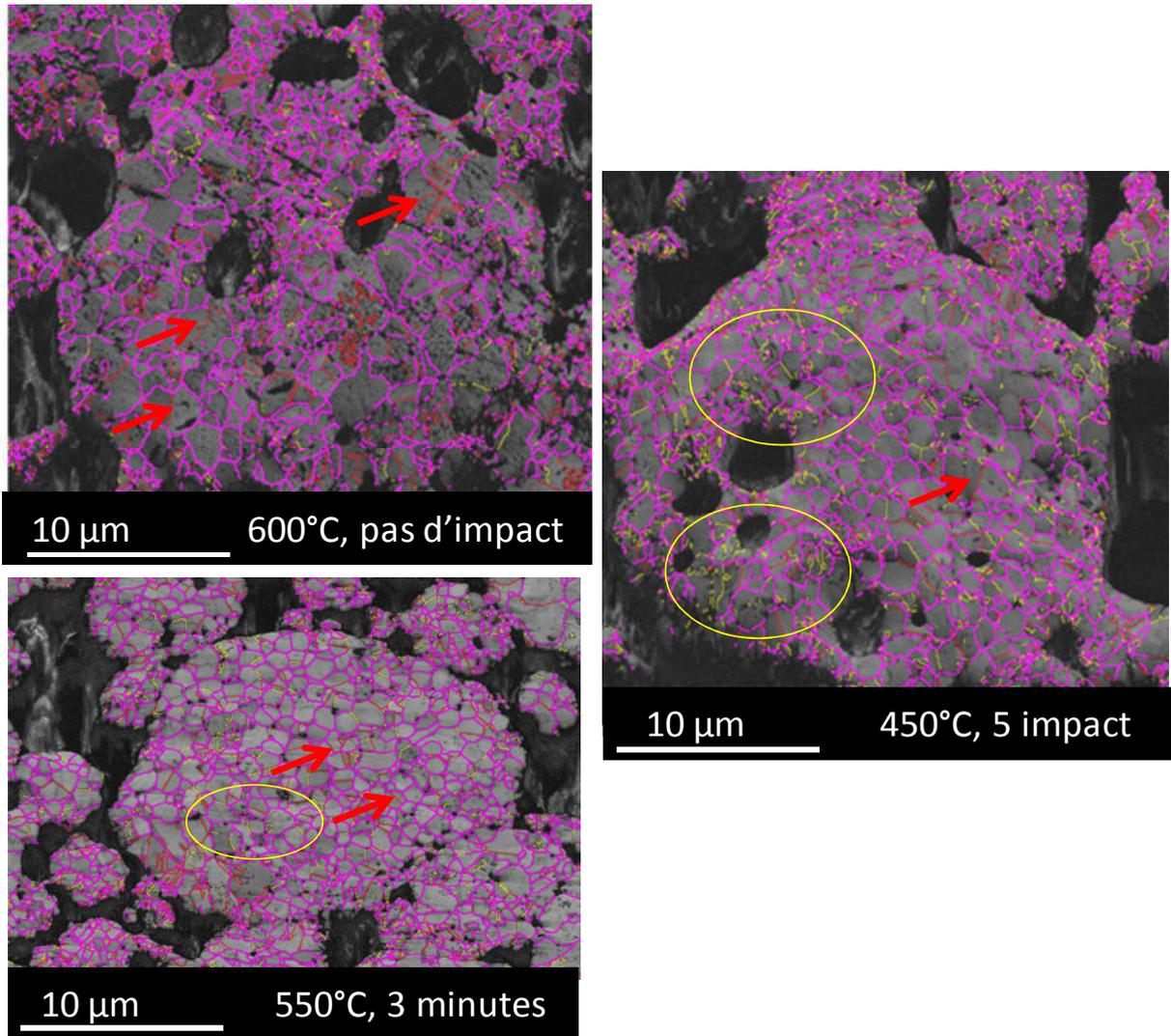


Figure IV - 23 : Représentation des distributions de désorientation angulaires ( $5^\circ < \text{jaune} < 15^\circ$ ,  $15^\circ < \text{violet} < 58^\circ$ ,  $58^\circ < \text{rouge} < 62^\circ$ ) pour 3 échantillons possédant des densités équivalentes mais des limites d'élasticité différentes.

Les 3 échantillons possédant des densités équivalentes présentent des microstructures différentes. Alors que les 3 échantillons possèdent une taille de grain moyenne équivalente (lignes violettes), la répartition des désorientations angulaires spécifiques (sous joints pour les valeurs de désorientation inférieures à  $15^\circ$  et macles pour des valeurs de désorientation comprises entre  $58^\circ$  et  $62^\circ$ ) diffère selon les conditions de mise en forme. Ainsi, l'échantillon mis en forme à  $600^\circ\text{C}$  sans impact contient des macles (flèches rouges) mais peu de grains de faible désorientation sont observés. Lors d'un traitement thermique à  $550^\circ\text{C}$  durant 3 minutes, la limite d'élasticité est améliorée. La microstructure correspondante présente également des macles (flèches rouges) et il est possible de détecter quelques zones de sous joints (cercle jaune). Enfin, la limite d'élasticité la plus élevée pour ces 3 échantillons est obtenue pour un traitement thermo-mécanique à  $450^\circ\text{C}$  avec 5 impacts. Les macles sont toujours présentes dans la microstructure mais la proportion de zones contenant des grains de faible désorientation y est la plus élevée.

Ces résultats sont confirmés par l'observation des profils de désorientations cristallines déterminés par EBSD pour les échantillons possédant une limite d'élasticité équivalente, Figure IV - 24.

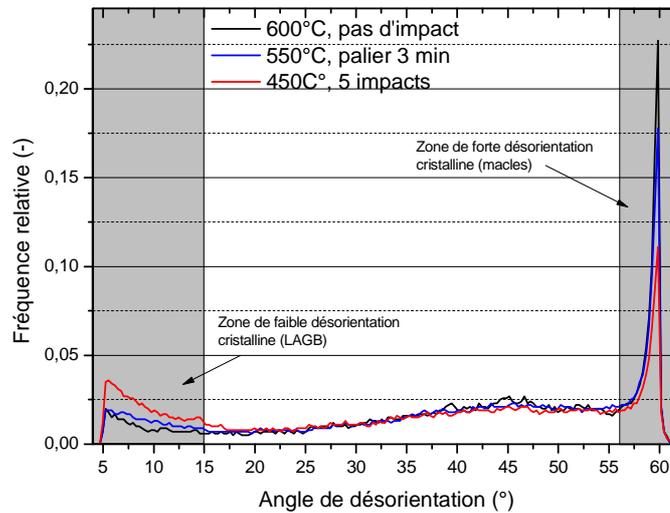


Figure IV - 24 : Évolution de la désorientation cristalline en fonction des traitements thermo-mécaniques pour 3 échantillons ayant une densité équivalente et des limites d'élasticité différentes.

Lorsque les paramètres thermo-mécaniques de mise en forme sont modifiés, des changements sont observés majoritairement dans deux domaines de désorientation cristalline Figure IV - 24.

D'un côté, le domaine des faibles désorientations cristallines où Low Angle Grain Boundary (LAGB) est situé pour des désorientations angulaires comprises entre 5° et 15°. C'est dans ce domaine de désorientations que se trouvent les cellules de dislocations se formant lors du stockage de l'énergie résiduelle dans la matrice cuivre. L'évolution des désorientations dans ce domaine donne donc des indications sur le stockage de l'énergie qui a eu lieu. Sur la Figure IV - 24, la proportion de LAGB augmente quand  $\alpha$  augmente. Ainsi, le cuivre ODS mis en forme avec 5 impacts à 450°C et qui a un coefficient  $\alpha = 0,1$  possède une proportion de LAGB plus importante qu'un échantillon traité seulement de façon thermique avec un coefficient  $\alpha = 0,06$ .

D'autre part, le domaine de fortes désorientations cristallines où se trouvent les macles est situé autour de 60°. Celles-ci peuvent être d'origine thermique ou mécanique et il est difficile de différencier les deux. Il est observé que la proportion de macles diminue lorsque  $\alpha$  augmente et que le taux de LAGB augmente également afin de maintenir une distribution cumulée constante. En effet, la distribution de désorientation angulaire entre 15° et 58° est sensiblement la même pour les 3 échantillons.

**La quantité d'énergie résiduelle stockée dans le matériau, représentée par le coefficient  $\alpha$ , est corrélée à la proportion de LAGB. Pour 3 échantillons à densité équivalente,  $\alpha$  évolue de manière plus prononcée après un traitement thermo-mécanique qu'avec un traitement**

**thermique seul. La réalisation de multiples impacts aide ici au stockage de l'énergie résiduelle dans le matériau sous forme de cellules de dislocations.**

Une analyse similaire a été menée pour 3 échantillons possédant une limite d'élasticité identique mais des densités différentes (cadre B Figure IV - 22) et les résultats sont synthétisés dans le Tableau IV - 11.

	550°C, 5 impacts	600°C, 5 impacts	650°C, 5 impacts
$\varphi$ (%)	12,1	7,3	0,9
$R_{p0,2}$	168	168	165
$\Delta\sigma_{Hall-Petch}$ (MPa)	113	116	110
$\Delta\sigma_{Orowan}$ (MPa)	58	34	17
$\sigma_s$ (MPa)	213	194	167
$\Delta\sigma_{Matrice}$ (MPa)	42	44	40
$\alpha$ (-)	0,20	0,23	0,24

Tableau IV - 11 : Évolution de  $\Delta\sigma_{Matrice}$  et  $\alpha$  pour 3 échantillons ayant une limite d'élasticité équivalente

Contrairement aux résultats précédents (Tableau IV - 9), l'évolution de la densité à limites d'élasticité équivalente est expliquée par une baisse de la contribution  $\Delta\sigma_{Orowan}$ . En effet, la taille des grains reste constante alors que la taille des oxydes augmente. Pour les 3 échantillons du Tableau IV - 11, alors que  $\Delta\sigma_{Matrice}$  reste constant autour de 40 MPa, le coefficient  $\alpha$  évolue.

Les microstructures des 3 échantillons possédant une limite d'élasticité équivalente mais des densités différentes sont présentées Figure IV - 25. Les mêmes codes couleurs que lors de la description de la Figure IV - 23 sont employés.

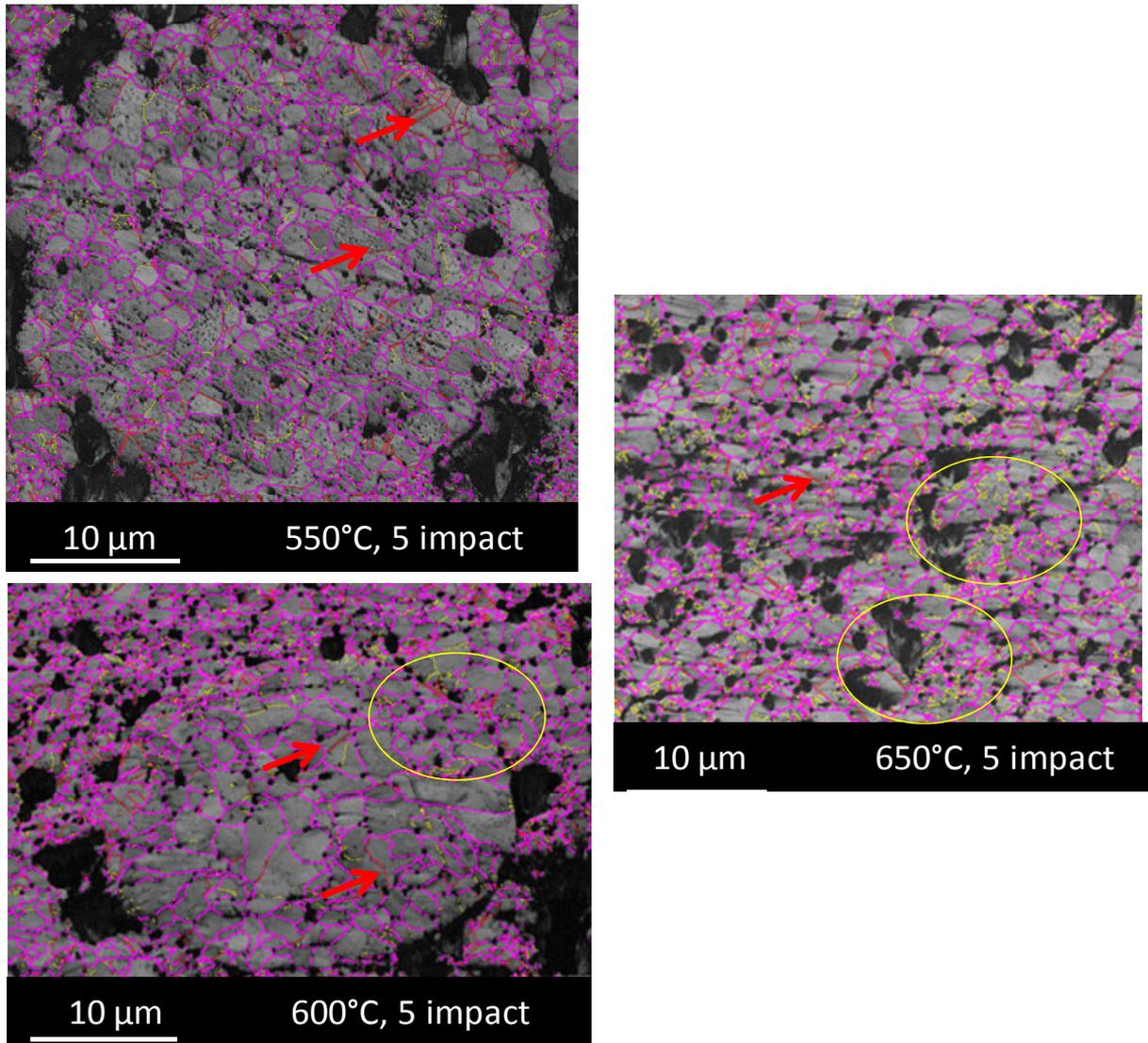


Figure IV - 25 : Représentation des distributions de désorientation angulaires ( $5^\circ < \text{jaune} < 15^\circ$ ,  $15^\circ < \text{violet} < 58^\circ$ ,  $58^\circ < \text{rouge} < 62^\circ$ ) pour 3 échantillons possédant une limite d'élasticité identique mais des densités différentes).

Les 3 échantillons ont reçu 5 impacts successifs à des températures croissantes : 550°C, 600°C et 650°C. L'étude de l'évolution de microstructures montre qu'il y a une modification progressive de la proportion de joints de faible désorientation. En effet, à 550°C et 5 impacts, des macles sont détectées mais très peu de sous joints sont observés. Lorsque la température augmente à 600°C pour un même nombre d'impacts reçus, des zones contenant des joints de faible désorientation (dans le cercle jaune) apparaissent. Enfin, lorsque la température augmente encore et atteint 650°C, la proportion de sous joints devient encore plus importante. Cette évolution de la proportion de sous joints avec l'augmentation de la température de mise en forme lorsque 5 impacts sont réalisés explique l'évolution du coefficient  $\alpha$ .

Cette évolution est corrélée à l'observation des profils de désorientations cristallines, Figure IV - 26.

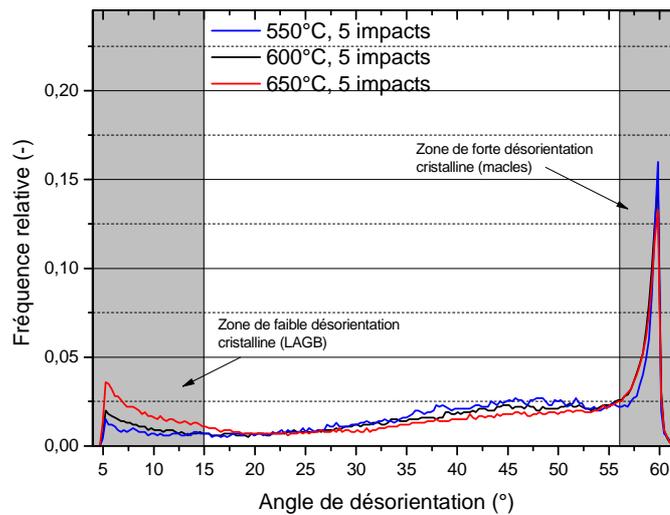


Figure IV - 26 : Évolution de la désorientation cristalline en fonction des traitements thermo-mécaniques pour 3 échantillons ayant une limites d'élasticité équivalente et des densités différentes.

La proportion de LAGB évolue avec la température à laquelle est effectué le traitement mécanique. Or  $\alpha$  augmente avec la température à laquelle sont effectués les 5 impacts. L'évolution du coefficient  $\alpha$  est alors liée à la proportion des LAGB.

**En résumé, la réalisation successive de plusieurs impacts en température permet le stockage de l'énergie dans la microstructure sous forme de LAGB et ce stockage est d'autant plus efficace que le traitement mécanique est effectué à haute température.**

## 4.6 Conclusion

En conclusion, l'influence d'un traitement thermo-mécanique réalisé grâce au dispositif DCRS sur les propriétés physiques d'un cuivre ODS dépend à la fois de la température du traitement mécanique et du traitement mécanique réalisé. Pour des "basses/moyennes" températures, la réalisation d'impacts permet une augmentation de la densité relative de l'échantillon via une réorganisation et une compaction des particules de poudre. La réalisation de multiples impacts (5) à des températures moyennes permet d'atteindre des densités relatives proches de 100 % à des températures aussi basses que 650°C, alors qu'il faut atteindre 850°C lors d'un traitement thermique seul pour atteindre cette valeur de densité relative. L'apport du traitement mécanique via la sollicitation dynamique permet un gain de 200°C par rapport à la réalisation d'un traitement thermique seul. Ce gain en température peut permettre une mise en forme de matériaux massifs nanostructurés sur une plage de température plus importante et ainsi permettre de contrôler la croissance granulaire. La réalisation de sollicitation dynamique à températures "moyennes/hautes" favorise l'amélioration des propriétés physiques par rapport à un traitement thermique seul. L'échantillon se trouve dans une configuration énergétique plus

#### Chapitre 4 : Durcissement structural d'un cuivre ODS par le procédé DCRS

favorable pour stocker de l'énergie dans la microstructure sous forme d'accumulations de dislocations. Ainsi, l'optimisation des traitements thermo-mécaniques sur un cuivre ODS permet d'obtenir des échantillons aux propriétés contrôlées : porosité, limite d'élasticité, conductivité électrique.

**CHAPITRE 5**  
**INFLUENCE DE LA COMPACTION DYNAMIQUE SUR LA**  
**MICROSTRUCTURE ET LES PROPRIETES MECANIQUES**

## 5.1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est de mieux cerner le potentiel du procédé DCRS dans sa globalité et notamment d'appréhender les modifications microstructurales induites par la sollicitation dynamique. Pour cela, une poudre de métal pur dont les mécanismes de déformation et de stockage de l'énergie sont supposés différents de ceux existant dans le cuivre ODS étudié précédemment sera sollicitée dynamiquement. Dans un premier temps, l'étude de l'évolution des propriétés mécaniques lors de la consolidation est réalisée via (i) le moment d'impact durant la montée en température et (ii) sa vitesse et donc l'amplitude de la contrainte engendrée à l'impact.

La première partie de ce chapitre est consacrée à l'étude de l'effet de l'impact sur les propriétés mécaniques selon les domaines de températures et les vitesses d'impact envisagés. Contrairement au *chapitre 4* où l'impact est réalisé en fin de cycle thermique, la sollicitation dynamique réalisée dans cette étude a lieu durant le cycle thermique. Par ailleurs, l'étude d'influence de la vitesse d'impact sur les propriétés mécaniques a également été abordée.

La seconde partie de ce chapitre porte sur la potentialité d'optimiser la quantité d'énergie résiduelle stockée dans le matériau en vue d'améliorer ses propriétés mécaniques. Pour cela, des essais de sollicitation dynamique à différentes vitesses et différentes températures sont effectués après une étape de consolidation, c'est à dire durant le refroidissement.

Le choix du nickel comme matériau d'étude se justifie par sa plus grande stabilité thermique que le cuivre et par le fait que c'est un métal pur et sans oxydes. Lors de l'étude de l'influence de la sollicitation dynamique sur les propriétés mécaniques d'un cuivre ODS *chapitre 4*, il a été montré que les effets de la sollicitation dynamique étaient différents suivant la température à laquelle ils étaient effectués. Lors de la sollicitation dynamique à "basse température", l'effet de l'impact était plutôt de densifier alors que des sollicitations dynamiques à plus hautes températures permettaient l'amélioration des propriétés physiques et mécaniques.

## 5.2 Matériaux et méthodes

Le matériau modèle retenu pour cette étude est une poudre de nickel (99,9% pur) de morphologie sphérique obtenue par atomisation.

### 5.2.1 Caractérisations de la poudre

La poudre de nickel utilisée dans cette étude a été caractérisée afin de contrôler et maîtriser ses caractéristiques structurales initiales. La distribution de taille de particules a été déterminée par granulométrie laser (*BECKMAN COULTER, modèle LS230*). Le fluide porteur employé est l'éthanol. La distribution granulométrique en volume est représentée Figure V - 1.

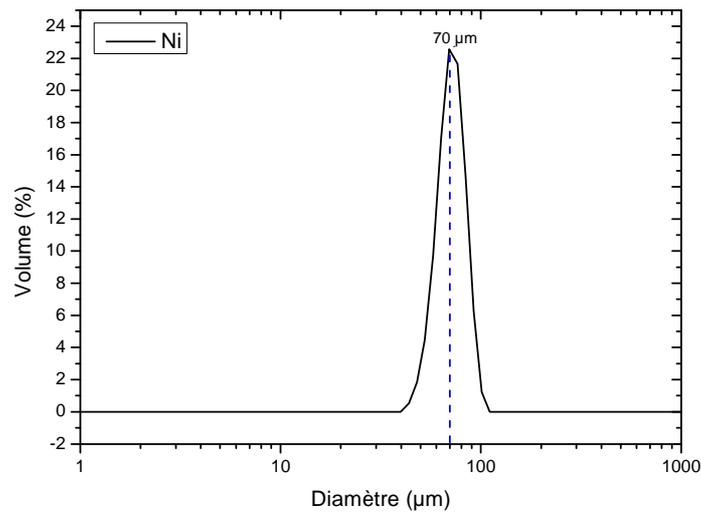


Figure V - 1 : Distribution granulométrique en volume de la poudre de nickel.

La distribution granulométrique de la poudre en volume est monomodale centrée sur 70 µm.

L'analyse microstructurale de la poudre par microscopie électronique à balayage (*Zeiss DSM 982 Gemini*) met en évidence que la poudre est de morphologie sphérique et de répartition monomodale avec une taille moyenne de 70 µm (Figure V - 2).

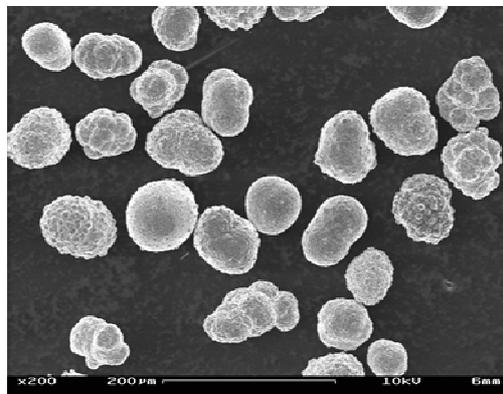


Figure V - 2: Imagerie en microscopie à balayage des poudres de nickel.

Les phases cristallines en présence dans la poudre de nickel ont été mises en évidence par diffraction des rayons X (DRX) (*Bruker, D8 Advance*). Le spectre DRX de la poudre est présenté Figure V - 3.

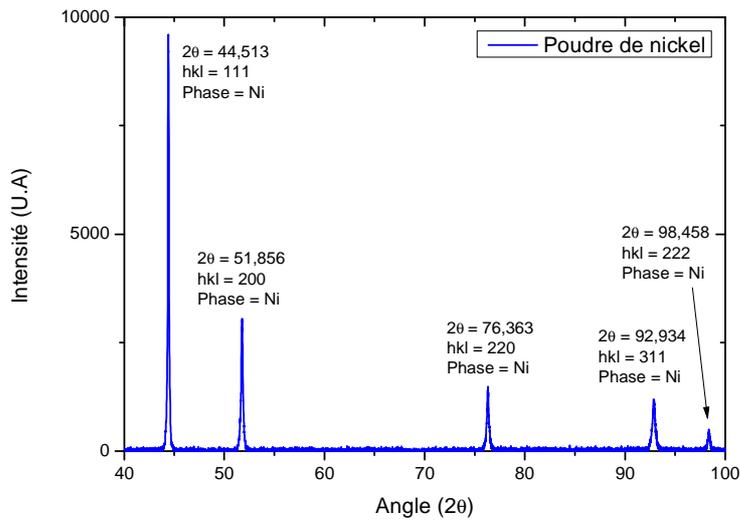


Figure V - 3: Spectre de diffraction des rayons X obtenu pour la poudre de nickel.

La diffraction des rayons X ne révèle pas la présence de phase cristalline secondaire autre que le nickel. En conclusion, la poudre de nickel employée dans cette étude est de morphologie sphérique, avec une répartition granulométrique monomodale centrée sur 70  $\mu\text{m}$  et ne présente pas de phase cristalline secondaire.

### 5.3 Effet de l'impact sur les propriétés physiques

Les conditions expérimentales mises en place pour étudier l'effet de l'impact sur les propriétés physiques se décomposent en deux parties :

L'effet du moment du ou des impact(s) lors d'un cycle de chauffe (*paragraphe 5.3.1.1*). Lors de ces essais, la matrice graphite et les barres en cuivre seront utilisées.

L'effet de l'amplitude du chargement dynamique via deux vitesses d'impact différentes, 14 m/s et 28 m/s (*paragraphe 5.3.1.2*). Lors de ces essais, une matrice en molybdène, pouvant supporter une charge plus importante que la matrice graphite, ainsi que des barres en cuivre-béryllium sont utilisées.

#### 5.3.1 Conditions expérimentales

La courbe dilatométrique de la poudre de nickel a été obtenue en fixant la vitesse de chauffe à 50°C/min et en travaillant sous une atmosphère en vide primaire et sous une pression quasi-statique uniaxiale de 15 MPa, Figure V - 4.

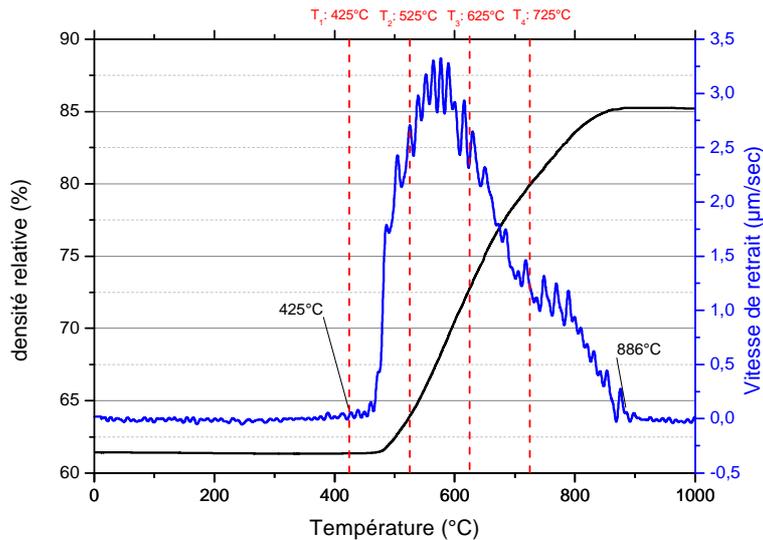


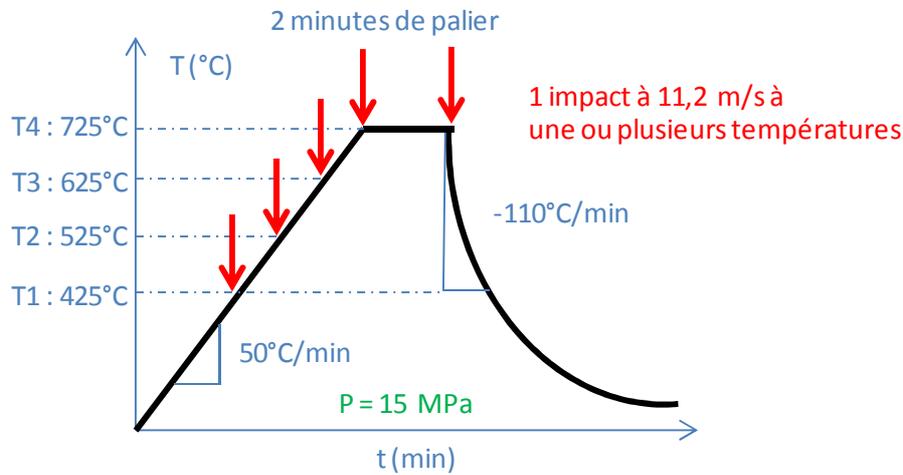
Figure V - 4: Courbe dilatométrique et dérivée première des poudres de nickel ( $V = 50^\circ\text{C}/\text{min}$ ,  $P = 15 \text{ MPa}$ ).

D'après la courbe dilatométrique du nickel, le frittage se situe entre  $470^\circ\text{C}$  et  $886^\circ\text{C}$ . La vitesse de frittage est maximale à  $575^\circ\text{C}$  et présente un épaulement local vers  $725^\circ\text{C}$ . Comme il a été montré au *chapitre 4*, la présence de cet épaulement peut être attribuée à une réorganisation locale des particules due à l'application de la pression, ou être caractéristique d'une distribution de poudre multimodale. Dans le cas présent, aucune de ces hypothèses ne permet d'expliquer l'épaulement local observé. Cette courbe a néanmoins permis de déterminer les domaines de température auxquels seront effectuées les sollicitations dynamiques.

### 5.3.1.1 Détermination du cycle thermo-mécanique permettant d'explorer l'effet de la sollicitation dynamique suivant le domaine de température

A partir de la Figure V - 4, 4 températures auxquelles les impacts seront effectués sont identifiées. L'étude de l'effet d'une sollicitation dynamique sur un cuivre ODS *chapitre 4* a montré qu'elle est dépendante de la température d'impact. Ainsi, en faisant varier la température à laquelle l'impact est effectué, un aperçu de l'effet de l'impact pendant le cycle de frittage pourra être mis en évidence. À partir de la courbe dilatométrique, il apparaît que le retrait débute vers  $470^\circ\text{C}$ . Afin de mettre en évidence s'il y a une activation de la poudre due à la sollicitation dynamique, une première température  $T_1$  à  $425^\circ\text{C}$ , légèrement inférieure à la température de début de frittage, est choisie. Puis, le matériau atteint une densité relative de 80 % à  $T_4 = 725^\circ\text{C}$ , qui sera la température la plus haute retenue. Deux températures intermédiaires sont choisies, respectivement  $T_2$  à  $525^\circ\text{C}$  et  $T_3$  à  $625^\circ\text{C}$ .  $T_1$  et  $T_2$  seront qualifiées de « basses températures » et  $T_3$  et  $T_4$  de « hautes températures » dans ce choix de cycle thermique.

Suite à l'étude dilatométrique, les paramètres thermiques et mécaniques choisis pour la consolidation de la poudre de nickel sont résumés (Figure V - 5). La mise en forme est effectuée sous vide primaire pour limiter l'oxydation du métal durant le cycle de frittage



**Figure V - 5: Cycle thermo-mécanique permettant d'étudier l'influence du moment de l'impact sur les propriétés physiques.**

Le cycle thermique appliqué par la suite consiste en une montée en température à 50°C/min jusqu'à 725°C (T4), suivie d'un court palier de 2 min. Le refroidissement est naturel avec une vitesse moyenne de -110°C/min entre 725°C et 425°C puis plus lentement jusqu'à la température ambiante. La température de frittage est déterminée de façon à ce que l'échantillon reste poreux (porosité contrôlée) jusqu'à l'application des cycles de sollicitation dynamique. Une pression uniaxiale faible est appliquée, de l'ordre de 15 MPa, pour maximiser l'effet de la sollicitation dynamique.

A partir du cycle thermique (Figure V - 5), l'influence de la température d'impact et ses effets peuvent être étudiés. Les cycles thermo-mécaniques mentionnés au sein du Tableau V - 1 seront analysés dans la suite de l'étude.

<b>Moment de l'impact</b>	<b>Effet recherché</b>
<b>Pas d'impact</b>	Échantillon de référence
<b>Impact à T1</b>	Effet d'1 impact à basse température pour la densification
<b>Impact à T2</b>	
<b>Impact à T3</b>	Effet d'1 impact à haute température pour l'optimisation des propriétés mécaniques
<b>Impact à T4 (en début de palier)</b>	
<b>Impact à T1+T2</b>	Effet d'un cumul d'impacts pour la densification
<b>Impact à T3+T4</b>	Effet d'un cumul d'impact sur l'optimisation des propriétés mécaniques
<b>Impact à T4 + T4 (en début puis fin de palier)</b>	
<b>Impact à T2+T3</b>	Effet d'un cumul d'impact pour la densification à basse température et l'optimisation des propriétés mécaniques à haute température
<b>Impact à T1+T4</b>	

**Tableau V - 1: Récapitulatif des essais et description des cycles thermomécaniques.**

La sollicitation dynamique est réalisée grâce à un projectile en cuivre impactant les barres de compaction également en cuivre. Les paramètres employés lors de l'impact sont rassemblés Tableau V - 2.

<b>Longueur du projectile (mm)</b>	<b>Masse volumique (kg/m<sup>3</sup>)</b>	<b>Célérité de l'onde (m/s)</b>	<b>Vitesse d'impact (m/s)</b>	<b>Contrainte engendrée par l'impact (MPa)</b>	<b>Temps de chargement de l'onde de compression (µs)</b>
705,5	8700	3188	11,24	156	440

**Tableau V - 2: Caractéristiques du projectile et paramètres d'impact.**

La contrainte engendrée par l'impact comme le temps de chargement de l'onde de compression sont calculés par les équations (I-3) et (I-4) données dans le *Chapitre 1*. La pression d'air comprimé servant à remplir le canon étant contrôlée, la vitesse du projectile à l'impact est supposée identique pour tous

les essais. Le projectile est lancé à  $11,24 \text{ m/s} \pm 0,1 \text{ m/s}$  et crée donc une contrainte à l'impact de  $156 \pm 2 \text{ MPa}$ .

### 5.3.1.2 Détermination du cycle thermo-mécanique permettant d'explorer l'effet de la vitesse d'impact

Afin de pouvoir réaliser une sollicitation dynamique à plus grande vitesse et donc générer une contrainte à l'impact plus importante, les barres en cuivre béryllium ont été utilisées et la matrice graphite a été remplacée par une matrice en molybdène.

Le cycle thermique de référence retenu, à partir de l'étude de la courbe dilatométrique Figure V - 4, est présenté Figure V - 6.

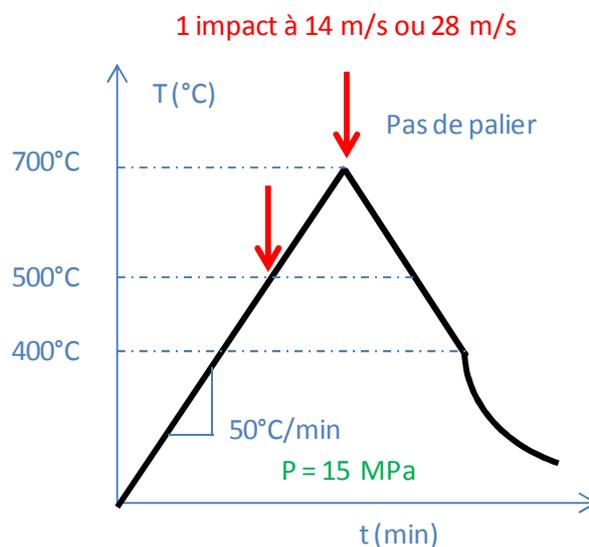


Figure V - 6: Cycle thermo-mécanique appliqués à l'étude de l'influence de la vitesse de l'impact sur les caractéristiques physiques.

Le cycle thermique présenté Figure V - 6 consiste à chauffer la poudre de nickel à  $50^\circ\text{C}/\text{min}$  de la température ambiante jusqu'à  $700^\circ\text{C}$ , puis d'un refroidissement à  $-50^\circ\text{C}/\text{min}$  jusqu'à  $400^\circ\text{C}$ , suivi d'un refroidissement naturel jusqu'à la température ambiante. La descente en température est contrôlée jusqu'à  $400^\circ\text{C}$  car le même cycle thermique sera utilisé dans la seconde partie du chapitre où des sollicitations dynamiques ont lieu post consolidation. Ce cycle thermique, légèrement différent du cycle thermique précédent et couplé à une pression uniaxiale quasi-statique faible ( $15 \text{ MPa}$ ), est retenu car il permet d'obtenir des échantillons possédant une densité relative de 80% environ et ainsi de maximiser l'effet de l'impact.

A ce cycle thermique est couplée une sollicitation dynamique dont les paramètres sont décrits Tableau V - 3.

Longueur du projectile (mm)	Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )	Célérité de l'onde (m/s)	Vitesse d'impact (m/s)	Contrainte engendrée par l'impact (MPa)	Temps de chargement de l'onde de compression (μs)
700	8260	3970	13,8	226	350
700	8260	3970	27,6	453	350

**Tableau V - 3: Caractéristiques du projectile et paramètres d'impact (barres cuivre béryllium et matrice Mo).**

La sollicitation dynamique peut avoir lieu soit pendant la rampe de montée en température à 500°C, soit à la température maximale du cycle thermique, 700°C. De plus, la vitesse d'impact lors de la sollicitation dynamique varie entre 13,8 m/s et 27,6 m/s générant des contraintes à l'impact de 226 MPa et 453 MPa respectivement.

### 5.3.2 Résultats

Tous les échantillons consolidés dans cette étude ont été caractérisés suivant le même protocole afin de déterminer l'effet de la sollicitation dynamique sur les points suivants : la densification (densité relative), les propriétés mécaniques (limite d'élasticité  $R_{p0,2}$  en essais de compression quasi-statique) et les évolutions microstructurales (taille des grains, défauts de structure, faciès de rupture).

#### 5.3.2.1 Densification

Afin de déterminer l'effet de la température à laquelle est effectuée la sollicitation dynamique sur la densification des échantillons de nickel, la densité des échantillons a été mesurée à la suite des différents traitements thermo-mécaniques décrits Figure V - 5 et Tableau V - 1. Les résultats sont indiqués Figure V - 7 et les barres d'erreur proviennent de l'écart type mesuré entre 2 échantillons mis en forme dans les mêmes conditions.

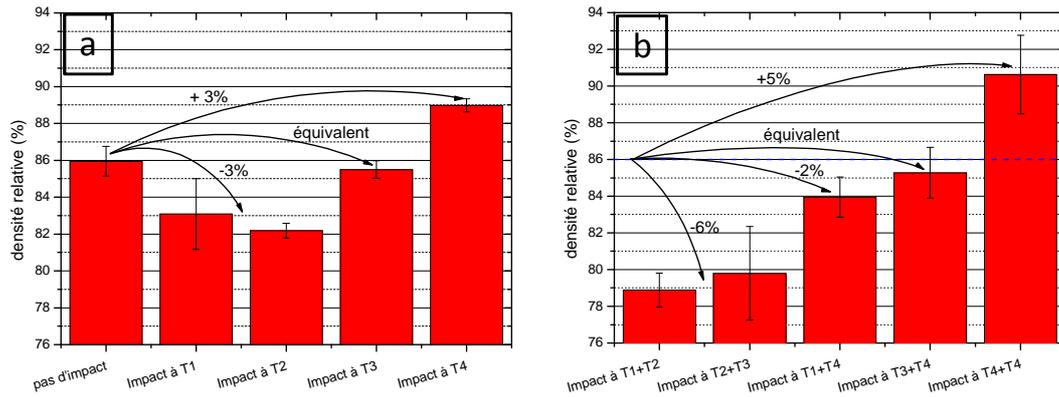


Figure V - 7: Densité relative des échantillons de nickel impactés une fois (a) et deux fois (b).

Concernant l'analyse de l'effet de la sollicitation dynamique via l'application d'un seul impact, la réalisation d'1 impact à faible température par rapport à la température de frittage (T1 et T2) entraîne une diminution de la densité relative de l'ordre de 3% par rapport à l'échantillon de référence. Si l'impact est effectué à T3, alors la densité finale est quasiment identique à celle de l'échantillon de référence. Seule la réalisation d'1 impact à haute température, à T4 en début de palier, permet un gain en densité de l'ordre de 3%.

Ces effets opposés semblent maximisés lors de cycle thermo-mécaniques impliquant des impacts doubles. L'effet négatif de la réalisation d'impact à basse température sur la densification d'échantillons de nickel est confirmé lors de la réalisation de plusieurs impacts durant le cycle thermique dans la gamme de température étudiée (Figure V - 7). Ainsi, les échantillons impactés à T1+T2 et T2+T3 enregistrent une diminution de leur densité relative de 6% environ par rapport à l'échantillon de référence. Par ailleurs, l'effet d'un second impact à haute température (T4) après un premier effectué dans les basses températures n'améliore pas la densification. Ainsi, l'échantillon impacté à T1+T4 possède une densité inférieure de 2% environ à l'échantillon de référence. L'échantillon impacté à T3+T4 possède une densité relative équivalente à l'échantillon de référence et ne présente pas d'amélioration substantielle par rapport à l'échantillon impacté à T3. Comparativement, l'échantillon impacté deux fois à T4 (en début et fin de palier) possède une densité relative supérieure (+5%) à celle de l'échantillon de référence, alors qu'un seul impact à T4 avait généré une amélioration de 3%.

Au vu de ces résultats, on peut supposer que les propriétés sont affectées de manière positive si la sollicitation dynamique est réalisée à haute température alors que cet effet sera négatif pour les sollicitations dynamiques dans les basses températures.

Afin de déterminer l'effet de la vitesse de l'impact et donc de la contrainte générée à l'impact sur la densification des échantillons de nickel, la densité des échantillons à été mesurée à la suite des différents traitements thermo-mécaniques décrits Tableau V - 3 et Figure V - 6.

La densité relative des échantillons de nickel est reportée Figure V - 8. La différence de densité relative de l'échantillon de référence par rapport à la petite étude précédente, qui est ici de 80% et de 85% dans l'étude précédente, provient de l'emploi de paramètres thermiques différents (700°C, pas de palier). Une autre origine possible de différence provient du matériau de matrice : celle-ci est en molybdène alors qu'elle était en graphite, afin de pouvoir supporter une contrainte mécanique plus importante. Il convient donc de ne pas comparer directement les valeurs obtenues lors de ces différents cycles

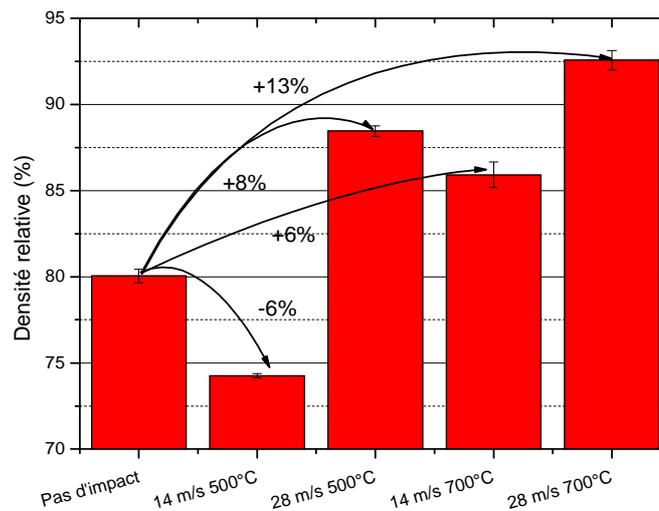


Figure V - 8: Densités relatives des comprimés de nickel impactés à différentes vitesses et températures.

Pour des vitesses relativement faibles (14 m/s), l'évolution de la densification est similaire à celle reportée Figure V - 7. L'impact réalisé à faible température (500°C) a un effet négatif (-6%) sur la densification alors qu'il est positif (+6%) lorsqu'il est effectué à haute température. Au contraire, pour une vitesse d'impact élevée (28 m/s), l'effet de la sollicitation dynamique sur la densification est toujours positif, avec un effet plus marqué à haute température, respectivement +13% à 700°C et +8% à 500°C. De manière générale, la vitesse à l'impact est un paramètre important concernant le comportement à la densification des poudres.

Lorsque l'impact est réalisé à la température maximale du cycle thermique (700°C), plus sa vitesse est importante, plus le gain en densité relative est élevé. Sans impact, la densité est de 80%, avec 1 impact à 14 m/s elle atteint 86% et à 28 m/s 93%.

En conclusion, une sollicitation dynamique effectuée pendant la phase de chauffage peut avoir un effet sur la densification positif ou négatif suivant la vitesse d'impact et la température de sollicitation. Pour une vitesse d'impact relativement faible (14 m/s), l'effet de la sollicitation dynamique sur la densité relative est négatif à basse température (-6% à 500°C) mais devient positif à plus haute température (+6% à 700°C). Au contraire, pour une vitesse d'impact plus élevée (28 m/s), un gain en densité

relative est toujours observé, d'autant plus important que la température à laquelle l'impact est effectué est importante (+8% à 500°C et +13% à 700°C).

### 5.3.2.2 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des comprimés de nickel ont été déterminées via des essais mécaniques en compression de type quasi-statique ( $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ). L'évolution de la limite d'élasticité des échantillons en fonction des conditions de consolidation pour des impacts réalisés à 11,23 m/s est reportée Figure V - 9.

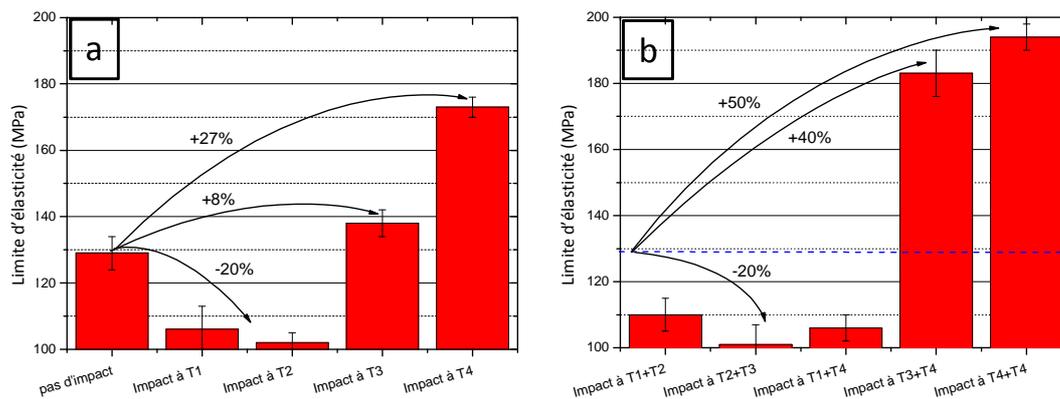


Figure V - 9 : Limite d'élasticité des comprimés de nickel impactés une fois (a) et deux fois (b).

Concernant les comprimés impactés une seule fois, l'évolution de la limite d'élasticité est similaire à celle présentée dans le paragraphe précédent pour la densité relative. Les comprimés impactés à T1 et T2 possédant une densité relative inférieure à l'échantillon de référence, voient leur limite d'élasticité diminuer de 20% environ. La limite d'élasticité de l'échantillon impacté à T3 et possédant une densité équivalente à l'échantillon de référence est légèrement supérieure (+8%) à celle de ce dernier. Cela suggère que, même si la densité n'a pas été améliorée, les défauts introduits dans le matériau ont généré cette différence de propriété mécanique. Le comprimé impacté à T4 dont la densité relative est supérieure à l'échantillon de référence, est caractérisé par une limite d'élasticité supérieure de 27% par rapport à ce dernier.

Les échantillons impactés plusieurs fois possèdent un comportement mécanique légèrement différent par rapport à ceux impactés 1 seule fois. Tous les échantillons impactés 2 fois avec 1 impact réalisé à une basse température (T1+T2, T2+T3 et T1+T4) présentent une limite d'élasticité inférieure d'environ 20% à celle de l'échantillon de référence. À l'inverse, les échantillons qui ont été impactés 2 fois à hautes températures ont des limites d'élasticité bien supérieures à celle de l'échantillon de référence : +40% pour l'échantillon impacté à T3+T4 et +50% pour l'échantillon impacté à T4+T4.

La Figure V - 10 rassemble les limites d'élasticité en fonction de la densité relative pour les comprimés étudiés.

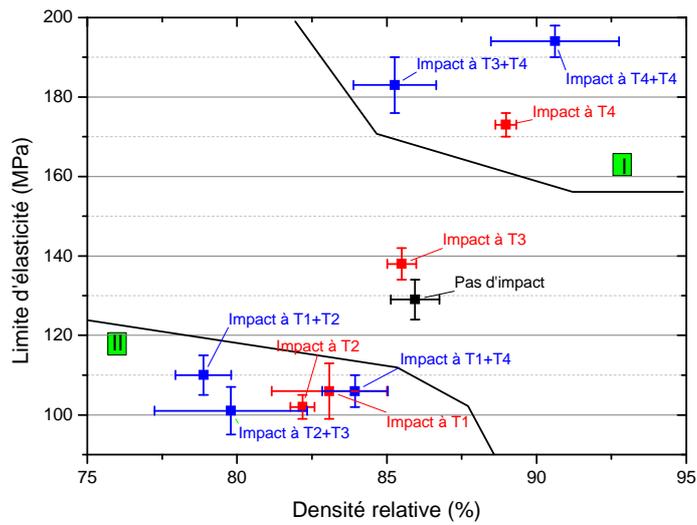


Figure V - 10 : Limites d'élasticité des comprimés de nickel en fonction de la densité relative en fonction de la température d'impact.

À partir de la Figure V - 10, 2 comportements sont relevés. Le premier domaine (I) pour lequel la limite élastique et la densité relative sont largement améliorées suite à 1 ou 2 impact à haute température. Les comprimés impactés à T4, T3+T4 ou T4+T4 présentent des limites d'élasticité supérieures à densité équivalente (T3+T4) ou supérieures (T4, T4+T4) par rapport à l'échantillon de référence. Le second domaine (II), pour lequel les comprimés sont impactés au moins 1 fois à basse température (T1 et/ou T2) pour lesquels les densités et limites d'élasticité sont affectés négativement. Outre ces deux domaines, une sollicitation simple à T3 a une faible influence sur la limite d'élasticité et la densité relative.

L'influence de la vitesse d'impact sur la limite d'élasticité en fonction de la densité relative est présentée Figure V - 11.

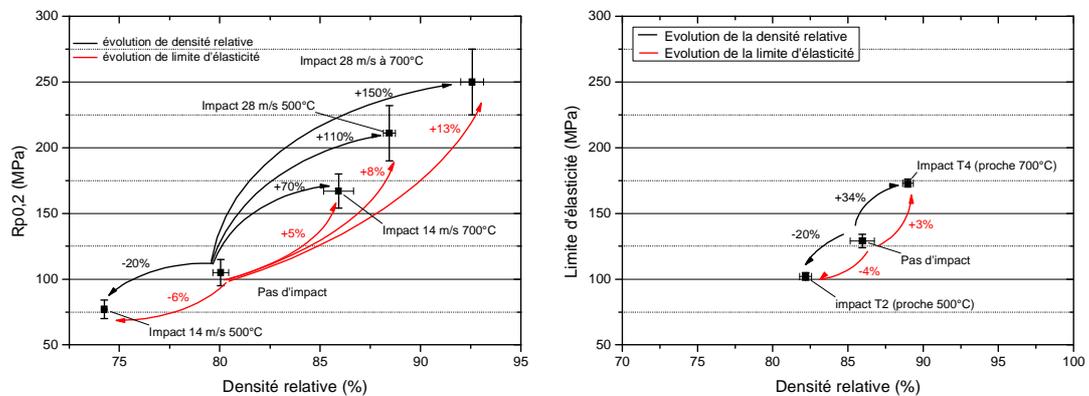


Figure V - 11 : Évolution de la limite d'élasticité des comprimés de nickel en fonction de la densité relative suivant la vitesse à l'impact (gauche) et comparaison avec les comprimés élaborés en matrice graphite (droite).

La limite d'élasticité évolue de la même manière que la densité relative (Figure V - 11 (gauche)). Un impact à 14 m/s à 500°C entraîne une diminution de 6% de la densité relative et une diminution de 20% de la limite d'élasticité. Au contraire, 1 impact à la même vitesse mais réalisé à 700°C conduit à un gain de 70% de la limite d'élasticité pour une densité relative supérieure de 6% par rapport à celle du matériau de référence. Lorsque l'impact est effectué à une vitesse de 28 m/s, la limite d'élasticité augmente de 110% avec un gain en densité relative de 8% voire de 150% en limite d'élasticité et 13% en densité relative lorsque les températures d'impact sont respectivement de 500°C et 700°C. Pour des vitesses d'impact importantes (28 m/s), l'effet de la sollicitation dynamique sur la densification et donc sur l'amélioration de la limite d'élasticité est positif quel que soit la température à laquelle l'impact est réalisé.

Comparativement et malgré les différences de conditions de mise en forme entre les échantillons consolidés dans la matrice graphite (725°C) et molybdène (700°C), les tendances sont identiques (Figure V - 11 (droite)). Lors d'1 impact à basse température (T2, proche de 500°C) et faible vitesse (11 m/s avec la matrice graphite, 14 m/s pour la matrice molybdène) la sollicitation dynamique a un effet négatif à la fois sur la densification (-4%) et de fait sur la limite d'élasticité (-20%). Au contraire, lors d'1 impact à faible vitesse mais à plus haute température (T4, proche de 700°C), l'effet de la sollicitation dynamique sur la densification (+3%) et la limite d'élasticité (+34%) devient positif.

Le bilan des essais réalisés en faisant varier à la fois la température à laquelle l'impact est effectué ainsi que la vitesse d'impact est présenté Figure V - 12.

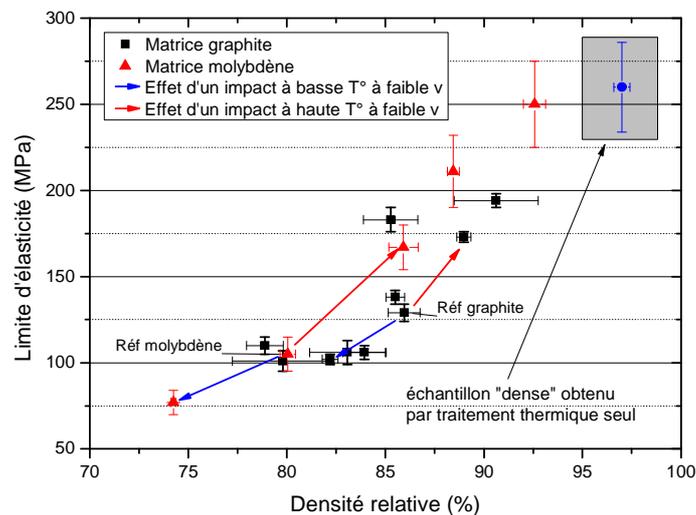


Figure V - 12 : Limites d'élasticité des échantillons de nickel en fonction de la densité relative

Les tendances d'évolutions de limite d'élasticité et de densité relative des comprimés mis en forme dans les deux cas (matrice graphite et matrice molybdène), malgré les différences de mise en forme, sont semblables comme indiqués par les flèches. La limite d'élasticité de chacun des comprimés a été

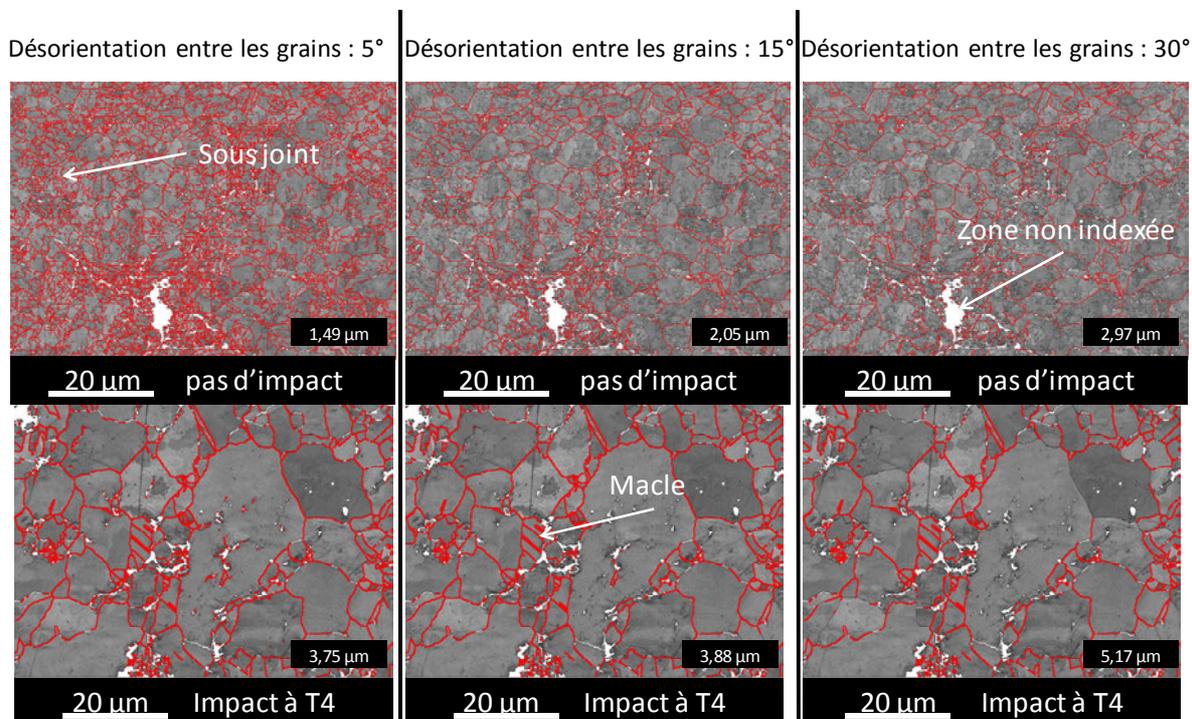
comparée à celle d'un comprimé "dense" (97%, représenté dans le carré gris) obtenu après mise en forme à 750°C sous 70 MPa uniaxial et avec un maintien à température de 10 minutes. L'échantillon dense possède une limite d'élasticité supérieure à celle de tous les échantillons mis en forme avec l'aide de la sollicitation dynamique. Dans les conditions de mise en forme étudiées et contrairement au cuivre ODS *chapitre 4*, la sollicitation dynamique ne permet pas de dépasser la limite d'élasticité par rapport à l'état dense.

### 5.3.2.3 Analyse de la microstructure

L'analyse de microstructure a été effectuée à deux niveaux. Tout d'abord, la détermination de la taille des grains et le suivi des évolutions microstructurales associées aux différents traitements thermo-mécaniques ont été réalisées par analyses EBSD. Puis les faciès de rupture des matériaux fracturés ont été caractérisés afin de révéler la cohésion entre particules de poudre et l'avancement du frittage.

- Défauts et taille de grains

La taille des grains a été déterminée par l'analyse de Saltykov décrite en *Annexes* à partir des cartographies EBSD. Une étude préalable a été menée pour déterminer la désorientation moyenne à choisir pour définir un joint de grain à partir d'échantillons possédant des microstructures très différentes, Figure V - 13. Deux échantillons représentatifs sont sélectionnés pour mener cette analyse : le premier, considéré comme la référence, est un échantillon non impacté et le second, un échantillon modifié par impact (impact à T4).



**Figure V - 13 : Évolution de la valeur calculée de la taille des grains pour 2 traitements thermo-mécaniques (pas d'impact et 1 impact à T4) en fonction de l'angle de désorientation choisi entre 2 grains.**

Les microstructures du comprimé impacté à T4 et du comprimé non impacté présentent des zones non indexées indiquées en blanc. Le comprimé non impacté possède une proportion importante de sous grains, c'est-à-dire des grains dont la désorientation moyenne est comprise entre  $5^\circ$  et  $15^\circ$ . Ces sous grains présentent un taux de dislocations élevé sont appelés Low Angle Grain Boundaries (LAGB). Au contraire, le comprimé impacté à T4 présente des macles, c'est-à-dire des défauts cristallins de forte désorientation cristalline ( $60^\circ$ ).

La Figure V - 13 montre que pour deux conditions de consolidation (pas d'impact et impact à T4) la taille de grain calculée dépend du critère de désorientation choisi pour délimiter 2 grains. Pour le comprimé non impacté, la taille des grains est estimée à  $1,49 \mu\text{m}$  pour un critère de désorientation de  $5^\circ$ , à  $2,05 \mu\text{m}$  pour  $15^\circ$  et à  $2,97 \mu\text{m}$  pour  $30^\circ$ . Le comprimé non impacté présente une forte concentration de grains à faible désorientation cristalline, des cellules de dislocations et donc un critère de désorientation faible ( $5^\circ$ ) pour différencier 2 grains paraît inadapté. La taille des grains de l'échantillon impacté à T4 évolue peu pour un critère de désorientation  $\leq 15^\circ$ , de  $3,75 (5^\circ)$  à  $3,88 \mu\text{m}$  ( $15^\circ$ ). Cependant, lorsque le critère de désorientation entre 2 grains est plus élevé ( $30^\circ$ ), l'estimation de la taille des grains évolue de façon brutale à  $5,17 \mu\text{m}$  pour  $30^\circ$ . **Il a été choisi une désorientation optimale moyenne entre deux grains de  $15^\circ$  pour la suite de l'étude**, comme c'est souvent le cas lors d'analyses nécessitant de différencier les joints de faible désorientation cristalline (LAGB) et ceux de forte désorientation cristalline (HAGB).

### Influence de la température d'impact

L'évolution de la taille des grains, en considérant une valeur limite de désorientation de  $15^\circ$  entre les joints de grains, est représentée en fonction des traitements thermo-mécaniques Figure V - 14. Les macles n'ont pas été considérées comme des grains mais comme faisant partie du grain. 300 grains minimum ont été pris en compte pour effectuer le calcul. Les barres d'erreurs ne sont pas indiquées sur la Figure V - 14 car elles n'ont pas de signification lors d'une distribution de taille de grains de type log-normal.

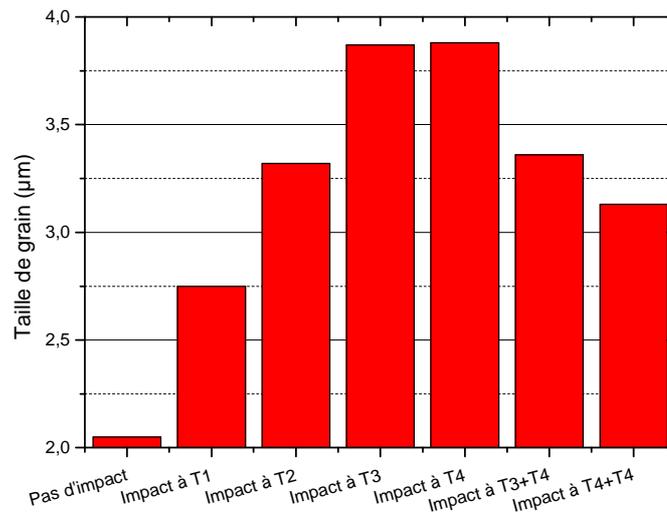


Figure V - 14 : Évolution de la taille des grains des comprimés de nickel en fonction de la température d'impact.

Dans le cas d'une sollicitation dynamique à 1 seul impact, l'évolution de la taille des grains est régulière et croissante avec la température d'impact; plus la température est élevée, plus la taille des grains augmente. Les comprimés impactés à T3 ou T4 possèdent une taille de grains quasiment deux fois plus importante que l'échantillon non impacté. Une illustration de l'évolution de la taille des grains en fonction de la température d'impact est donnée Figure V - 15.

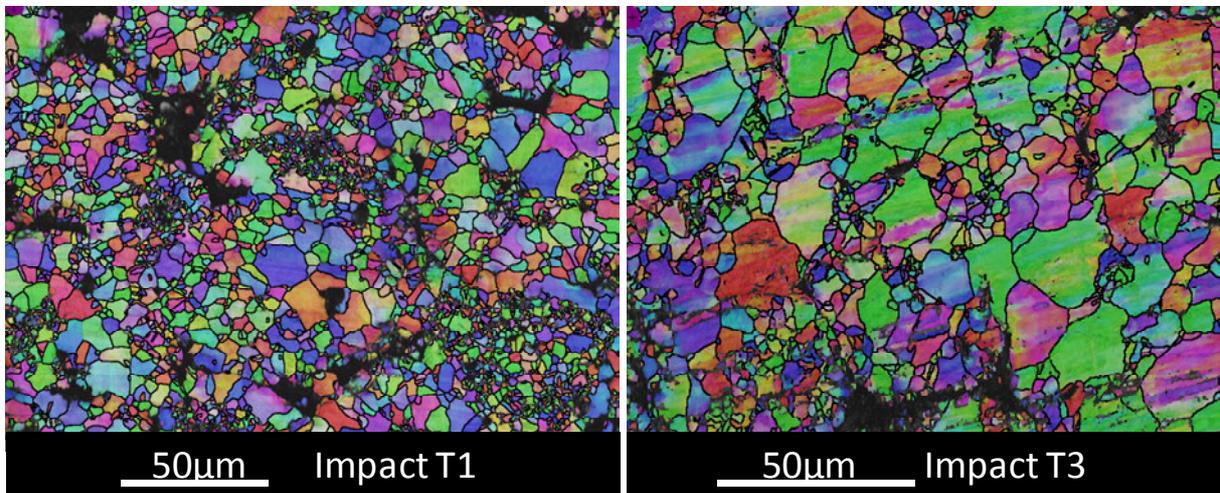
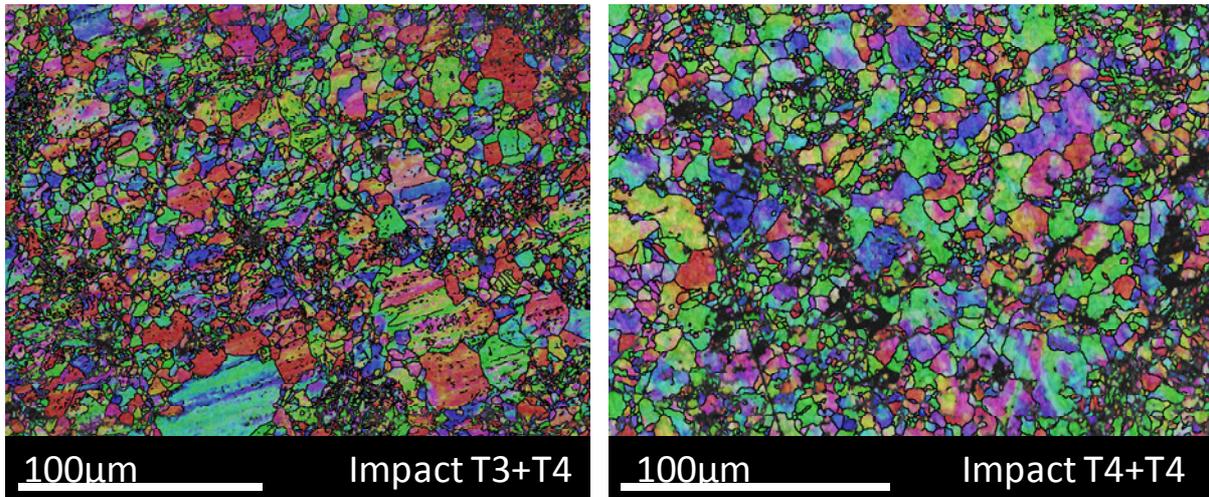


Figure V - 15 : Microstructures des comprimés impactés à T1 (gauche) et T3 (droite)

Il est à noter, Figure V - 15 sur la carte EBSD correspondant à la micrographie T3, des désorientations cristallines, indiquées par des gradients de couleurs au sein d'un même grain. Ces désorientations de faible angle (LAGB) ne sont pas observées dans le cas de l'échantillon impacté à T1. Comme nous le verrons par la suite, l'analyse des microstructures en termes de fraction relative de LAGB et de macles est un paramètre à prendre en compte pour l'analyse des évolutions microstructurales

Les microstructures des échantillons impactés 2 fois à T3+T4 et à T4+T4 sont présentées Figure V - 16



**Figure V - 16 : Microstructures des comprimés impactés à T3+T4 (gauche) et T4+T4 (droite)**

Malgré les impacts successifs à T3 et/ou T4, les tailles moyennes de grains sont inférieures à celles des comprimés impactés à T3 ou T4 uniquement. Les tailles de grains sont respectivement de 3,36  $\mu\text{m}$  et 3,13  $\mu\text{m}$  pour T3+T4 et T4+T4. Ces deux microstructures présentent une proportion non négligeable de sous joints et sont caractérisées par une distribution bimodale des tailles de grains.

#### Influence de la vitesse d'impact

Les cartographies EBSD montrant les microstructures des échantillons consolidés dans une matrice molybdène à différentes vitesses d'impact sont réunies Figure V - 17

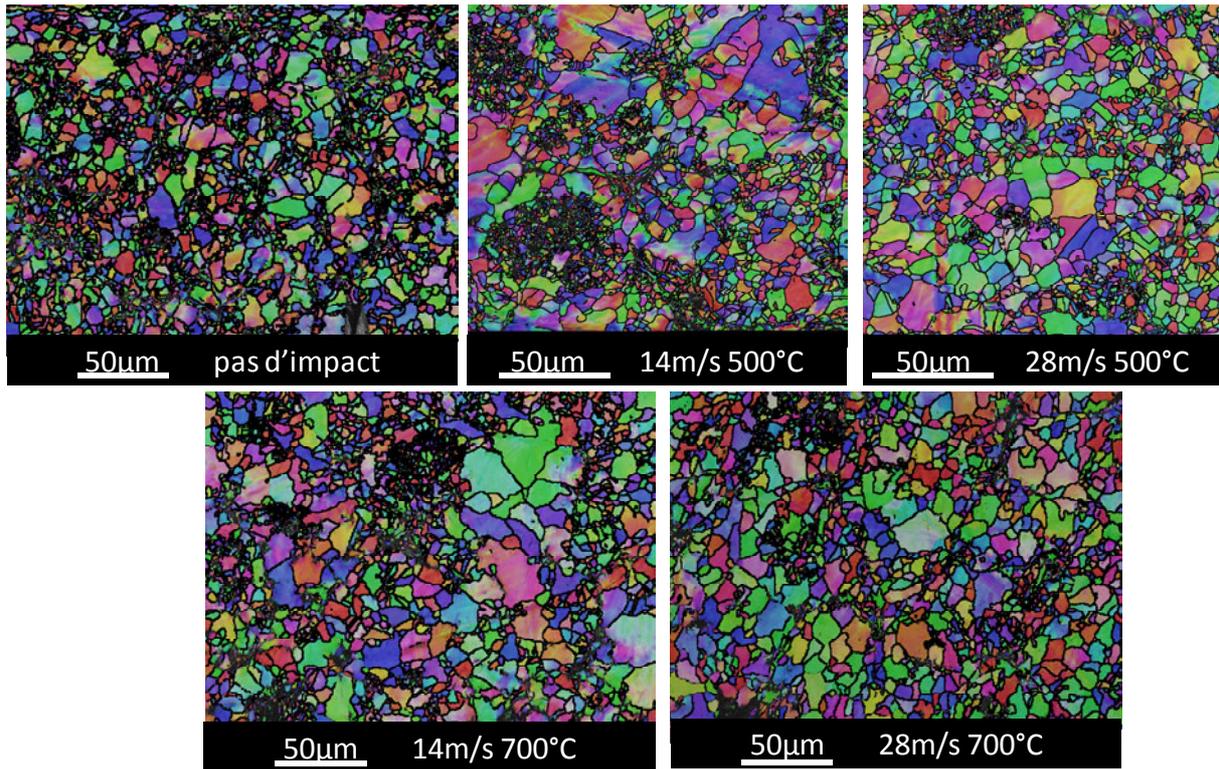


Figure V - 17 : Cartes EBSD en IPFZ des les joints de grains présentant l'évolution des microstructures des comprimés de nickel selon les vitesses à l'impact et la température à l'impact

Quelque soit la vitesse et la température d'impact, la taille des grains est très similaire: le comprimé non impacté présente une taille de grains de  $3,28 \mu\text{m}$ , les comprimés impactés à  $14 \text{ m/s}$  à  $700^\circ\text{C}$  et  $28 \text{ m/s}$  à  $700^\circ\text{C}$  présentent des tailles de grains respectives de  $3,76 \mu\text{m}$  et  $3,73 \mu\text{m}$  et l'échantillons impactés à  $500^\circ\text{C}$  à  $14 \text{ m/s}$  présente une taille de grains de  $3,30 \mu\text{m}$ . Les distributions de désorientation déterminées par EBSD dans les échantillons n'ont révélé aucune différence notable suivant les conditions de mise en forme. Les échantillons contiennent tous une distribution de désorientation incluant une fraction de LAGB et une fraction de macles supérieure à la distribution de Mackenzie (distribution aléatoire).

- Analyse fractographique

#### Influence de la température d'impact

Les faciès de rupture des échantillons ont été analysés par microscopie électronique à balayage. Les surfaces des échantillons impactés à différentes températures sont présentées Figure V - 18.

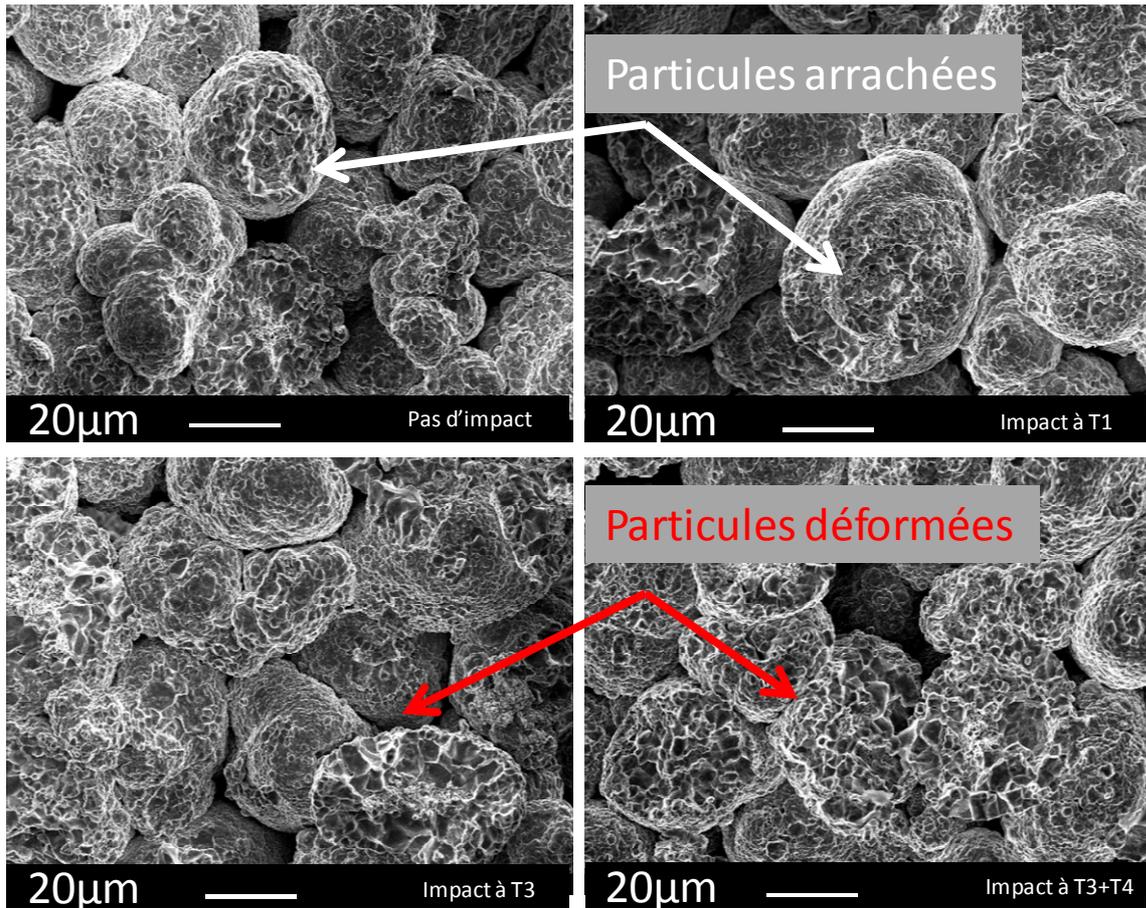


Figure V - 18 : Faciès de rupture des comprimés de nickel non impacté (haut gauche), impacté à T1 (haut droite), impacté à T3 (bas gauche) et impacté à T3 puis T4 (bas droite)

Les faciès de rupture Figure V - 18 sont été obtenus à partir des comprimés fracturés en conditions cryogéniques. Les faciès de rupture des comprimés non impactés et impactés à basse température (T1) mettent en évidence une décohésion des particules de poudre par rupture intragranulaire. Des cupules sont observées sur les surfaces libres des particules de poudre. Pour les comprimés impactés à plus haute température (T3), la décohésion des particules est également constatée et un aplatissement de certaines particules est observé. Certaines particules de poudres ont été déformées plastiquement, déformation facilitée par la diminution de la limite d'élasticité du matériau due à l'augmentation de la température. Le comprimé impacté deux fois à haute température (T3+T4) est celui présentant la fraction surfacique de particules arrachées et déformées la plus importante. Le matériau était donc plus cohésif et plus dense.

#### Influence de la vitesse d'impact

Les échantillons de nickel mis en forme à différentes vitesses d'impact ont également été caractérisés par fractographie et les résultats sont présentés Figure V - 19.

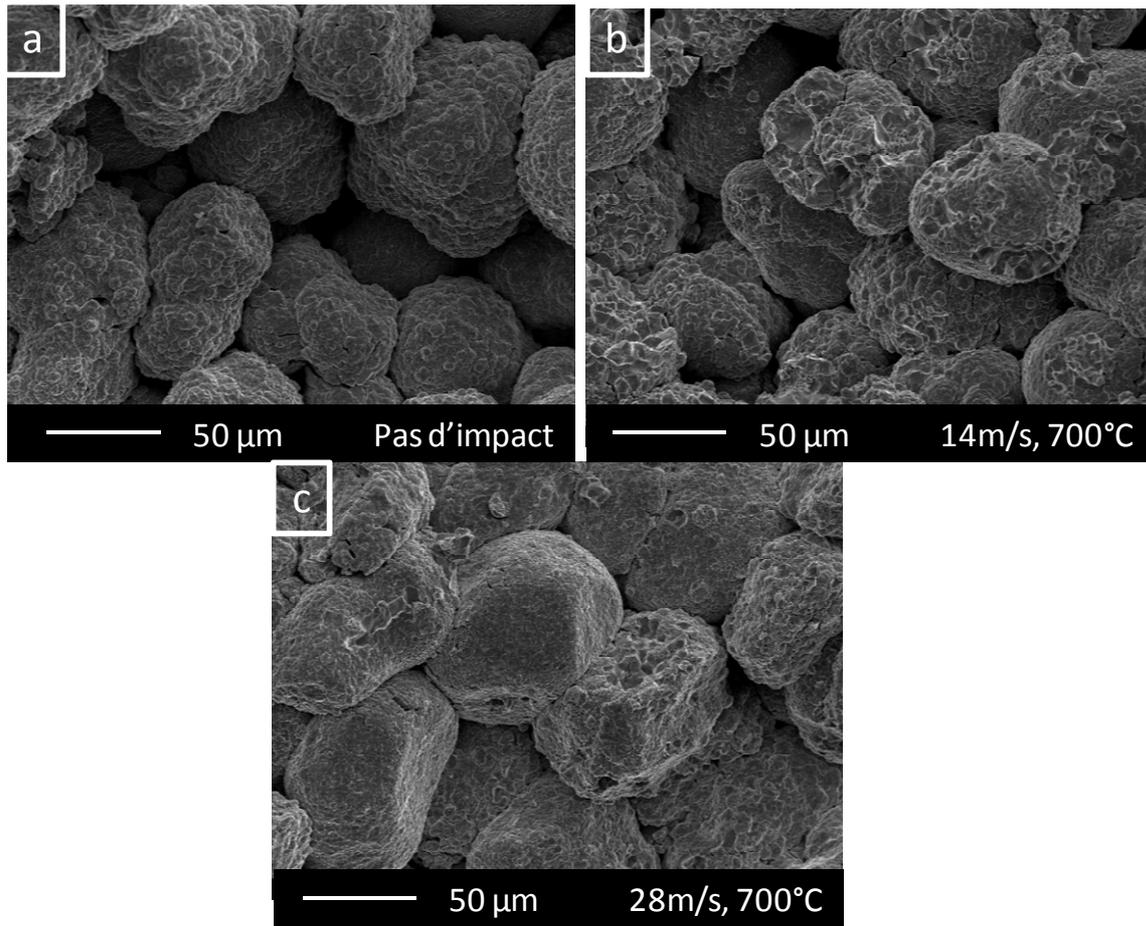


Figure V - 19 : Faciès de rupture des comprimés de nickel non impacté (a), impacté à 14 m/s à 700°C (b) et impacté à 28 m/s à 700°C (c)

Les particules de poudre sont visibles sur les 3 faciès de rupture de la Figure V - 19, ce qui confirme que le matériau est en cours de consolidation à la température de consolidation de 700°C . Le faciès de rupture de l'échantillon non impacté (a) montre un empilement de particules dont l'état de surface est identique à celui des particules de poudres avant consolidation. Pour le comprimé impacté à 14 m/s à 700°C (b), des cupules sont observées en surface des particules. Cette morphologie, typique d'une rupture intragranulaire est associée à la présence de liaisons physiques fortes (cous de frittage) entre les particules. L'impact semble avoir favorisé la création de liaisons physiques entre les particules et favorisé la consolidation (réorganisation des particules + diminution de la porosité) qui explique la densité relative plus importante de l'échantillon par rapport à l'échantillon non impacté. Lors d'un impact à plus haute vitesse (28 m/s) à cette même température de 700°C, un facettage marqué des particules de poudre est observé. Ce facettage est caractéristique d'une déformation plastique plus sévère. En effet, la vitesse d'impact de 28 m/s a généré une contrainte instantanée de 450 MPa (à 700°C) et cette dernière est nettement supérieure à la limite d'élasticité du matériau dense qui se situe autour de 260 MPa (à température ambiante) (Figure V - 12). Par extrapolation on peut supposer que la contrainte instantanée générée par l'impact est supérieure à la limite d'élasticité des particules de

poudre des particules de poudre. Les effets combinés de la déformation plastique des particules de poudre et de la mise en contact des surfaces des particules facilitée par l'impact expliquent la densité relative supérieure observée de cet échantillon par rapport aux deux échantillons précédents.

Afin de voir si les différences de vitesse de sollicitation ont pu entraîner des différences notables en terme de stockage de défauts associés à la plastification, des analyses complémentaires de détection des dislocations géométriquement nécessaires (GND) ont été menées sur les échantillons impactés à 700°C à 14 m/s et 28 m/s. Ces analyses, qui permettent d'observer la répartition des GND à partir d'une cartographie EBSD, n'ont montré aucune différence notable en concentration de dislocations dans les échantillons analysés.

### 5.3.3 Interprétation

#### 5.3.3.1 Analyse des courbes de retrait - densification

Afin d'expliquer les variations de densités relatives obtenues suivant la température à laquelle l'impact a été effectué, il est possible d'analyser les courbes de retrait, Figure V - 20.

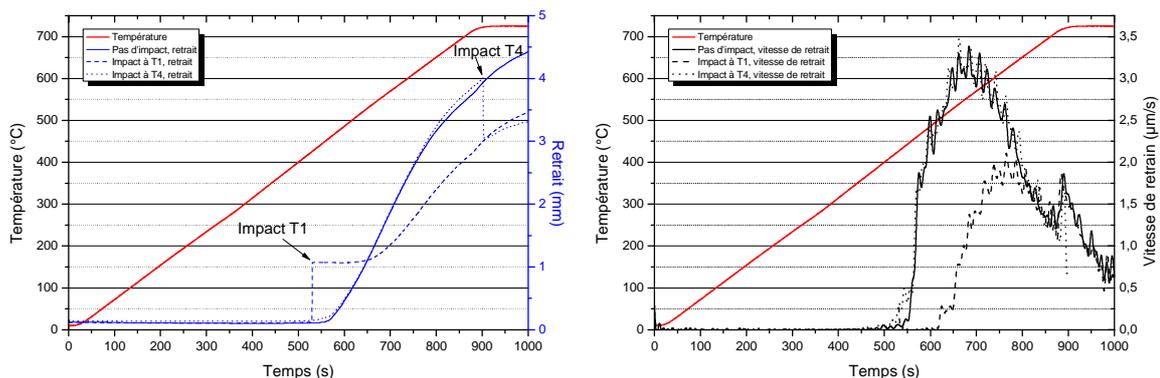


Figure V - 20: Courbes expérimentales de retrait (droite) et de vitesse de retrait (gauche) pour les comprimés de nickel non impacté, impacté à T1 et à T4

La plage de température de frittage pour l'échantillon non impacté s'étend de 470°C à 725°C avec 2 maxima au niveau de la vitesse de retrait, à 550°C et 725°C, correspondant respectivement à la vitesse de retrait maximale liée au frittage et à l'épaulement local observé Figure V - 4.

Lorsqu'un échantillon, mis en forme dans les mêmes conditions thermiques, est impacté à basse température (T1 : 425°C), un déplacement brutal est enregistré à la température d'impact et ce déplacement peut être attribué à la réorganisation des particules. Un retard dans températures caractéristiques du frittage est ensuite observé et la plage des températures de densification est décalée vers 525°C et 725°C. L'impact réalisé à T1 retarde donc de 100°C le début du frittage entre les particules. **L'hypothèse est faite ici que la réalisation d'1 impact à basse température provoque**

**une réorganisation des particules de poudre (effet positif) à laquelle est associée une désagglomération des particules qui, in fine, retarde le phénomène de frittage (effet négatif).**

Lorsque l'échantillon est impacté à haute température (T4 : 725°C en début de palier), un retrait négatif (rebond) est enregistré. Afin d'expliquer cette mesure, on suppose que comme l'échantillon est plus dense lors de l'impact à haute température qu'à basse température, alors l'effet de réorganisation de la poudre lors de l'impact est moins important. De plus, l'échantillon est confiné dans la matrice et ne peut pas se déformer au niveau radial. La pression générée à l'impact n'est pas assez importante pour déformer plastiquement l'échantillon de manière significative, alors celui-ci se déforme de manière non négligeable de façon élastique d'où le rebond observé. Le retrait final enregistré n'est donc pas représentatif du taux de compaction de l'échantillon au vu de la méthode de mesure de retrait employée. Il est à noter que la réalisation d'1 impact à haute température perturbe peu le phénomène de frittage : la courbe de vitesse de retrait est identique à celle de l'échantillon non impacté. Il n'y a donc pas d'activation / accélération des cinétiques de frittage, mais l'effet positif à haute température est surtout dû à une aide à la consolidation grâce à la déformation plastique.

L'aide à la consolidation par la déformation plastique des grains est confirmée lors de l'étude de la vitesse de sollicitation dynamique. Ainsi, les courbes de retrait pour différentes vitesses de sollicitation dynamique sont montrées Figure V - 21.

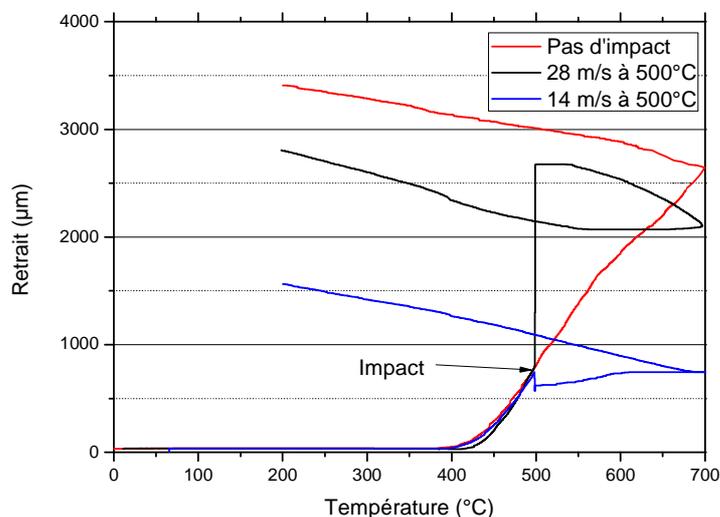


Figure V - 21 : Courbes de retrait des échantillons non impacté, impacté à 14 m/s à 500°C et impacté à 28 m/s à 500°C

Au moment de l'impact, la mesure de retrait sur l'échantillon impacté à 14 m/s à 500°C indique la présence un "rebond" et la vitesse de retrait est ensuite plus faible. Comme précédemment, l'hypothèse de la désagglomération des particules permet d'expliquer ce comportement et pourquoi la densité relative est plus faible.

Lorsque la vitesse d'impact est plus élevée (28 m/s à 500°C), l'échantillon présente un comportement au retrait totalement différent. En effet, un retrait net et très important est observé, suivi par une dilatation lente de l'échantillon jusqu'à 700°C. Une hypothèse permettant d'expliquer ce comportement est que la vitesse à l'impact de 28 m/s est assez importante pour dépasser la limite d'élasticité des poudres de nickel à 700°C et une plastification de celles-ci est alors observée. Cette hypothèse est confirmée par la morphologie du faciès de rupture en facette de l'échantillon impacté à 28 m/s présenté Figure V - 19.

En conclusion, pour un cycle thermique donné, l'amélioration de la densité relative d'un matériau sera possible en réalisant une sollicitation dynamique aux hautes températures et en fin de cycle thermique. 1 impact réalisé durant le cycle thermique aura pour effet de retarder le phénomène de frittage via une désagglomération des particules.

### **5.3.3.2 Relation entre microstructure et propriétés mécaniques**

Les propriétés mécaniques d'un matériau fritté sont liées à la fois à la densité relative, la cohésion des particules de poudres et la microstructure. Les microstructures obtenues par EBSD ainsi que la distribution des désorientations correspondantes des échantillons de nickel non impacté et impacté à T4 sont données Figure V - 22.

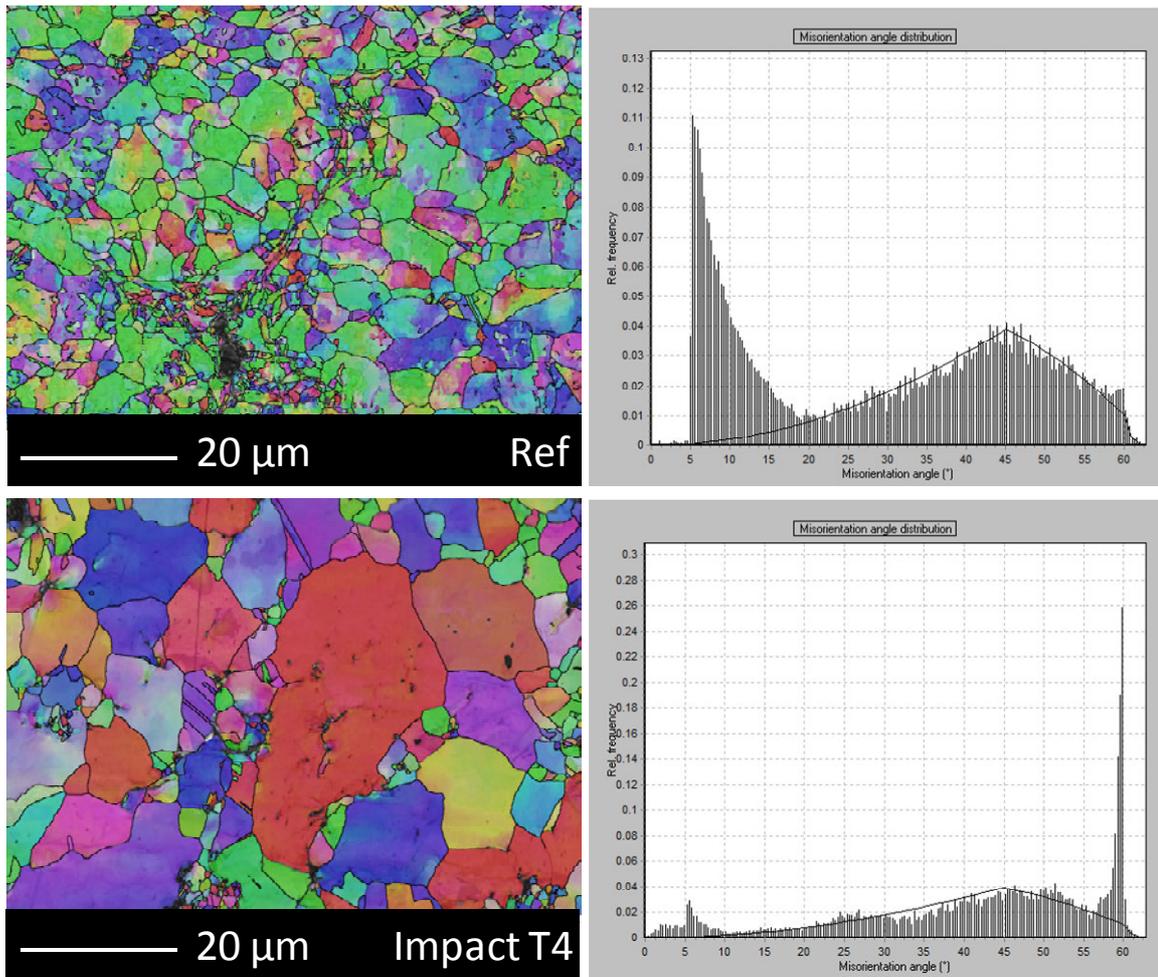


Figure V - 22: Cartes EBSD en IPFZ et distribution de désorientation du comprimé de référence (haut) et de l'échantillon impacté à T4 (bas).

Le comprimé de référence non impacté possède une taille de grain estimée à 2,05 μm via la méthode d'analyse de Saltykov et est caractérisé par une proportion importante de sous joints (LAGB), laquelle est confirmée par la distribution de désorientation pour laquelle la proportion de grains dont la désorientation est comprise en 5° et 15° est supérieure à la distribution aléatoire (ligne noire).

Lorsque le comprimé est impacté à T4, la taille de grains augmente fortement, passant de 2,05 μm à 3,88 μm. L'évolution de la taille des grains avec la température d'impact indiquée au *paragraphe 5.3.2* s'explique par une réorganisation des grains associée à la création de macles mécaniques.

Afin d'expliquer le comportement mécanique des échantillons impactés plusieurs fois à haute température, le cas des échantillons impactés deux fois à T3 et T4 et celui impacté deux fois à T4 sont présentés Figure V - 23.

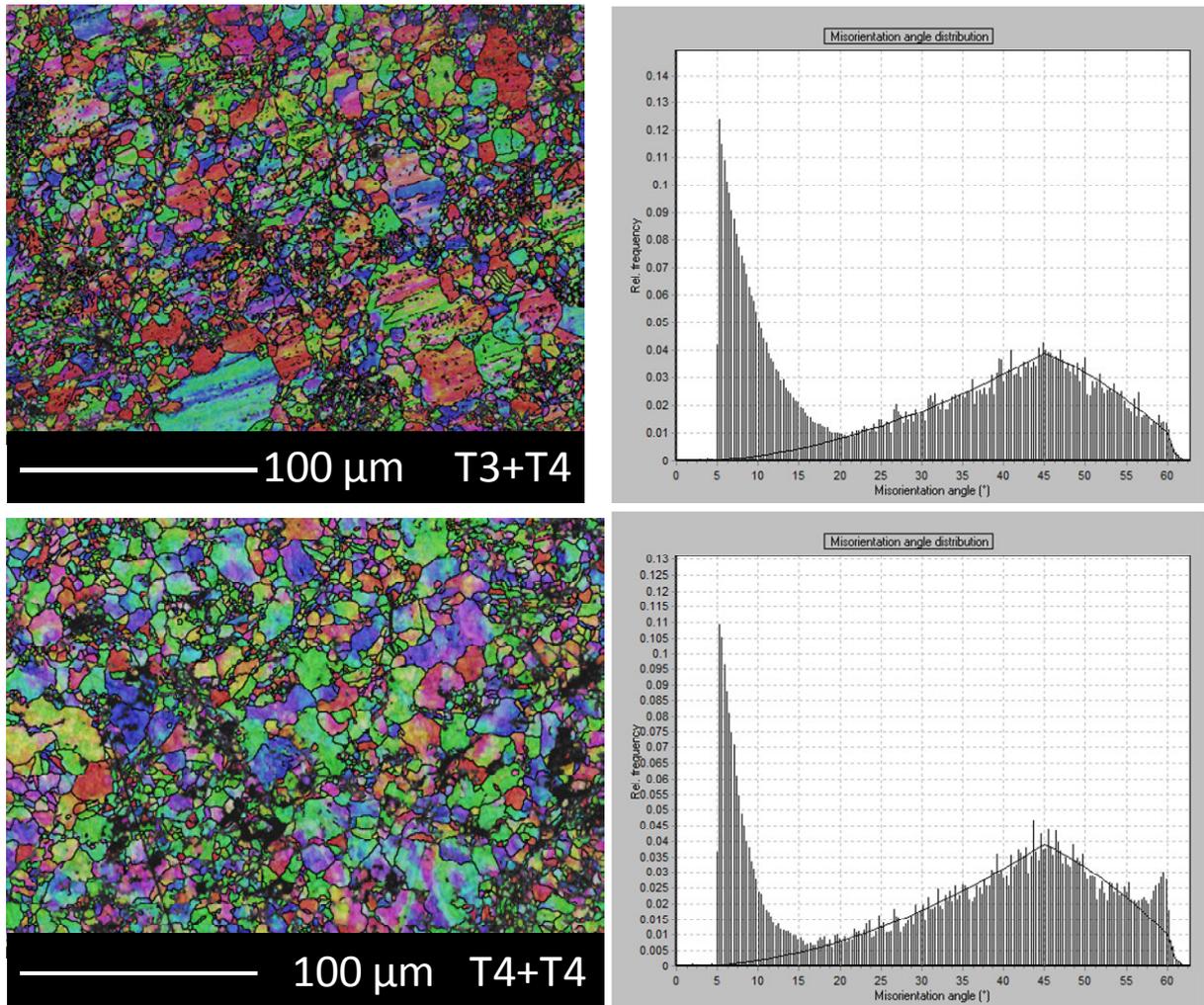


Figure V - 23: Cartes EBSD en IPFZ et distribution de désorientation des comprimés impactés deux fois à T3 + T4 (haut) et T4 + T4 (bas).

Alors que le comprimé impacté à T3+T4 possède une densité équivalente à l'échantillon non impacté et une taille des grains plus élevée (3,13 μm), sa limite d'élasticité est nettement supérieure à l'échantillon de référence (183 MPa contre 128 MPa). La taille des grains n'est donc pas le seul paramètre à prendre en compte pour expliquer le comportement mécanique de cet échantillon. Une certaine quantité de l'énergie générée lors de l'impact reste stockée dans la microstructure sous forme de LAGB. Alors que les LAGB dans le comprimé de référence étaient dus à des contraintes thermiques seules, ceux pour le comprimé impacté à T3+T4 sont générés via une contrainte thermo-mécanique. Ce sont ces LAGB nouvellement créés qui participent à l'amélioration de la limite d'élasticité du matériau. Le même phénomène est observé pour l'échantillon impacté deux fois à T4. Cette hypothèse est confirmée par la cartographie de désorientation moyenne Figure V - 23 et est illustrée par la Figure V - 24.

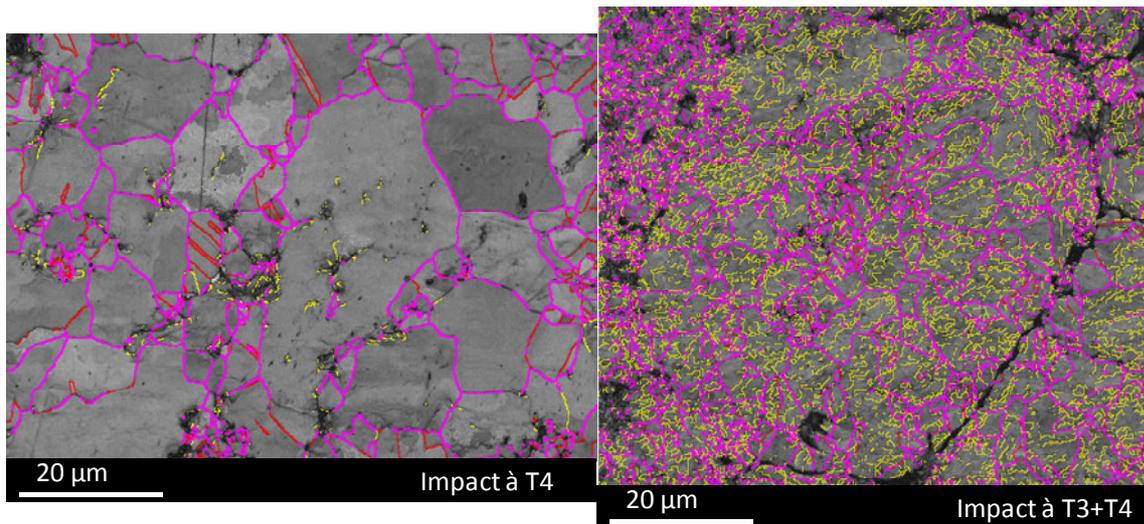


Figure V - 24 : Représentation des distributions de désorientations angulaires ( $5^\circ < \text{jaune} < 15^\circ$ ,  $15^\circ < \text{violet} < 58^\circ$ ,  $58^\circ < \text{rouge} < 62^\circ$ ) pour le comprimé de nickel impacté à T4 (gauche) et impacté à T3 puis T4 (droite).

La Figure V - 24 montre la représentation des distributions angulaires pour 2 échantillons représentatifs parmi tous les comprimés consolidés et possédant une distribution de désorientation angulaire très différente : l'échantillon impacté à T4 et celui impacté à T3+T4. Les sous joints ou LAGB sont représentés ici en jaune, les grains en violet et la macles en rouge.

Le comprimé impacté à T4 présente des grains vierges de cellules de dislocations et quelques macles sont observées. Au contraire, la présence d'une densité importante de LAGB est observée à l'intérieur de chaque grain dans l'échantillon impacté à T3+T4. Ces observations permettent d'expliquer où se trouvent les joints de grain de faible désorientation angulaire.

Dans le chapitre 5.3, il a été montré que pour un cycle thermique appliqué à un métal pur, il est préférable de réaliser une sollicitation dynamique à la fin du cycle thermique afin d'optimiser les propriétés mécaniques. Le contrôle de la température à laquelle l'impact est effectué peut permettre de **contrôler la densification et la cinétique de consolidation**. La taille des grains ainsi que le profil de désorientation angulaire dans les grains sont également affectés via le nombre d'impacts et les températures auxquelles ils sont appliqués. Des comportements mécaniques différents ont été observés suivant la vitesse et le moment de l'impact. A haute vitesse d'impact, c'est-à-dire pour une contrainte initiale élevée, il a été possible de déformer les particules de nickel de façon plastique. Cette plastification permet un gain en densité relative. La taille des grains n'a pas montré de dépendance à la vitesse de l'impact. Enfin, aucune d'énergie résiduelle stockée via des GND n'a été mise en évidence pour les deux vitesses d'impact étudiées. La combinaison de ces résultats montre qu'il est possible d'obtenir des échantillons aux caractéristiques microstructurales contrôlées et propriétés mécaniques contrôlées via l'optimisation des cycles thermo-mécaniques.

## 5.4 Impact post consolidation : modification des microstructures et énergie résiduelle stockée

L'effet d'un impact appliqué post consolidation, c'est-à-dire durant la phase de refroidissement, a été étudié. L'hypothèse à l'origine de ces travaux est basée sur le fait qu'une sollicitation dynamique, effectuée pendant la phase de refroidissement, permettrait de stocker de l'énergie sous forme de LAGB, ce qui offrirait la possibilité de modifier les propriétés mécaniques du comprimé consolidé. Afin de pouvoir réaliser une sollicitation dynamique à plus grande vitesse et donc générer une contrainte à l'impact plus importante, des barres en alliage cuivre béryllium ont été utilisées et la matrice graphite a été remplacée par une matrice en molybdène.

### 5.4.1 Conditions expérimentales

Deux cycles thermiques permettant d'étudier l'influence de la vitesse d'impact et de l'énergie résiduelle stockée dans un matériau dense ont été retenus à partir de l'étude de la courbe dilatométrique du nickel Figure V - 4.

Le premier cycle thermique, permettant d'étudier l'influence de l'énergie stockée dans la microstructure d'un matériau dense, est décrit Figure V - 25.

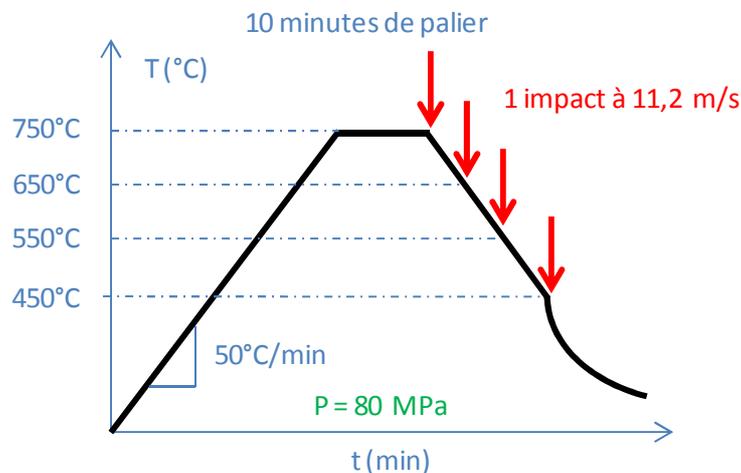


Figure V - 25 : Cycle thermique utilisé pour évaluer l'énergie stockée en fonction de la température d'impact.

Le cycle thermique Figure V - 25 a été inspiré par l'étude de L. Minier et al. [124], lequel visait l'obtention de matériaux denses avant la phase de refroidissement. Un impact ultérieur est ensuite réalisé avec pour objectif de stocker la plus grande quantité d'énergie suite à l'impact dans la microstructure. Il est considéré que le matériau étant déjà consolidé, l'énergie d'impact ne participe pas à sa compaction. Ce cycle thermique se décompose en une chauffe à  $50^\circ\text{C}/\text{min}$  jusqu'à  $750^\circ\text{C}$ , suivi d'un palier de 10 minutes puis d'un refroidissement contrôlé à  $-50^\circ\text{C}/\text{min}$  jusqu'à  $450^\circ\text{C}$  et enfin terminer par un refroidissement naturel. Durant tout le cycle thermique, une pression uniaxiale de

80 MPa est appliquée. Le cycle thermique Figure V - 25 est accompagné d'une sollicitation dynamique de vitesse fixée à 11,23 m/s durant le refroidissement et dont l'effet a été étudié à 750°C, 650°C, 550°C ou 450°C.

Le second cycle thermique, permettant d'étudier l'influence de la vitesse à l'impact sur les propriétés mécaniques d'échantillons de nickel est présenté Figure V - 26.

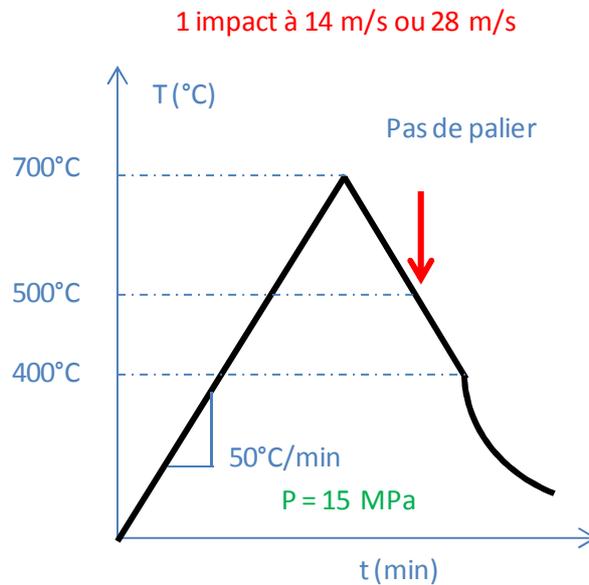


Figure V - 26: Cycle thermo-mécanique utilisé pour évaluer l'influence de la vitesse d'impact.

Ce cycle consiste à chauffer la poudre de nickel à 50°C/min de la température ambiante jusqu'à 700°C, puis de refroidir à 50°C/min jusqu'à 400°C et enfin un refroidissement naturel jusqu'à température ambiante. Ce cycle thermique est retenu car il permet d'obtenir des échantillons possédant une densité relative assez faible (80% environ), ce qui, couplé à une pression uniaxiale quasi-statique faible (15 MPa), permet de maximiser l'effet de l'impact. A ce cycle thermique est couplée une sollicitation dynamique dont les paramètres sont décrits Tableau V - 3. La sollicitation dynamique a lieu à 500°C durant la rampe de refroidissement contrôlée, avec une vitesse d'impact de 13,8 m/s ou 27,6 m/s générant des contraintes à l'impact de 226 MPa et 453 MPa respectivement.

## 5.4.2 Résultats

Les caractérisations des comprimés consolidés dans cette étude ont permis de déterminer le gain en densité relative suite à l'application d'impacts et leurs effets sur la limite d'élasticité obtenue en compression.

### 5.4.2.1 Densité relative

Les densités relatives des comprimés denses impactés durant la phase de refroidissement sont rassemblées Figure V - 27

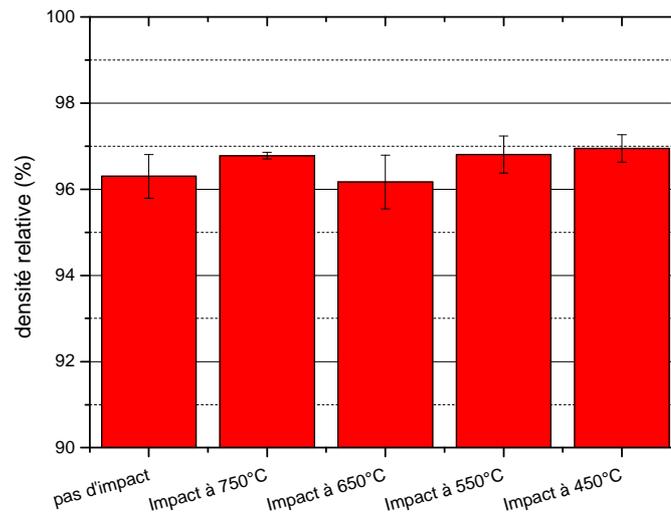


Figure V - 27 : Densités relatives des comprimés de nickel en fonction de la température d'impact durant la phase de refroidissement.

La densité relative du comprimé de référence non impacté est proche de 100% ce qui justifie le cycle thermique employé. Les comprimés impactés durant le refroidissement possèdent tous une densité équivalente d'environ 96,5%. Le fait d'impacter un matériau déjà dense ne joue donc pas sur la valeur de densité relative.

L'effet de la vitesse à l'impact sur la densification lors d'impact au refroidissement est reporté Figure V - 28

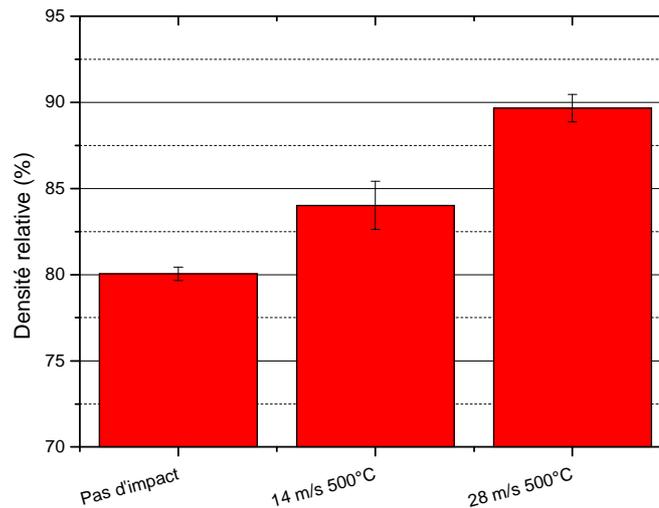


Figure V - 28: Densités relatives des comprimés de nickel en fonction de la vitesse d'impact durant la phase de refroidissement.

Lorsque la sollicitation dynamique est effectuée durant le cycle de refroidissement, l'effet de l'impact sur la densité relative est positif par rapport à celle de l'échantillon sans impact. Le comprimé de référence non impacté possède une densité relative de 80%, améliorée de 4% après 1 impact à 14 m/s à 500°C et 10% si la vitesse à l'impact est de 28 m/s à cette même température. Plus la vitesse à l'impact est élevée, plus le gain en densité relative est important.

#### 5.4.2.2 Limite d'élasticité

Les limites d'élasticité des comprimés de nickel impactés à différentes températures durant le refroidissement contrôlé sont présentées Figure V - 29.

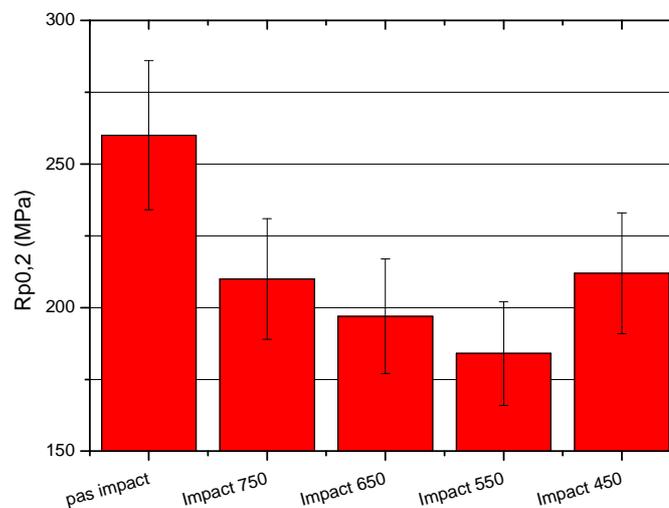


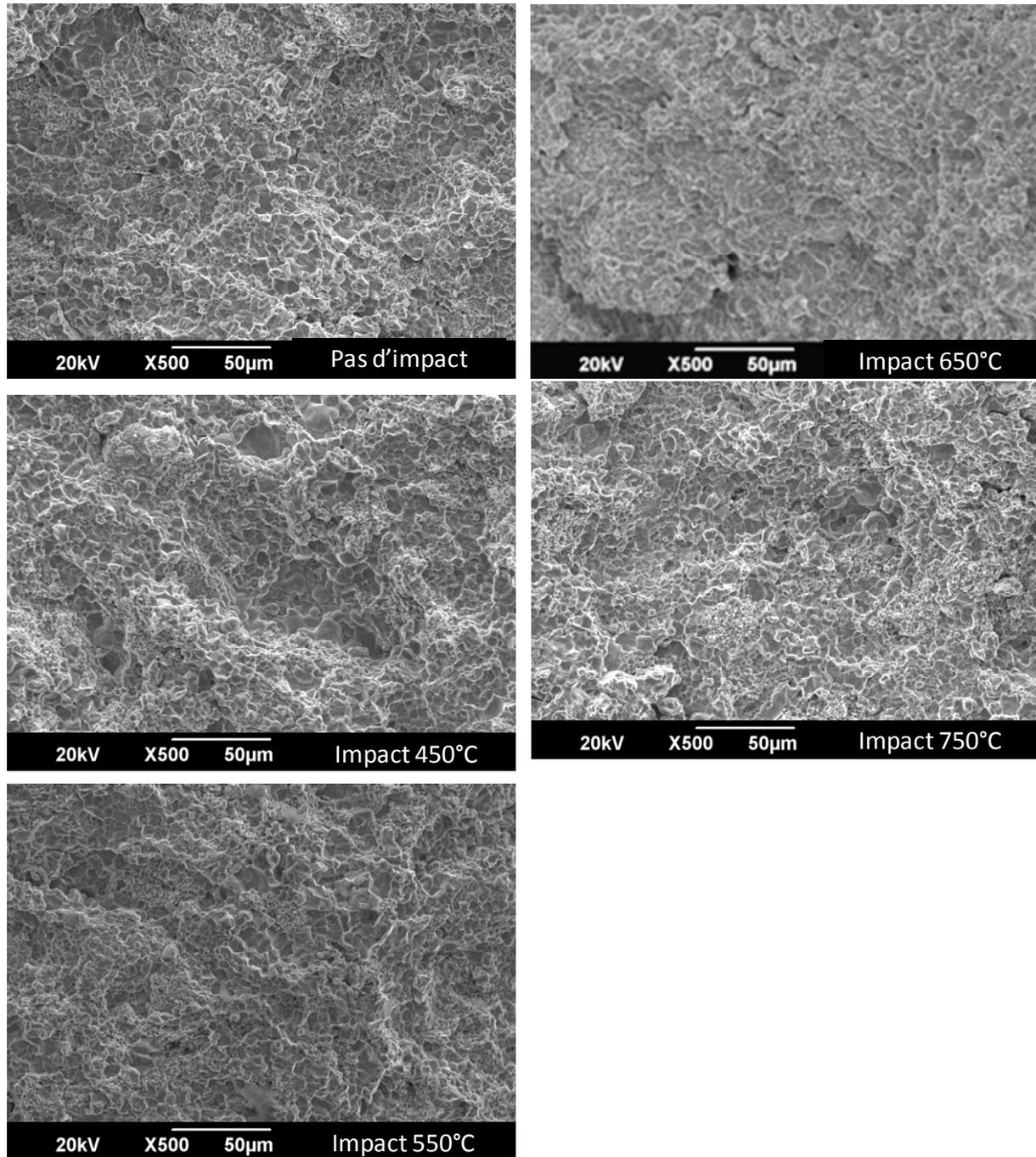
Figure V - 29 : Limite d'élasticité des comprimés de nickel suivant la température d'impact durant la phase de refroidissement

La limite d'élasticité du comprimé non impacté est de 260 MPa. La réalisation d'impact post consolidation sur un matériau dense durant le refroidissement entraîne une diminution moyenne de 30% de la valeur de la limite d'élasticité par rapport au comprimé de référence malgré une densité équivalente d'environ 96% et ce quel que soit la température à laquelle l'impact est réalisé entre 750°C et 450°C.

Il n'a pas été possible de déterminer la limite d'élasticité des comprimés qui ont été soumis à différentes vitesses d'impact pendant le cycle de refroidissement car ils ne présentaient aucune tenue mécanique à la compression et se sont fragmentés dès l'application de la contrainte, malgré leur densités plus élevées par rapport à l'échantillon non impacté.

### 5.4.2.3 Faciès de rupture

Les images MEB des faciès de rupture des comprimés de nickel en fonction de la température d'application d'impact pendant la phase de refroidissement sont présentées Figure V - 30.



**Figure V - 30 : Faciès de rupture des comprimés de nickel mis en forme à 750°C, 10 minutes, 80 MPa et non impacté (haut gauche), impacté à 750°C à la fin du palier (haut centre), à 650°C durant le refroidissement (haut droite), 550°C (bas gauche) et 450°C (bas centre).**

Les faciès de rupture des 5 comprimés présentés Figure V - 30 sont semblables et montrent des surfaces caractéristiques d'un matériau dense. En effet, aucune porosité n'est observée sur les différents

faciès de rupture présentés ci-dessus. Il n'est également pas possible de distinguer les particules de poudre initiales et la surface fracturée est entièrement couverte de cupules ce qui est caractéristique d'une fracture sur un matériau ductile.

Les faciès de rupture des comprimés impactés à différentes vitesses durant le refroidissement n'ont pas pu être présentés de par leur caractère extrêmement fragile et malgré leurs densités plus élevées par rapport à l'échantillon non impacté.

### **5.4.3 Interprétation**

L'influence d'1 impact post consolidation réalisé à différentes températures durant la phase de refroidissement sur un matériau "dense" n'entraîne pas de modifications significatives de la densité relative. Au niveau de la microstructure, il est difficile d'observer des différences via les faciès de rupture. Cependant, une baisse de la limite d'élasticité est constatée entre le comprimé de référence (non impacté) et ceux ayant subi 1 impact post consolidation, ces derniers étant les moins résistants mécaniquement. Pour expliquer ce comportement, l'hypothèse avancée *paragraphe 5.3.1.2* est envisagée, à savoir que la réalisation d'1 impact, s'il n'est pas effectué en fin de cycle thermique, provoque une réorganisation et une désagglomération des particules de poudre. Dans le cas présent, il n'est plus possible de distinguer ces dernières car le matériau est presque entièrement dense mais l'impact pourrait créer des micro-fissures dans la structure ce qui expliquerait la diminution du comportement mécanique en compression. Le cycle thermique utilisé ne permettrait pas à ces micro-fissures de se refermer.

Malgré les gains en densité relative, les échantillons impactés à différentes vitesses après leur mise en forme n'ont aucune tenue mécanique en compression. Ce résultat vient renforcer l'hypothèse que la sollicitation dynamique à une température intermédiaire (500°C) provoque une réorganisation et une désagglomération des particules de poudre et expliquerait pourquoi les comprimés de nickel ne présentent aucune tenue mécanique. Contrairement à 1 impact réalisé à 500°C durant la mise en forme (*Cf. paragraphe 5.3.1.2*), les comprimés après impact restent peu de temps à des températures permettant de créer à nouveau des cous de frittage.

En conclusion, lorsque l'impact est effectué post consolidation et durant la phase de refroidissement, il y a un effet négatif supposé de réorganisation et désagglomération des particules de poudre. La limite d'élasticité en compression s'en trouve affectée : une diminution de 30% lors 1 impact post consolidation à différentes températures sur un matériau dense, voire une disparition de tenue mécanique en compression sont observées. L'objectif de départ, à savoir le stockage de l'énergie via 1 impact post consolidation durant le cycle de refroidissement, n'est pas mis en évidence pour les cycles thermo-mécaniques étudiés.

## **5.5 Conclusion**

Les influences de la température à laquelle l'impact est effectué durant un cycle thermique ainsi que de la vitesse de l'impact sur les propriétés physiques d'un métal pur, le nickel, ont été mises en évidence. Il a été montré que la température à laquelle l'impact était effectué lors d'un cycle thermique suivi d'un court temps de maintien influençait la densification: l'échantillon semble se désagglomérer lorsqu'il impact est effectué à basse température alors qu'il devient plus dense à plus haute température. Lors de ce même cycle thermique, le choix de la température à laquelle l'impact est effectué permet de contrôler la taille des grains. Plus la température à laquelle l'impact est effectuée est élevée, plus la taille des grains augmente. Le profil de désorientation angulaire des grains se trouve également affecté par l'impact et influence le comportement mécanique en compression des échantillons ainsi élaborés. Pour de faibles vitesses de projectile, la déformation subie par l'échantillon est de type élastique : son effet est négatif sur la densification et les propriétés mécaniques en compression lorsqu'elle est appliquée durant le cycle thermique mais devient positif lorsqu'elle est appliquée en fin de cycle thermique. Pour une vitesse d'impact plus importante, il est possible d'atteindre le domaine de déformation plastique des particules de poudre. La déformation plastique a été mise en évidence via l'étude microstructurale des comprimés et l'observation d'un facetage des particules de poudre. L'effet sur la densification ainsi que sur la limite d'élasticité en compression est alors positif que l'impact soit effectué durant le cycle thermique ou en fin de ce dernier. L'étude de l'influence de la sollicitation dynamique post-consolidation pendant la phase de refroidissement a été abordée afin d'estimer l'énergie stockée dans les matériaux. Ces essais ont montré que le choix de cycle thermo-mécanique n'est pas adapté au stockage d'énergie dans les comprimés car il fragilise les liaisons entre les particules. Un recuit ultérieur pourrait être envisagé afin de stabiliser l'échantillon et lui redonner une cohésion mécanique.

## **CONCLUSION GENERALE**

## Conclusion générale

L'objectif de ce travail de thèse concernait le développement d'un nouveau procédé exploratoire de mise en forme de matériaux pulvérulents combinant un chauffage résistif et une compaction dynamique, permettant la mise en œuvre de matériaux massifs nanostructurés aux propriétés physiques "sur-mesure". Afin d'atteindre cet objectif, plusieurs étapes ont été nécessaires : une première phase de développement du procédé qui a été suivie par une analyse des phénomènes mis en jeu lors de la mise en forme de matériaux. Ceux-ci étaient de deux natures différentes : d'un côté, les phénomènes liés au procédé, c'est-à-dire la compréhension de la propagation d'une onde lors de la compaction dynamique. De l'autre côté les phénomènes mis en jeu dans le matériau qui se traduisent par des modifications (microstructures, propriétés ...).

Le développement du procédé DCRS pour Dynamic Compaction Resistance Sintering s'est effectué sur la base de la combinaison d'un système de frittage FAST de type SPS (Spark Plasma Sintering) avec un dispositif des barres d'Hopkinson ou SHPB (Split Hopkinson Pressure Bar). Ce procédé a été automatisé et a démontré ses capacités dans la mise en forme de matériaux métalliques comme céramiques, sous vide primaire ou atmosphère contrôlée, pour des températures pouvant atteindre 1850°C et pour des rampes de montée en température pouvant aller jusqu'à 300°C/min. Les paramètres de compaction dynamique permettent de générer des contraintes instantanées pouvant aller jusqu'à 400 MPa durant une centaine de microsecondes.

Les études effectuées par la suite ont été réalisées dans le but de comprendre le fonctionnement du dispositif DCRS dans sa globalité et plusieurs approches ont été abordées afin d'atteindre ce but.

Une approche mécanique a été effectuée avec pour objectif la détermination de l'énergie stockée lors d'un impact grâce à la détermination du comportement mécanique dynamique du matériau lors de la sollicitation. Pour réaliser cette approche, une étude numérique a été menée en parallèle avec les essais expérimentaux. La propagation des ondes lors d'un essai en compaction dynamique avec le dispositif DCRS est perturbée par la configuration utilisée conduisant à la nécessité d'appliquer un post-traitement des signaux pour accéder à la contrainte réelle subie par l'échantillon. Cette perturbation est provoquée par les outils de frittage (pistons graphite) qui sont utilisés pour confiner et chauffer le matériau pulvérulent et qui agissent comme des pièges à ondes. Un traitement du signal permettant d'accéder à la contrainte globale d'un échantillon solide entre deux pistons graphite est proposée.

Une autre approche a été de considérer l'aspect matériau. L'influence de la compaction dynamique sur les propriétés mécaniques et électriques d'échantillons de cuivre ODS (Oxide Dispersion Strengthened) a été déterminée. Différents effets ont été mis en évidence en fonction de la température à laquelle l'impact est réalisé et du nombre de sollicitations dynamiques. La compaction dynamique tend à favoriser la densification lorsqu'elle est réalisée à basse température ( $T \leq 500^\circ\text{C}$ ) et permet une amélioration des propriétés mécaniques lorsqu'elle est réalisée à plus haute température ( $T \geq 600^\circ\text{C}$ ). La réalisation de multiples sollicitations dynamiques a servi à abaisser de 200°C la température de

## Conclusion générale

densification par rapport à un traitement thermique sans chargement dynamique. L'échantillon possédant la meilleure limite d'élasticité en compression a été celui mis en forme à la température très basse de 450°C avec 9 impacts et montre la possibilité du dispositif DCRS à faire des matériaux aux propriétés « sur mesure ». D'un point de vue microstructural, l'accumulation de dislocations a été mise en évidence par analyse EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) sous forme de LAGB (Low Angle Grain Boundary) préférentiellement pour les échantillons mis en forme à température moyenne autour de 600°C (ni trop basse pour permettre la consolidation effective des particules de poudre, ni trop haute pour éviter la croissance des grains et des oxydes) et pour de multiples sollicitations dynamiques.

Pour un métal pur, l'influence de la compaction dynamique sur les propriétés mécaniques est différente. La présence de sollicitation dynamique améliore la densité relative si l'impact est effectué en fin de cycle thermique. Si la sollicitation dynamique est réalisée durant le cycle thermique, cette dernière peut avoir un effet positif sur la densification et les propriétés mécaniques selon la vitesse d'impact. La température à laquelle le ou les impacts sont effectués au cours d'un cycle thermique donné a permis d'obtenir une large gamme, à la fois de microstructure et de propriétés mécaniques, après la mise en forme. Différents comportements des particules de poudre ont été mis en évidence suivant le caractère élastique ou plastique de la compaction dynamique et la température à laquelle cette sollicitation dynamique était effectuée.

Les possibilités offertes par ce nouveau procédé de mise en forme laissent la voie ouverte à de nombreuses perspectives. Tout d'abord, l'étude de la propagation des ondes dans le dispositif DCRS pourrait être étendue à des matériaux pulvérulents ainsi qu'en température. Cette compréhension complète de la propagation pourrait permettre d'optimiser les traitements thermo-mécaniques afin de les rendre le plus efficace possibles. Ensuite, l'optimisation des cycles thermo-mécaniques pourrait être réalisée sur les deux matériaux étudiés, le cuivre avec des renforts nanométriques et le nickel pur, afin de balayer toute la gamme de propriétés mécaniques, électriques ou magnétiques qu'il est possible d'obtenir sur ces deux matériaux modèles. Il serait ensuite possible d'appliquer la même approche à d'autres matériaux, métalliques dans un premier temps, ou même céramiques afin de diminuer les températures de mise en forme. Les gains en terme de cinétique de consolidation démontrés lors de cette étude (encore plus important qu'en SPS) permettront, sans aucun doute, de conserver des structures métastable (i) soit avec des transformations de phases ou ii) en conservant des structures à grains fins contenues dans les particules de la poudre initiale. Il faudrait donc travailler sur des poudres broyées et/ou des poudres nanostructurées. Enfin, plus largement, cette étude pourra permettre de se poser la question de l'effet de la pression et de son mode d'application (température à laquelle la pression est appliquée, réalisation de cycles de pression, etc.) sur les propriétés physiques de matériaux frittés lors de la mise en forme par le procédé SPS, qui est le procédé sur lequel le procédé DCRS se base.

Références bibliographiques

**REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

## Références bibliographiques

1. Grasso, S., Y. Sakka, and G. Maizza, *Electric current activated/assisted sintering (ECAS): a review of patents 1906–2008*. Science and technology of advanced materials, 2009. **10**.
2. Bloxam, A.G., GB patent No. 27,002, 1906.
3. Weintraub, G. and H. Rush, US Patent No. 1,071,488, 1913.
4. Inoue, K., US Patent No. 3,250,892, 1966.
5. Munir, Z.A., U. Anselmi-Tamburini, and M. Ohyanagi, *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 Science, 2006. **41**: p. 763-777.
6. Munir, Z.A. and D.V. Quach, *Electric Current Activation of Sintering: A Review of the Pulsed Electric Current Sintering Process*. Journal of the American Ceramic Society, 2011. **94**(1): p. 1-19.
7. Lenel, F.V., *Resistance sintering under pressure*. Journal of metals, 1955: p. 158-167.
8. Orrù, R., R. Licheri, A.M. Locci, A. Cincotti, and G. Cao, *Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering*. Materials Science and Engineering: R: Reports, 2009. **63**(4–6): p. 127-287.
9. Tokita, M. *Mechanisms of Spark Plasma Sintering*. in *International Symposium on microwave plasma and thermomechanical processing of advanced materials*. 1997.
10. Tokita, M., *Chapter 11.2.3 - Spark Plasma Sintering (SPS) Method, Systems, and Applications*, in *Handbook of Advanced Ceramics (Second Edition)*, S. Shigeyuki, Editor 2013, Academic Press: Oxford. p. 1149-1177.
11. Estournes, C., *Mise en forme de matériaux par frittage flash*. Techniques de l'ingénieur, 2006.
12. Olevsky, E.A., S. Kandukuri, and L. Froyen, *Consolidation enhancement in spark-plasma sintering: Impact of high heating rates*. Journal of applied physics, 2007. **102**.
13. Olevsky, E.A. and L. Froyen, *Impact of Thermal Diffusion on Densification During SPS*. Journal of the American Ceramic Society, 2009. **92**: p. S122-S132.
14. Anselmi-Tamburini, U., J.E. Garay, and Z.A. Munir, *Fundamental investigations on the spark plasma sintering/synthesis process III. Current effect on reactivity*. Materials Science and Engineering A, 2005. **407**: p. 24-30.
15. Chen, W., U. Anselmi-Tamburini, J.E. Garay, J.R. Groza, and Z.A. Munir, *Fundamental investigations on the spark plasma sintering/synthesis process I. Effect of dc pulsing on reactivity*. Materials Science and Engineering A, 2005. **394**: p. 132-138.
16. Chaim, R., *Electric field effects during spark plasma sintering of ceramic nanoparticles*. Journal of material science, 2013. **48**(1): p. 502-510.
17. Anselmi-Tamburini, U., S. Gennari, J.E. Garay, and Z.A. Munir, *Fundamental investigations on the spark plasma sintering/synthesis process II. Modeling of current and temperature distributions*. Materials Science and Engineering A, 2005. **394**: p. 139-148.
18. Carney, C.M. and T.-I. Mah, *Current Isolation in Spark Plasma Sintering of Conductive and Nonconductive Ceramics*. Journal of the American Ceramic Society, 2008. **91**(10): p. 3448-3450.
19. Vanmeensel, K., A. Laptev, J. Hennicke, J. Vleugels, and O. Van der Biest, *Modelling of the temperature distribution during field assisted sintering*. Acta Materialia, 2005. **53**(16): p. 4379-4388.
20. Song, S.-X., Z. Wang, and G.-P. Shi, *Heating mechanism of spark plasma sintering*. Ceramics International, 2012(0).

## Références bibliographiques

21. Zavaliangos, A., J. Zhang, M. Krammer, and J.R. Groza, *Temperature evolution during field activated sintering*. Materials Science and Engineering: A, 2004. **379**(1–2): p. 218-228.
22. Mechighel, F., G. ANTOU, B. PATEYRON, A. MAÎTRE, and M.E. GANAOUI, *Simulation numérique du couplage électrique, thermique et mécanique lors du frittage « flash » de matériaux céramiques et métalliques*, in *Congrès Français de Thermique*, 2008: Toulouse.
23. Tiwari, D., B. Basu, and K. Biswas, *Simulation of thermal and electric field evolution during spark plasma sintering*. Ceramics International, 2009. **35**(2): p. 699-708.
24. Mondalek, P., L. Silva, and M. Bellet, *Modélisation numérique des phénomènes de chauffage et de densification durant le procédé de frittage flash*, in *CSMA 2011 10e Colloque National en Calcul des Structures 2011: Presqu'île Modélisation numérique des phénomènes de Giens (Var)*.
25. Vanmeensel, K., A. Laptev, O. Van der Biest, and J. Vleugels, *The influence of percolation during pulsed electric current sintering of ZrO<sub>2</sub>-TiN powder compacts with varying TiN content*. Acta Materialia, 2007. **55**(5): p. 1801-1811.
26. Dobedoe, R.S., G.D. West, and M.H. Lewis, *Spark plasma sintering of ceramics : understanding temperature distribution enables more realistic comparison with conventional processing*. Vol. 104. 2005, London, Royaume uni: Maney. 7.
27. Kim, H.-T., K. Kawahara, and M. Tokita, *Specimen Temperature and Sinterability of Ni Powder by Spark Plasma Sintering*. Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, 2000. **47**(8): p. 887-891.
28. Omori, M., *Sintering, consolidation, reaction and crystal growth by the spark plasma system (SPS)*. Materials Science and Engineering: A, 2000. **287**(2): p. 183-188.
29. Hulbert, D.M., A. Anders, D.V. Dudina, J. Andersson, D. Jiang, C. Unuvar, U. Anselmi-Tamburini, E.J. Lavernia, and A.K. Mukherjee, *The Absence of Plasma in “Spark Plasma Sintering”*. journal of applied physics, 2008. **104**.
30. Hulbert, D.M., A. Anders, J. Andersson, E.J. Lavernia, and A.K. Mukherjee, *A discussion on the absence of plasma in spark plasma sintering*. Scripta Materialia, 2009. **60**: p. 835-838.
31. Räthel, J., M. Herrmann, and W. Beckert, *Temperature distribution for electrically conductive and non-conductive materials during Field Assisted Sintering (FAST)*. Journal of the European Ceramic society, 2009. **29**(8): p. 1419-1425.
32. Wang, S.W., L.D. Chen, T. Hirai, and Y.S. Kang, *Microstructure inhomogeneity in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sintered bodies formed during the plasma-activated sintering process*. Journal of Materials Science Letters, 1999. **18**(14): p. 1119-1121.
33. Song, X.Y., X.M. Liu, and J.X. Zhang, *Neck formation and self-adjusting mechanism of neck growth of conducting powders in spark plasma sintering*. Journal of the American Ceramic Society, 2006. **89**(2): p. 494-500.
34. Ji, G., T. Grosdidier, N. Bozzolo, and S. Launois, *The mechanisms of microstructure formation in a nanostructured oxide dispersion strengthened FeAl alloy obtained by spark plasma sintering*. Intermetallics, 2007. **15**(2): p. 108-118.
35. Grosdidier, T., G. Ji, and S. Launois, *Processing dense hetero-nanostructured metallic materials by spark plasma sintering*. Scripta Materialia, 2007. **57**(6): p. 525-528.
36. Demuyneck, M., J.-P. Erauw, O.V.d. Biest, F. Delannay, and F. Cambier, *Densification of alumina by SPS and HP: A comparative study*. Journal of the European Ceramic society, 2011.
37. Frei, J.M., U. Anselmi-Tamburini, and Z.A. Munir, *Current effects on neck growth in the sintering of copper spheres to copper plates by the pulsed electric current method*. journal of applied physics, 2007. **101**(11): p. 114914.

## Références bibliographiques

38. Anselmi-Tamburini, U., J.E. Garay, and Z.A. Munir, *Fast low-temperature consolidation of bulk nanometric ceramic materials*. Scripta Materialia, 2006. **54**(5): p. 823-828.
39. Cologna, M., B. Rashkova, and R. Raj, *Flash Sintering of Nanograin Zirconia in <5 s at 850°C*. Journal of the American Ceramic Society, 2010. **93**(11): p. 3556-3559.
40. Francis, J.S.C. and R. Raj, *Flash-Sinterforging of Nanograin Zirconia: Field Assisted Sintering and Superplasticity*. Journal of the American Ceramic Society, 2012. **95**(1): p. 138-146.
41. Anselmi-Tamburini, U., J.E. Garay, Z.A. Munir, A. Tacca, F. Maglia, and G. Spinolo, *Spark plasma sintering and characterization of bulk nanostructured fully stabilized zirconia: Part I. Densification studies*. Journal of Materials Research, 2004. **19**: p. 3255-3262
42. Cheng, L., Z. Xie, G. Liu, W. Liu, and W. Xue, *Densification and mechanical properties of TiC by SPS-effects of holding time, sintering temperature and pressure condition*. Journal of the European Ceramic society, 2012. **32**(12): p. 3399-3406.
43. Chaim, R., *Densification mechanisms in spark plasma sintering of nanocrystalline ceramics*. Materials Science and Engineering: A, 2007. **443**(1-2): p. 25-32.
44. Grasso, S., Y. Sakka, G. Maizza, and C. Hu, *Pressure effect on the homogeneity of Spark Plasma Sintered Tungsten Carbide Powder*. Journal of the American Ceramic Society, 2009. **92**(10): p. 2418-2421.
45. Guillard, F., A. Allemand, J.-D. Lulewicz, and J. Galy, *Densification of SiC by SPS-effects of time, temperature and pressure*. Journal of the European Ceramic society, 2007. **27**(7): p. 2725-2728.
46. Madhav Reddy, K., N. Kumar, and B. Basu, *Innovative multi-stage spark plasma sintering to obtain strong and tough ultrafine-grained ceramics*. Scripta Materialia, 2010. **62**(7): p. 435-438.
47. Diouf, S. and A. Molinari, *Densification mechanisms in spark plasma sintering: Effect of particle size and pressure*. Powder Technology, 2012. **221**(0): p. 220-227.
48. Santanach, J.G., A. Weibel, C. Estournès, Q. Yang, C. Laurent, and A. Peigney, *Spark plasma sintering of alumina: Study of parameters, formal sintering analysis and hypotheses on the mechanism(s) involved in densification and grain growth*. Acta Materialia, 2011. **59**(4): p. 1400-1408.
49. Zhaohui, Z., W. Fuchi, W. Lin, L. Shukui, and S. Osamu, *Sintering mechanism of large-scale ultrafine-grained copper prepared by SPS method*. Materials Letters, 2008. **62**(24): p. 3987-3990.
50. Skandan, G., H. Hahn, B.H. Kear, M. Roddy, and W.R. Cannon, *The effect of applied stress on densification of nanostructured zirconia during sinter-forging*. Materials Letters, 1994. **20**(5-6): p. 305-309.
51. Kang, S.-J.L., *Sintering - Densification, Grain Growth, and Microstructure*: Elsevier.
52. Madhav Reddy, K., N. Kumar, and B. Basu, *Inhibition of grain growth during the final stage of multi-stage spark plasma sintering of oxide ceramics*. Scripta Materialia, 2010. **63**(6): p. 585-588.
53. Grasso, S., C. Hu, G. Maizza, B.-N. Kim, and Y. Sakka, *Effects of Pressure Application Method on Transparency of Spark Plasma Sintered Alumina*. Journal of the American Ceramic Society, 2011. **94**(5): p. 1405-1409.
54. Wang, C., X. Wang, and Z. Zhao, *Microstructure homogeneity control in spark plasma sintering of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramics*. Journal of the European Ceramic society, 2011. **31**(1-2): p. 231-235.

## Références bibliographiques

55. Zgalat-Lozynskyy, O., M. Herrmann, and A. Ragulya, *Spark plasma sintering of TiCN nanopowders in non-linear heating and loading regimes*. Journal of the European Ceramic society, 2011. **31**(5): p. 809-813.
56. Doherty, R.D., D.A. Hughes, F.J. Humphreys, J.J. Jonas, D. Juul Jensen, M.E. Kassner, W.E. King, T.R. McNelley, H.J. McQueen, and A.D. Rollett, *Current issues in recrystallization: A review*. Materials Today, 1998. **1**(2): p. 14-15.
57. Groza, J.R., *Nanocrystalline Powder Consolidation Methods*, in *Nanostructured materials. Processing, properties and applications*, C.C. Koch, Editor 2007, William Andrew. p. 173.
58. Maglia, F., U. Anselmi-Tamburini, G. Chiodelli, H.E. Çamurlu, M. Dapiaggi, and Z.A. Munir, *Electrical, structural, and microstructural characterization of nanometric La<sub>0.9</sub>Sr<sub>0.1</sub>Ga<sub>0.8</sub>Mg<sub>0.2</sub>O<sub>3δ</sub> (LSGM) prepared by high-pressure spark plasma sintering*. Solid State Ionics, 2009. **180**(1): p. 36-40.
59. Field, J.E., S.M. Walley, W.G. Proud, H.T. Goldrein, and C.R. Siviour, *Review of experimental techniques for high rate deformation and shock studies*. International Journal of Impact Engineering, 2004. **30**(7): p. 725-775.
60. Lindholm, U.S., *Techniques in material research*. Intescience, 1971. **1**.
61. Clyens, S. and W. Johnson, *The Dynamic Compaction of Powdered Materials*. Materials science and Engineering, 1977. **30**: p. 121-139.
62. Kolsky, H., *Stress waves in solids*. Journal of Sound and Vibration, 1964. **1**(1): p. 88-110.
63. Sano, T., K. Kato, and H. Takeishi, *Analysis of dynamic deformation mechanisms in powder metals*. Journal of Materials Processing Technology, 1995. **48**(1-4): p. 391-397.
64. Walley, S.M. and J.E. Field, *Elastic Wave Propagation in Materials*, in *Encyclopedia of Materials: Science and Technology (Second Edition)*, K.H.J.B. Editors-in-Chief: , et al., Editors. 2005, Elsevier: Oxford. p. 1-7.
65. Rusinek, A. and J.R. Klepaczko, *Experiments on heat generated during plastic deformation and stored energy for TRIP steels*. Materials & Design, 2009. **30**(1): p. 35-48.
66. Thadhani, N.N., *Shock compression processing of powders*. Advanced Materials & Manufacturing Processes, 1988. **3**(4).
67. Hokamoto, K., S. Tanaka, M. Fujita, S. Itoh, M.A. Meyers, and H.C. Chen, *High temperature shock consolidation of hard ceramic powders*. Physica B: Condensed Matter, 1997. **239**(1-2): p. 1-5.
68. Kurita, T., H. Matsumoto, K. Sakamoto, T. Shimada, T. Osada, K. Ojima, and H. Abe, *Effects of shock compression on powder mixtures of nickel and boron*. Journal of Alloys and Compounds, 2005. **396**(1-2): p. 133-138.
69. Vogler, T.J., M.Y. Lee, and D.E. Grady, *Static and dynamic compaction of ceramic powders*. International Journal of Solids and Structures, 2007. **44**(2): p. 636-658.
70. Hauer, I., M. Larsson, and U. Engström, *Properties of high strength PM materials obtained by different compaction methods in combination with high temperature sintering*, in *PM2TEC 2002: ORLANDO*.
71. Skoglund, P., M. Kejzerman, and I. Hauer, *High density PM components by high velocity compaction*. 2002.
72. WANG, J.-z., X.-h. QU, H.-q. YIN, M.-j. YI, and X.-j. YUAN, *Effect of particle size distribution on green properties during high velocity compaction*. Frontiers of Materials Science in China 2008. **2**(4): p. 392-396.
73. Wang, J.Z., X.H. Qu, H.Q. Yin, M.J. Yi, and X.J. Yuan, *High velocity compaction of ferrous powder*. Powder Technology, 2009. **192**(1): p. 131-136.

## Références bibliographiques

74. Souriou, D., P. Goeuriot, O. Bonnefoy, G. Thomas, and F. Doré, *Influence of the formulation of an alumina powder on compaction*. Powder Technology, 2009. **190**(1–2): p. 152-159.
75. Tang, C., Z. Xiao, J. Chen, C. Li, and T.L. Ngai, *Compaction Experiment on the Newly Designed Warm High Velocity Compaction Equipment*. Advanced Materials Research, 2010. **139-141**: p. 485-488.
76. Bayle, J.-P. and F. Jorion, *High Velocity Compaction: Comparison with Conventional Compaction for New Press Development in Hot Cell Pellet Manufacturing*. Procedia Chemistry, 2012. **7**(0): p. 431-443.
77. Sethi, G., E. Hauck, and R.M. German, *High velocity compaction compared with conventional compaction*. Materials science and technology, 2006. **22**(8).
78. Dore, F., L. Lazzarotto, and S. Bourdin, *High velocity Compaction : Overview of materials, applications and potential*. Materials Science Forum, 2007. **534-536**: p. 293-296.
79. Zheng, Z., Y. Zhu, Q. Xu, and X. Qu, *Research of constitutive relation of metal powder in high velocity compaction*. Advanced Materials Research, 2010. **97-101**: p. 1154-1160.
80. Eriksson, M., M. Andersson, and E. Carlstrom. *High Velocity Compaction of Titanium Powder*. in *EURO PM 2003 - powder compaction*. 2003. Shrewsbury, UK.
81. Jonsén, P., H.-Å. Häggblad, L. Troive, J. Furuberg, S. Allroth, and P. Skoglund, *Green body behaviour of high velocity pressed metal powder*. Materials Science Forum, 2007. **534-536**: p. 289-292.
82. Häggblad, H.-Å., M. Hockauf, M. Eriksson, and C. Berggren, *Simulation of high velocity compaction of powder in a rubber mould with characterization of silicone rubber and titanium powder using a modified split Hopkinson set-up*. Powder Technology, 2005. **154**(1): p. 33-42.
83. Trecant, M., G. Daculsi, and M. Leroy, *Dynamic compaction of calcium phosphate biomaterials*. Journal of Materials Science: Materials in Medicine, 1995. **6**: p. 545-551.
84. Trécant, M., J.m. Guicheux, G. Grimandi, M. Leroy, and G. Daculsi, *Dynamic compaction: a new process to compact therapeutic agent-loaded calcium phosphates*. Biomaterials, 1997. **18**(2): p. 141-145.
85. Guan, H., M. Shao, and Z. Xiao, *Design and simulation based on virtual prototype of new apparatus for high velocity compaction*. Key Engineering materials, 2010. **443**: p. 177-182.
86. Sano, T., A. Obinata, H. Negishi, K. Suginami, and H. Takeishi, *Effects of temperature rise on dynamic powder compaction*. Journal of Materials Processing Technology, 1997. **67**(1–3): p. 19-23.
87. Lindholm, U.S., *Some experiments with the split hopkinson pressure bar*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 1964. **12**(5): p. 317-335.
88. Verleysen, P. and J. Degrieck, *Experimental investigation of the deformation of Hopkinson bar specimens*. International Journal of Impact Engineering, 2004. **30**(3): p. 239-253.
89. Chen, W.W. and B. Song, *Split Hopkinson (Kolsky) Bar: Design, Testing and Applications* 2010: Springer.
90. Chiddister, J.L. and L.E. Malvern, *Compression-impact Testing of Aluminum at Elevated Temperatures*. Experimental Mechanics, 1963.
91. Li, Y., Y. Guo, H. Hu, and Q. Wei, *A critical assessment of high-temperature dynamic mechanical testing of metals*. International Journal of Impact Engineering, 2009. **36**(2): p. 177-184.
92. Apostol, M., T. Vuoristo, and V.-T. Kuokkala, *High temperature high strain rate testing with a compressive SHPB*. J. Phys. IV France, 2003. **110**: p. 459-464.

## Références bibliographiques

93. Lee, W.-S. and C.-F. Lin, *High-temperature deformation behaviour of Ti6Al4V alloy evaluated by high strain-rate compression tests*. Journal of Materials Processing Technology, 1998. **75**(1–3): p. 127-136.
94. Lennon, A.M. and K.T. Ramesh, *The influence of crystal structure on the dynamic behavior of materials at high temperatures*. International Journal of Plasticity, 2004. **20**(2): p. 269-290.
95. Seo, S., O. Min, and H. Yang, *Constitutive equation for Ti–6Al–4V at high temperatures measured using the SHPB technique*. International Journal of Impact Engineering, 2005. **31**(6): p. 735-754.
96. Mates, S.P., R. Rhoer, E. Whintenton, T. Burns, and D. Basak, *A Pulse-Heated Kolsky Bar Technique for Measuring the Flow Stress of Metals at High Loading and Heating Rates*. Experimental Mechanics, 2008. **48**: p. 799-807.
97. Mates, S.P., S. Banovic, R. Rhoer, T. Burns, E. Whintenton, and D. Basak, *An electrical pulse-heated Kolsky bar technique for high strain rate flow stress measurements of rapidly heated metals*, in *Dymat2009*. p. 457-462.
98. TRECANT, M., *Elaboration et propriétés de céramiques phosphocalciques obtenues par frittage ou par compaction dynamique*, in *Chimie / Biologie1996*, Université de Nantes.
99. Acquier, P., S. Lemonnier, Allain-Bonnasso, A. Rusinek, T. Grosdidier, and E. Barraud, *Development of the Dynamic Compaction Resistance Sintering (DCRS): a new process for powder consolidation combining electric current and dynamic loading*. Journal of Materials Processing Technology, 2013, after review.
100. Oliferuk, W. and M. Maj, *Stress–strain curve and stored energy during uniaxial deformation of polycrystals*. European Journal of Mechanics - A/Solids, 2009. **28**(2): p. 266-272.
101. Rittel, D., A.A. Kidane, M. Alkhader, A. Venkert, P. Landau, and G. Ravichandran, *On the dynamically stored energy of cold work in pure single crystal and polycrystalline copper*. Acta Materialia, 2012. **60**(9): p. 3719-3728.
102. Humphreys, F.J., *Recrystallization and related annealing phenomena / F.J. Humphreys and M. Hatherly*, ed. M. Hatherly2004, New York: Elsevier Science.
103. Acquier, P., A. Rusinek, T. Grosdidier, E. Barraud, S. Lemonnier, and N. Allain-Bonasso, *Application of a corrective method for an elastic wave propagation study in a discontinuous media*. Experimental Mechanics, 2013, after review.
104. Kumar, D.R., R.K. Kumar, and P.K. Philip, *Simulation of dynamic compaction of metal powders*. journal of applied physics, 1999. **85**(2): p. 767-775.
105. Kumar, D.R., R.K. Kumar, and P.K. Philip, *Investigation on dynamic compaction of metal powders. Part I: Experimental*. Powder metallurgy, 2002. **45**(3).
106. Jankowiak, T., A. Rusinek, and T. Lodygowski, *Validation of the Klepaczko–Malinowski model for friction correction and recommendations on Split Hopkinson Pressure Bar*. Finite Elements in Analysis and Design, 2011. **47**(10): p. 1191-1208.
107. Børvik, T., A.H. Clausen, O.S. Hopperstad, and M. Langseth, *Perforation of AA5083-H116 aluminium plates with conical-nose steel projectiles—experimental study*. International Journal of Impact Engineering, 2004. **30**(4): p. 367-384.
108. Follansbee, P.S., *ASM Metal handbook*. Vol. 8: mechanical testing. 1985.
109. Zhang, E. and B. Wang, *On the compressive behaviour of sintered porous coppers with low to medium porosities—Part I: Experimental study*. International Journal of Mechanical Sciences, 2005. **47**(4–5): p. 744-756.
110. Hakamada, M., Y. Asao, T. Kuromura, Y. Chen, H. Kusuda, and M. Mabuchi, *Density dependence of the compressive properties of porous copper over a wide density range*. Acta Materialia, 2007. **55**(7): p. 2291-2299.

## Références bibliographiques

111. Wang, B. and E. Zhang, *On the compressive behavior of sintered porous coppers with low-to-medium porosities—Part II: Preparation and microstructure*. International Journal of Mechanical Sciences, 2008. **50**(3): p. 550-558.
112. Safa, K. and G. Gary, *Displacement correction for punching at a dynamically loaded bar end*. International Journal of Impact Engineering, 2010. **37**(4): p. 371-384.
113. Ardell, A.J., *Precipitation hardening*. Metallurgical Transactions A, 1985. **16**(12): p. 2131-2165.
114. Anderson, K. and J. Groza, *Microstructural size effects in high-strength high-conductivity Cu-Cr-Nb alloys*. Metallurgical and Materials Transactions A, 2001. **32**(5): p. 1211-1224.
115. Gladman, T., *On the Theory of the Effect of Precipitate Particles on Grain Growth in Metals*. Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences, 1966. **294**(1438): p. 298-309.
116. Hansen, N., *Hall–Petch relation and boundary strengthening*. Scripta Materialia, 2004. **51**(8): p. 801-806.
117. Schiotz, J., F.D. Di Tolla, and K.W. Jacobsen, *Softening of nanocrystalline metals at very small grain sizes*. Nature, 1998. **391**(6667): p. 561-563.
118. Hattali, L., *Caractérisation et modélisation thermo-mécanique des assemblages métal-céramique élaborés par thermocompression*, 2009, Ecole centrale de Lyon.
119. Neumann, J.P., T. Zhong, and Y.A. Chang, *The Cu–O (Copper-Oxygen) system*. Bulletin of Alloy Phase Diagrams, 1984. **5**(2): p. 136-140.
120. Ravi, B.G., R. Chaim, and A. Gedanken, *Sintering of bimodal alumina powder mixtures with a nanocrystalline component*. Nanostructured Materials, 1999. **11**(7): p. 853-859.
121. Petersson, A. and J. Ågren, *Sintering shrinkage of WC–Co materials with bimodal grain size distributions*. Acta Materialia, 2005. **53**(6): p. 1665-1671.
122. Anderson, K.R., *Effect of thermal and mechanical processing on microstructures and desired properties of particles-strengthened Cu-Cr-Nb alloys*. NASA/CR-2000-209812, 2000.
123. Rhines, F.N., R.T. DeHoff, and U.o. Florida, *Quantitative Microscopy. Edited by Robert T. DeHoff [and] Frederick N. Rhines* 1968: McGraw-Hill.
124. Minier, L., S. Le Gallet, Y. Grin, and F. Bernard, *A comparative study of nickel and alumina sintering using spark plasma sintering (SPS)*. Materials Chemistry and Physics, 2012. **134**(1): p. 243-253.
125. Thierry, B., *Analyse EBSD Principe et cartographies d'orientations*. Techniques de l'ingénieur Essais métallographiques des métaux et alliages, 2010. **base documentaire : TIB343DUO**(ref. article : m4138).
126. Schwartzner, R.A., Review of texture and microstructure, 1993. **20**: p. 7.
127. Germain, L., *Contribution à l'étude des hétérogénéités de texture des billettes d'IMI 834*, 2005, Université Paul Verlaine de Metz.

## **ANNEXES**

## Annexes

Dans ces annexes, les différentes méthodes de caractérisation physiques et microstructurales des échantillons sont décrites. Il s'agit de caractérisations. Ces méthodes vont permettre de déterminer le comportement des matériaux en fonction des cycles thermo-mécaniques appliqués.

### **Fractographie**

La fractographie est réalisée en immergeant les échantillons dans un bain d'azote liquide puis les surfaces de rupture sont révélées en appliquant un choc. L'analyse de la surface de rupture permet de récolter des informations sur le type de rupture (fragile, ductile) et sur la cohésion des particules dans le matériau. Un exemple de faciès de rupture est présenté Figure 1.

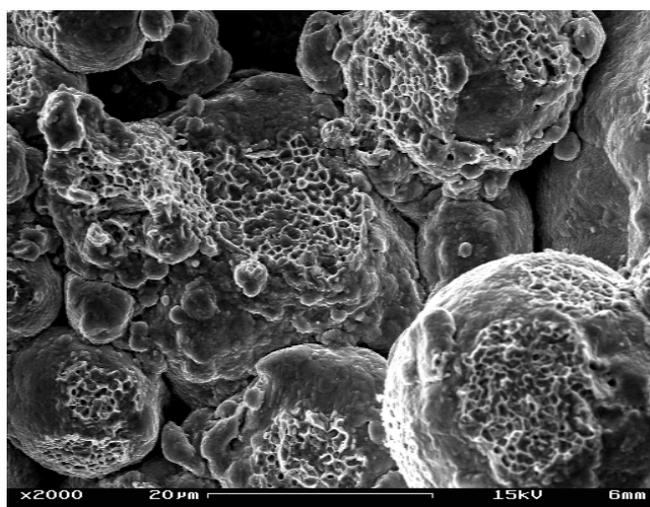


Figure 1 : Exemple de faciès de rupture d'un échantillon de poudre de cuivre partiellement fritté

### **Compression quasistatique**

La machine hydraulique de compression utilisée dans cette étude est de marque Instron 5500 K9400 équipée avec une cellule de force de 100 kN (Figure 2). L'asservissement permettant d'imposer une force ou vitesse de déplacement est contrôlé par le logiciel Bluehill 2. La rigidité du montage est prise en compte préalablement aux essais de compression via un essai de compression sans échantillon. La vitesse de déformation imposée pour les essais de compaction quasi-statique est fixée à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .



Figure 2 : Machine de compression Instron avec les poinçons de compression

Le déplacement est mesuré par un capteur LVDT (Figure 2). Différentes informations sur le comportement mécanique du matériau sont obtenues via les essais de compression dont la limite d'élasticité et la contrainte à la rupture.

## Conductivité électrique

La mesure de conductivité électrique a été effectuée grâce à un conductimètre (General Electric Autosigma 3000) opérant avec une fréquence de 60 kHz. Avant la mesure électrique, la surface des échantillons a été polie au papier abrasif SiC 1200 afin d'obtenir une surface plane. Cette sonde utilise les courants de Foucault.

**Principe de la conductimétrie par courants de Foucault :** Les dispositifs de courant de Foucault emploient une sonde cylindrique à bout plat, capable d'appliquer un champ magnétique à haute fréquence induisant des courants de Foucault dans une couche extérieure mince, et de détecter simultanément la grandeur du courant à partir du champ qu'ils produisent. Chaque sonde est calibrée précisément conformément aux standards, tels que celui du cuivre très pur, et les dispositifs permettent en général d'obtenir des conductivités électriques en  $MS.m^{-1}$  ou à l'échelle de conductivité IACS (International Annealed Copper Standard). Pour du cuivre pur (Cu OFHC), la conductivité électrique est  $58,84 MS.m^{-1}$ . Cette valeur est prise comme référence et est équivalente à 100% IACS. Les limites de précision sont souvent liées aux changements de températures du matériau qui affectent la résistivité.

La sonde employée fait 8mm de diamètre. On trouve une profondeur de pénétration  $\delta$  en mm

## Annexes

$$\delta = 50 * \sqrt{\frac{\rho}{f * \mu_r}}$$

Avec  $\rho$  la résistivité du cuivre en  $\mu\Omega.cm$  ( $16 \mu\Omega.cm$ ),  $f$  la fréquence d'utilisation du conductimètre en Hz, et  $\mu_r$  la perméabilité magnétique relative du cuivre ( $\mu_r \approx 1$ ). Cela nous donne une profondeur de pénétration pour la mesure de  $25\mu m$ .

### **EBSD : Electron Back Scattered Diffraction.**

La diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron BackScattered Diffraction, EBSD) est une technique de caractérisation des matériaux permettant de reconstruire des cartographies d'orientations cristallographiques [125].

La technique EBSD permet de déterminer l'orientation des grains dans un échantillon par indexation des diagrammes de Kikuchi [126]. Le principe de la mesure consiste à focaliser un faisceau d'électrons sur le grain dont on souhaite connaître l'orientation. Les électrons rétrodiffusés, en incidence de Bragg avec les plans réflecteurs environnants vont diffractés selon deux cônes de diffraction, pour chaque plan réflecteur. L'intersection de ces cônes avec un écran de détection, forme des hyperboles assimilables à des droites. L'ensemble constitue le diagramme de Kikuchi. Une indexation rationnelle des différentes droites permet de déterminer l'orientation cristallographique du grain connaissant sa structure cristalline [127]. Le principe de l'EBS est présenté Figure 3.

## Annexes

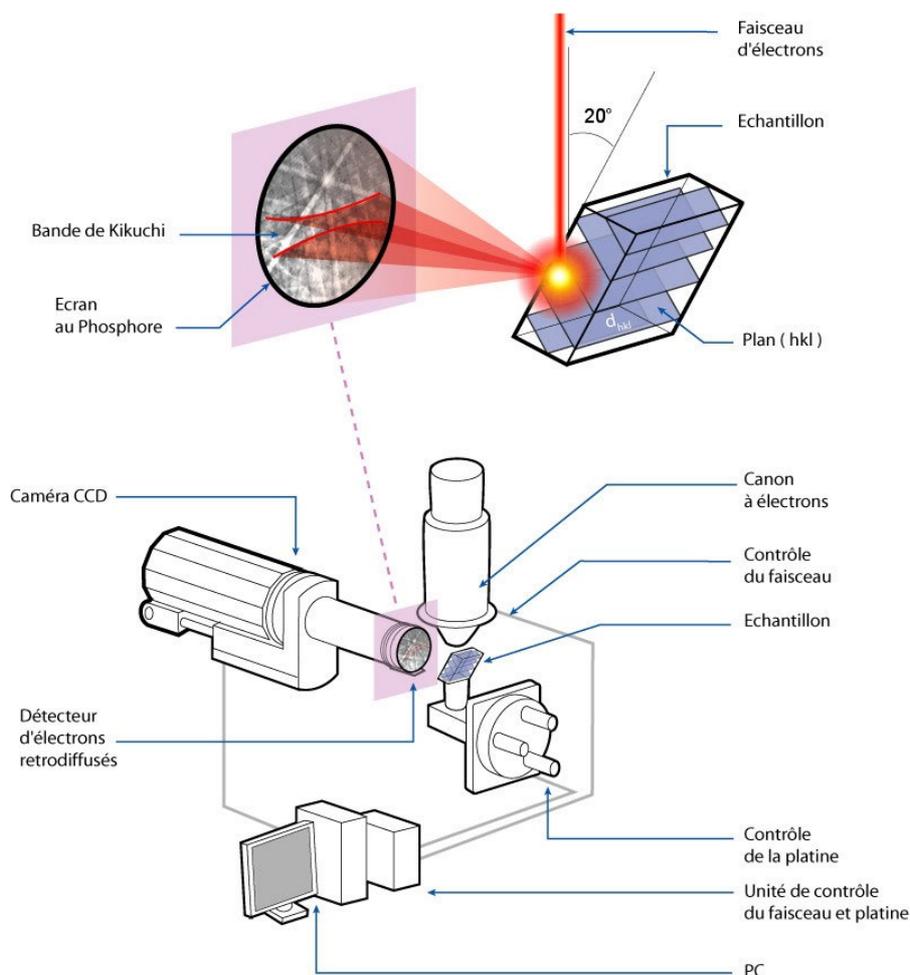


Figure 3 : Schéma de principe de l'EBSD [127]

À partir de ces cartographies, une multitude de données, outre la texture cristallographique elle-même, est accessible, comme la distribution des joints de grains, les gradients d'orientations intragranulaires, etc. De ce fait, les analyses de structures de déformation, de recristallisation, de transformation de phases, de croissance de grains peuvent être effectuées [125].

La préparation des échantillons doit être minutieuse afin de pouvoir indexer les orientations cristallines. La surface des échantillons à caractériser doit être plate et ne pas présenter d'artefacts dus à la préparation (orientation due au polissage). Pour cela l'échantillon est poli à l'aide de papier SiC de granulométrie P180 jusqu'à P4000, puis avec des disques feutrés et des solutions diamantées de 9, 6, 3 et 0,25  $\mu\text{m}$ . A cette étape l'échantillon est poli électrolytiquement pendant 30 secondes avec une solution de  $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-HNO}_3$  à 1,5 A pendant 30 secondes. L'échantillon est ensuite soumis à un polissage final avec disque feutré et avec une solution de silice colloïdale OPS. Suite à cela, il est plongé dans un bain à ultrasons pour nettoyer la surface puis stocké sous vide.

## **Analyse de Saltykov pour la détermination de la distribution des taille des grains**

La méthode décrite dans ce paragraphe permet l'analyse d'un problème complexe qu'est la détermination expérimentale de la distribution des particules dans l'unité de volume d'un agrégat à partir de mesures réalisées sur des sections planes [123]. C'est exactement l'information que l'on cherche à obtenir lorsqu'on fait une coupe métallographique de particules et que l'on souhaite accéder à l'information sur la répartition de taille de ces particules en volume.

La méthode de Saltykov [123] permet de calculer à la distribution de la taille des particules à partir de la distribution des diamètres de section, si on suppose que les particules sont sphériques. Pour utiliser cette méthode, il faut séparer la distribution des diamètres de section en groupes discrets de taille (intervalles de classe). Les particules à l'intérieur de chaque intervalle sont considérées comme ayant le même diamètre. Le nombre optimal de classe pour l'emploi de cette méthode est de 7 à 15 classes.

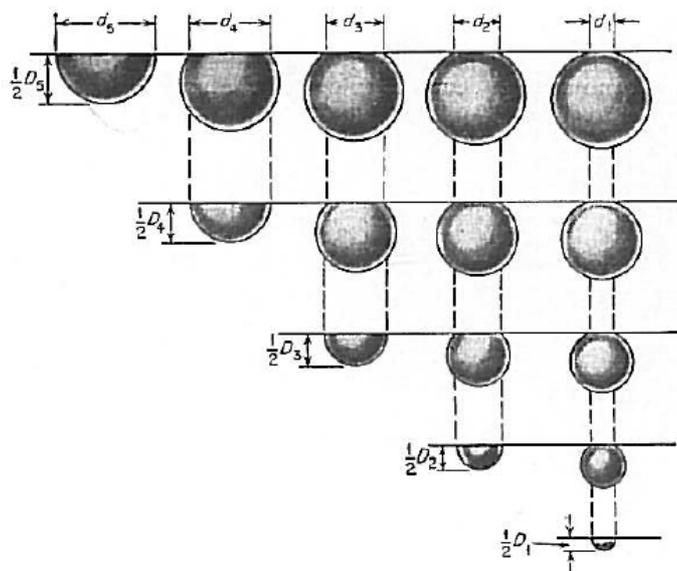
Pour un système monodispersé, on peut montrer que de façon générale on a [123]:

$$N_V = \frac{N_A(i, j)}{p} \frac{1}{D_j}$$

Avec  $N_V$  le nombre de particules par unité de volume,  $D_j$  le diamètre des sphères,  $p$  la probabilité pour qu'un plan coupant une sphère de diamètre  $D_j$  donne une section de taille  $d_i$ , et  $N_A(i, j)$  étant le nombre de sections de diamètre  $d_i$  par unité d'aire obtenues à partir des sphères de diamètre  $D_j$ .

Considérons un système polydispersé de sphères coupées par un plan (Figure IV - 27). Lorsque l'on dénombre les sections de même diamètre, il faut tenir compte du fait que certaines de ces sections peuvent provenir des sphères de diamètre supérieur [123]. On doit soustraire ces sections du nombre total pour n'obtenir que les sections dues uniquement aux sphères d'une même dimension (Figure IV - 27).

## Annexes



**Figure IV - 27 : Illustration schématique de la contribution de sphères de diamètres  $D_1$  à  $D_5$  au nombre total de sections présentant des diamètres allant de  $d_1$  à  $d_5$  [123]**

Sur la Figure IV - 27, la section des sphères des colonnes verticales ont le même diamètre alors que les diamètres des sphères varient entre  $D_1$  et  $D_5$ . Ainsi, sur une surface, l'observation de la section  $d_1$  pourra provenir des particules ayant des diamètres compris entre  $D_1$  et  $D_5$ , alors que l'observation de la section  $d_5$  ne pourra provenir que des particules ayant le diamètre  $D_5$ .

Saltykov introduit le terme  $\Delta$ , défini comme étant le rapport  $D_{\max}$  au numéro  $k$  de classes [123]. Par convention, l'indice  $j$  désigne le groupe de particules qui forme les sections données sur un plan de polissage, et l'indice  $i$  se rapporte au groupe de dimension des sections. On peut alors montrer que dans le cas d'une distribution de particules sphérique de diverses dimensions,  $N_V(j)$ , qui est égal au nombre de particules de diamètre égal à  $j\Delta$  dans  $1 \text{ mm}^3$ , est défini par [123]:

$$N_V(j) = \frac{\alpha(i)N_A(i) - \alpha(i+1)N_A(i+1) - \alpha(i+2)N_A(i+2) - \dots - \alpha(k)N_A(k)}{\Delta}$$

Où  $i$  et  $j$  varient de 1 à  $k$ ,  $k$  étant égal au nombre total de groupes. Les coefficients  $\alpha(i)$  peuvent être calculés et sont donnés dans une table dans le traité de microscopie quantitative [123].

Cette méthode permet donc, pour un système de distribution de particules sphériques, de déterminer la distribution volumique de diamètre de particules à partir de la discrétisation de leur distribution surfacique entre 7 et 15 classes.