



HAL
open science

Contribution à l'étude des matériaux hyperdéformés

Roxane Massion

► **To cite this version:**

Roxane Massion. Contribution à l'étude des matériaux hyperdéformés. Sciences de l'ingénieur [physics]. Université de Lorraine, 2022. tel-03903685v2

HAL Id: tel-03903685

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-03903685v2>

Submitted on 5 Jan 2023

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.



**UNIVERSITÉ
DE LORRAINE**

C2MP



HABILITATION à DIRIGER des RECHERCHES

Spécialité : Mécanique des Matériaux

Présentée par

Roxane MASSION

CONTRIBUTION À L'ÉTUDE DES MATÉRIAUX HYPERDÉFORMÉS

Soutenue le 4 janvier 2022 devant le jury composé de :

Yannick CHAMPION	Directeur de recherche CNRS, SIMAP – Grenoble INP	Rapporteur
Véronique DOQUET	Directrice de recherche CNRS, LMS – Polytechnique Palaiseau	Rapporteuse
Yves GOURINAT	Professeur des Universités – ISAE-SUPAERO Toulouse	Rapporteur
Nathalie ALLAIN	Professeure des Universités, Université de Lorraine	Examinatrice
Vincent GARNIER	Professeur des Universités, Aix-Marseille Université	Examinateur
Marion MARTINY	Professeure des Universités, Université de Lorraine	Examinatrice
Xavier SAUVAGE	Directeur de recherche CNRS, GPM – Université de Rouen	Examinateur
Laszlo TOTH	Professeur Émérite, Université de Lorraine	Parrain



Avant propos

L'Habilitation à Diriger des Recherches est l'aboutissement d'un cycle. Définie réglementairement par l'arrêté du 23 novembre 1988, c'est la plus haute qualification universitaire. Ce diplôme sanctionne la reconnaissance de haut niveau scientifique du candidat, du caractère original de sa démarche dans un domaine de la science, de son aptitude à maîtriser une stratégie de recherche dans un domaine scientifique ou technologique suffisamment large et de sa capacité à encadrer de jeunes chercheurs.

Il y a trois ans, j'ai pris la décision de me lancer dans cette aventure ; l'HDR étant devenue aujourd'hui incontournable dans l'évolution de carrière des chercheurs. Et je dois avouer que ce ne fut pas une période facile ... Jongler entre les cours, les activités de recherche qui se poursuivent, des responsabilités administratives qu'on ne peut pas mettre entre parenthèses et un temps partiel sur l'année 2020/2021 m'a demandé une certaine organisation et une motivation sans faille pour libérer du temps pour l'écriture de ce manuscrit de maestro (comme l'a joliment surnommé une de mes connaissances). Des événements extra-professionnels comme les confinements dus à la crise sanitaire que nous subissons depuis presque deux ans, deux fausses couches, une grossesse et un long congé de maternité expliquent en partie l'interminable période qu'il m'a fallu pour rédiger ce mémoire.

Ce n'est donc pas sans une certaine fierté que je vous invite à la lecture de mon œuvre inachevée. A la manière de Jean-Sébastien Bach pour « l'Art de la Fugue », je compte bien poursuivre mon activité de recherche, mais ce document m'a permis de faire le point à un moment clé de ma carrière. Il ambitionne d'être la synthèse de mes principaux travaux de recherche dans le domaine des hyperdéformations depuis plus de 15 ans. Il met en avant les apports les plus significatifs de mon travail d'enseignant-chercheur. La première partie est un curriculum vitae détaillé de mon parcours et de mes différentes activités professionnelles tant du point de vue des enseignements, de la recherche que des responsabilités administratives. La seconde partie présente le fond de ma recherche de façon synthétique autour des trois thèmes principaux. S'en suivent une conclusion et une description des projets en cours et à venir

Bonne lecture !

SOMMAIRE

Chapitre 1 : Curriculum vitae détaillé.....	1
1.1 Etat civil.....	3
1.2 Parcours universitaire et professionnel.....	4
Formations et diplômes.....	4
Parcours professionnel.....	4
1.3 Activités d'enseignements.....	5
1.3.1 Activités d'enseignements avant ma nomination.....	5
Monitorat.....	5
ATER.....	5
1.3.2 Activités d'enseignements depuis ma nomination.....	6
Charges d'enseignements.....	7
Encadrement de projets tuteurés – suivi d'apprentis et de stagiaires.....	9
Valorisation des activités pédagogiques.....	10
1.4 Activités de recherche.....	12
1.4.1 Introduction.....	12
1.4.2 Publications et production scientifique.....	12
1.4.3 Bilan des activités liées à la recherche.....	13
Encadrements scientifiques.....	13
Participation à des programmes de recherche.....	15
Diffusion et rayonnement scientifique.....	17
1.5 Activités de responsabilités collectives et d'administration.....	24
1.5.1 Responsabilités liées à l'enseignement.....	24
1.5.2 Responsabilités liées à la recherche.....	26
1.5.3 Autres activités.....	27
Chapitre 2 : Synthèse des activités de recherche.....	37
2.1 Préambule.....	39
2.2 Introduction.....	40
2.3 <u>Thème 1</u> : Hyperdéformations des matériaux massifs métalliques.....	41
2.3.1 Hyperdéformations des matériaux massifs en ECAE.....	41
Premiers pas en hyperdéformations.....	41
Début de carrière.....	43
Vers l'industrialisation ?.....	47
2.3.2 Hyperdéformations des matériaux massifs en HPTT.....	51
Développement et amélioration d'un nouveau procédé.....	51
Une ANR pour poursuivre.....	58

2.4 <u>Thème 2</u> : Hyperdéformations pour les poudres	69
2.4.1 Consolidation par hyperdéformations de poudres nanométriques de magnésium pour le stockage d'hydrogène.....	69
2.4.2 Consolidation de métaux par hyperdéformations à l'aide du procédé High Pressure Torsion	70
Résultats expérimentaux de consolidation des poudres en HPT.....	71
Rôle du glissement des joints de grains dans l'évolution des textures.....	78
Simulation en éléments finis du procédé de consolidation HPT	
2.5 <u>Thème 3</u> : Tribologie en hyperdéformations	85
Énoncé du besoin	85
Nouveau domaine de recherche	86
Premier tribomètre, premiers résultats.....	86
Vers un nouveau dispositif plus performant.....	89
Un contrat doctoral pour mieux comprendre.....	92
Chapitre 3 : Conclusions, projets en cours et à venir	93
3.1 Conclusions	95
3.2 Projet scientifique.....	96

CHAPITRE 1

CURRICULUM VITAE DETAILLE

1.1 Etat civil

Civilité	Madame
Nom	MASSION
Prénom	Roxane
Date de naissance	1 ^{er} juin 1978
Lieu de naissance	Woippy (57 – Moselle)
Nationalité	Française
Situation de famille	Pacsée – 3 enfants (18 ans, 14 ans, 2 ans)
Grade	Maitre de conférences – Hors classe (au 1 ^{er} septembre 2020)
Date de nomination	1 ^{er} septembre 2006
Etablissement d'affection	Université de Lorraine
Composante d'enseignement	IUT de Metz, département Génie Mécanique et Productique
Laboratoire d'accueil	Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3) UMR CNRS 7239
Adresse professionnelle	7 Rue Félix Savart, 57 070 METZ
Numéro de téléphone	03 72 74 78 23
Adresse électronique	roxane.massion@univ-lorraine.fr
Section CNU	60 ^{ème} (Mécanique, Génie Mécanique)
PEDR	oui (au titre de la campagne 2020)

1.2 Parcours universitaire et professionnel

Formations et diplômes

- 1996 – 1998 : **DEUG Maths Info Appliqués aux Sciences (MIAS)**,
à l'UFR Mathématiques, Informatique et Mécanique de l'Université de Metz
- 1998 – 1999 : **Licence de Mécanique**,
à l'UFR Mathématiques, Informatique et Mécanique de l'Université de Metz
- 1999 – 2000 : **Maitrise de Mécanique**,
à l'UFR Mathématiques, Informatique et Mécanique de l'Université de Metz
- 2000 – 2001 : **DEA de Génie Mécanique**, avec Mention Bien,
à l'INSA de Toulouse
Titre du mémoire : Analyse expérimentale des écoulements de Poiseuille dans des microcanaux gravés de silicium
- 2001 – 2004 : **Doctorat en Mécanique des Matériaux**
préparé au Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux (LPMM) de l'Université de Metz
Titre du mémoire : Modélisation des textures et de l'écroutissage dans le procédé d'extrusion angulaire à section constante
- Soutenu le 17 décembre 2004 devant le jury composé de :
- S. AHZI, Professeur à l'Université de Strasbourg, Rapporteur
 - E. RAUCH, Directeur de Recherche CNRS, Grenoble, Rapporteur
 - A. EBERHARDT, Professeur à l'ENIM, Examineur
 - W. SKROTZKI, Professeur à l'Institut fuer Strukturphysik de Dresden (Allemagne), Examineur
 - L. TÓTH, Professeur à l'Université de Metz, Directeur de thèse
 - A. MOLINARI, Professeur à l'Université de Metz, Co-directeur de thèse
 - S. SUWAS, Docteur (Humboldt fellow) Aachen (Allemagne), Invité

Parcours professionnel

- 10/2001 – 09/2004 : Allocataire de recherche, LPMM, Université de Metz
- 10/2001 – 09/2004 : Monitrice du CIES de Lorraine, UFR MIM, Université de Metz
- 17/12/2004 : Thèse de Doctorat, LPMM, Université de Metz
- 10/2004 – 09/2005 : ½ ATER, UFR Mathématiques Informatique et Mécanique, Université de Metz
- 09/2005 – 08/2006 : ½ ATER, IUT Génie Mécanique et Productique de Metz
- 09/2006 : Nomination Maître de Conférences, Université de Metz
- 07/2010 – 06/2013 : Chef de département-adjointe, IUT GMP de Metz
- [07/2010 – 12/2015 : Direction des études : responsable des stages de DUT, IUT GMP de Metz
puis 01/2018 – ... :
- 07/2016 – ... : Co-responsable de l'axe 5 « Optimisation des procédés » du département IMPACT : (14 permanents), LEM3

1.3 Activités d'enseignements

1.3.1 Activités d'enseignements avant ma nomination

Monitorat

Intéressée depuis toujours par l'enseignement, mes activités dans ce domaine ont débuté dans le supérieur durant mes années de thèse. J'ai obtenu un monitorat du CIES de Lorraine pour lequel j'ai été intégré au sein de l'UFR MIM (Mathématiques-Informatique-Mécanique) de l'Université de Metz. Durant 3 ans, j'y ai dispensé 64h ETD répartis de la manière suivante :

2001-2002 :

Résistance des Matériaux	TD	32 heures	Deug MIAS* 1 ^{ère} et 2 ^{ème} année
	TP	10 heures	Deug MIAS* 1 ^{ère} année
Statique-Cinématique	TD	22 heures	Deug MIAS* 1 ^{ère} année

2002-2003 :

Résistance des Matériaux	TD	32 heures	Deug MIAS* 1 ^{ère} et 2 ^{ème} année
	TP	10 heures	Deug MIAS* 1 ^{ère} année
Statique-Cinématique	TD	22 heures	Deug MIAS* 1 ^{ère} année

2003-2004 :

Résistance des Matériaux	TD	16 heures	Deug MIAS* 1 ^{ère} année
Mécanique des Milieux Continus	TP	20 heures	Deug MIAS* 2 ^{ème} année
Statique-Cinématique	TD	30 heures	Deug MIAS* 1 ^{ère} année

*MIAS : *Mathématiques et Informatique Appliqués aux Sciences*

ATER

J'ai obtenu consécutivement deux postes de demi-ATER en 2004/05 et 2005/06. Mon service était de 96h EDT par an.

- **2004-2005** : ½ poste d'A.T.E.R. à l'Université de Metz (UFR MIM)

Résistance des Matériaux	TD	16 heures	Deug MIAS 1 ^{ère} année
	TP	10 heures	Deug MIAS 1 ^{ère} année
Statique-Cinématique	TD	22 heures	Deug MIAS 1 ^{ère} année
Mécanique des Milieux Continus	TD	20 heures	Deug MIAS 2 ^{ème} année
Mécanique des Systèmes**	TD	22 heures	Maitrise Techno-Méca
Outils Mathématiques	TD	4 heures	MST CFMAO 1 ^{ère} année
Mécanique des Fluides	TP	12 heures	IUP Génie Méca 2 ^{ème} année

** *cinétique, dynamique, PPV, équations de Lagrange, vibrations.*

- **2005-2006** : ½ poste d'A.T.E.R. à l'Université de Metz (IUT département GMP)

Sciences des Matériaux	Cours	6 heures	2 ^{ème} année (par alternance)
	TD	6 heures	2 ^{ème} année (par alternance)
	TP	16 heures	2 ^{ème} année (par alternance)
	TP	74 heures	2 ^{ème} année
Informatique/Bureautique	Cours	4 heures	1 ^{ère} année (par alternance)
	TD	8 heures	1 ^{ère} année (par alternance)
	TP	12 heures	1 ^{ère} année (par alternance)
Encadrement de projets tuteurés : 8 étudiants de 1 ^{ère} année			
Participation au suivi de stages industriels : 5 étudiants (2 ^{ème} année, formation par alternance, élève-ingénieur)			

Cette année-là, une plus grande autonomie m'a été accordée puisque j'étais responsable des modules « Sciences des Matériaux » et « Informatique/Bureautique » pour la formation par apprentissage de DUT GMP. A cette occasion, j'ai élaboré le cours, les TD et les TP dans ces deux matières. C'était pour moi une nouveauté qui n'a fait que renforcer mon envie de devenir, par la suite, Maître de Conférences.

1.3.2. Activités d'enseignements depuis ma nomination

J'ai été recrutée sur un poste de **Maitre de Conférences en 60^{ème} section** en septembre 2006 à l'Université de Metz (devenue Université de Lorraine en 2012). Je suis rattachée à l'IUT de Metz au département Génie Mécanique et Productique pour l'enseignement.

Depuis le début de ma carrière, l'IUT de Metz proposait une formation en Bac+2 (DUT) et Bac+3 (Licence Pro) organisée annuellement en deux semestres. A partir de 2021, nous entrons dans l'ère du Bachelor Universitaire de Technologie (BUT) qui délivrera un diplôme niveau Bac+3. De tout temps, le département GMP possédant un taux d'encadrement particulièrement faible, il a toujours été demandé un très fort investissement à ses enseignants et enseignants-chercheurs tant du point de vue des enseignements, des encadrements de projets, des suivis de stages et apprentis que des responsabilités administratives. L'ensemble de ces activités représente un volume d'heures annuel important, non négligeable dans mon parcours d'enseignant-chercheur.

Mon service d'enseignements a évolué au gré des modifications des maquettes pédagogiques. Au tout début de ma carrière, le programme national du DUT GMP a subi une réforme importante dans le cadre du LMD et a été réorganisé en semestres et structurées en Unités d'Enseignement (UE) et en modules. En 2013, un nouveau programme pédagogique national (PPN) a été défini en fonction des évolutions pédagogiques liées à la réforme des baccalauréats (plus particulièrement le Bac STI2D pour notre département). C'est au tour du BUT maintenant en septembre 2021, accompagné de ses énormes modifications et restructurations des enseignements et des évaluations des étudiants (par compétences et projets personnels). Ces nouvelles mesures d'accompagnement sont destinées à favoriser la réussite des étudiants mais demandent un énorme investissement de la part des enseignants rattachés aux IUT.

Charges d'enseignements

Comme le montre le tableau ci-dessous, chaque année mon service annuel d'enseignement est très chargé. Ce n'est pas forcément un choix personnel mais une nécessité pour assurer le bon fonctionnement du département. Par exemple, en 2013/2014 et 2014/2015, j'ai notamment pallié le départ en retraite d'un des collègues dans le module de sciences de matériaux.

Le tableau qui suit, présente mes charges d'enseignements depuis le début de ma carrière :

2006/2007	296h EDT	Enseignements en : DUT GMP LP Robotique 2 ^{ème} et 3 ^{ème} année ingénieurs ENIM Formation initiale et alternance Suivi de stages (entre 3 et 4 étudiants/an) Suivi d'apprentis en DUT GMP, LP, ingénieurs ITII (2 à 3/an) Participation et suivi de projets tuteurés (1 à 2/an) Responsabilités administratives	IUT de Metz département GMP Ecole Nationale d'Ingénieurs de Metz (ENIM)
2007/2008	396h EDT		
2008/2009	428h EDT		
2009/2010	265h EDT		
2010/2011	402h EDT		
2011/2012	384h EDT		
2012/2013	386h EDT		
2013/2014	458h EDT		
2014/2015	421h EDT		
2015/2016	285h EDT		
2016/2017	266h EDT		
2017/2018	354h EDT		
2018/2019	286h EDT		
2019/2020*	173h EDT		
2020/2021	272h EDT		

** J'ai bénéficié d'un congé de maternité avec une décharge de service de 156h EDT pour l'année 2019/2020*

Depuis 15 ans, j'interviens à tous les niveaux de la formation. En « mathématiques », j'assure la totalité des enseignants du premier semestre du DUT pour la formation en apprentissage et pour la licence professionnelle de robotique. Cela inclut la mise en place et l'élaboration des supports de cours et TD ainsi que les contrôles continus et les examens correspondants. J'ai également collaboré avec l'ENIM de 2007 à 2009 sur les Travaux Dirigés de 2^{ème} année en « analyse vectorielle ».

J'assure la responsabilité des Travaux Pratiques de « mécanique » (dynamique-énergétique) en 2^{ème} année (S3/S4) en développant et réactualisant régulièrement de nouveaux montages. En 2019, avec mon collègue Laurent Faure en charge des cours et Travaux Dirigés du S3, nous avons totalement réécrit tous les sujets de TP afin de nous adapter au mieux au profil évolutif des nouveaux étudiants de l'IUT (Bac STI2D, par exemple).

Quant au module de « sciences des matériaux », je dispense les cours et les Travaux Dirigés pour la filière de la formation initiale en semestre décalé du DUT GMP. J'ai décidé de m'investir dans la rénovation et la modernisation des Travaux Pratiques du Semestre 2 de 1^{ère} année (mise en place des supports de manipulations, photocopiés et tutoriels filmés avec les étudiants). J'ai pour cela, d'ailleurs, suivi une formation de 3 jours en mai 2014 à l'IUT GMP de Dijon sur le thème de la méthodologie et l'aide au choix des matériaux en conception de produits avec une initiation au logiciel CES Edupack que j'ai introduit dans certaines de mes séances. J'ai dispensé également des TP de « matériaux et surfaces » en 3^{ème} année de l'ENIM.

Pour exemple, la répartition de mes heures annuelles d'enseignements en fonction des principales matières dispensées ces sept dernières années est la suivante :

			2013/14	2014/15	2015/16	2016/17	2017/18	2018/19	2019/20	2020/21*
Sciences des Matériaux	S1, S2 3A Enim	Cours	6	8	8	6	4	4	-	-
		TD	14	12	2	3	4	4	7	-
		TP	192	150	40	24	22,5	28	-	-
Mécanique	S3, S4	TD							18	18
		TP	64	32	-	48	48	32	-	48
Mathématiques	S1 LP Pro	Cours	16	21	18	21	31	28	12	16
		TD	56	74	48	61	56	30	82	67
		TP	38	77	58	19	70	80	4	12
Responsabilités administratives et pédagogiques + Suivi de stagiaires, apprentis et projets		ETD	119	73	128	67	101	74	52 **	123

* J'ai bénéficié d'un temps partiel à 80% pour l'année 2020/21

** J'ai bénéficié d'un congé de maternité avec une décharge de service de 156h EDT pour l'année 2019/2020

Depuis plusieurs années, l'Université de Lorraine dispose sur l'ENT d'une plateforme de cours en ligne nommée ARCHE permettant de nouvelles pratiques pédagogiques. Progressivement, je suis venue à adapter mon enseignement pour utiliser ces ressources novatrices et en faire profiter mes étudiants toujours avides de nouvelles technologies. Depuis le démarrage de la crise sanitaire au printemps 2020, j'ai dû transformer mes enseignements en présentiel par des enseignements à distance, tous mes cours sont dorénavant à disposition sur la plateforme, je propose également d'autres méthodes d'évaluations que les devoirs sur table (QCM, quizz avec

zapette, par exemple) et communique régulièrement par le biais du forum de questions. L'an dernier, j'ai expérimenté la classe inversée avec un groupe de 2^{ème} année en cours de Mécanique.

Il faut noter que durant les dix premières années de ma carrière, j'ai dû partager mon service statutaire entre le DUT GMP en formation initiale où mes enseignements étaient dispensés à l'IUT de Metz et le DUT GMP par apprentissage localisé sur le site de Forbach (à une soixantaine de kilomètres de mon lieu d'affectation principale). Cet éloignement géographique entraîna une perte de temps considérable dans les transports et une organisation rigoureuse.

Encadrement de projets tuteurés - suivi d'apprentis et de stagiaires

La formation théorique à l'IUT se complète par une mise en application des acquis lors de projets que les étudiants doivent mener la plupart du temps en groupe. Pour ma part, j'en encadre quelques-uns par an. Certains sont orientés sur la conception ou de la réalisation mécanique pour rénover des dispositifs de TP dont j'ai la responsabilité (par exemple, un mouton de Charpy pour polymères en Sciences des Matériaux, un pendule de torsion et un montage d'équilibrage dynamique en TP de Mécanique), d'autres pour mettre en sécurité certaines machines (capot de protection pour une machine d'hyperdéformations), ou encore certains ont un but non lucratif (organisation d'un tournoi de futsal pour récolter des fonds pour l'hôpital des enfants de Nancy-Brabois), sans oublier ceux de valorisation de notre département (organisation des JPO, des journées d'immersion pour lycéens). Le plus important projet que j'ai eu à encadrer fut l'organisation de l'Eco-Challenge Proto IUT du 16 au 18 mars 2016 (décrit dans le paragraphe suivant).

En plus de ces activités d'encadrement au département GMP, je mets au service de la communauté étudiante mes compétences et mon savoir-faire pour leur permettre d'appréhender les thématiques de recherche de mon équipe et de mettre à profit leurs connaissances acquises pendant leur cursus. C'est dans ce but que j'ai encadré au laboratoire deux étudiants de Licence Professionnelle « Métallurgie » en projet tuteuré en 2017/18, représentant pour eux 150h de présence et de travail d'initiation à la recherche. J'accueille également en stage des étudiants de DUT GMP et de Licence Professionnelle MCPI (une dizaine au total depuis le début de ma carrière).

Chaque année, je suis plusieurs apprentis en tant que tutrice académique dans les formations de DUT GMP, Licence Professionnelle Robotique, Usinage ou MCPI et depuis l'année dernière pour l'I.T.I.I. de Lorraine. Cela représente trois visites par an et par apprenti qui consistent à définir les projets à réaliser de concert avec les maîtres d'apprentissage, à les suivre et les évaluer pour valider le travail en entreprise. Ces dernières sont principalement localisées en Moselle, parfois sur toute la région Grand-Est et au Luxembourg.

Je suis également en moyenne entre trois et quatre étudiants en stage de DUT GMP, par an. Cette activité consiste à visiter le stagiaire en entreprise et à participer aux soutenances ayant lieu à l'IUT à l'issue de la période de stage.

Valorisation des activités pédagogiques

Sont synthétisées dans ce paragraphe, les principales activités de valorisation pédagogiques auxquelles j'ai pu participer depuis le début de ma carrière :

- Organisation de l'Eco-Challenge Proto IUT (du 16 au 18 mars 2016)

Cette compétition réunissant les départements GMP des IUT de France a accueilli une centaine d'étudiants et leurs accompagnateurs à Metz. Le but étant de concevoir et fabriquer des mini-motos afin qu'ils s'affrontent lors d'une journée d'épreuves d'agilité et de courses. Un des objectifs primordial du challenge était de sensibiliser les participants à la compétition ainsi que les spectateurs sur l'environnement et la sécurité. L'armée de terre, la police nationale, la gendarmerie ainsi que la sécurité routière nous ont fait l'honneur de leur présence pour atteindre ce but. Ces professionnels ont tenu des stands de prévention et mené des actions auprès des étudiants. Des simulateurs de vitesses et d'alcoolémies étaient à disposition. Les mini-motos de l'Eco-Challenge ont été modifiées selon un règlement spécifique afin de respecter au mieux l'environnement. Ce projet a été validé et soutenu par la commission départementale de la sécurité routière ainsi que par l'Université de Lorraine.

Responsable du projet, mon travail a consisté à coordonner toute l'organisation du challenge proprement dit. J'ai assuré le montage des dossiers administratifs et des autorisations officielles (université, mairie de Metz, préfecture de la Moselle, ...). Mon rôle a également été l'élaboration et la gestion du budget prévisionnel. Assistée du chef d'atelier du département GMP, pour la course j'ai mis en place la gestion en matière d'hygiène et sécurité du site et des participants (un règlement officiel du challenge a ainsi été créé). Je me suis aussi chargée de la recherche de sponsors et de partenaires (contribution financière ou matérielle), du montage des dossiers de subventions, de l'organisation de l'hébergement et de la restauration des participants et de la soirée de remise des prix. J'ai également contribué aux aspects communications de ce projet, notamment par la mise en place d'un site internet et la diffusion de l'information et promotion du challenge par tous les moyens possibles (réseaux sociaux, affichages sur le campus, presse écrite locale et universitaire, radio ...).

Pour l'organisation de cette manifestation, j'ai assuré la gestion d'un budget total de 30 000€ et le suivi en projet annuel de 20 étudiants (de DUT GMP, de DUT GEA et de Licence Professionnelle Management des Organisations option Assistant de Manager).

- Participation à la conférence « Insertion des filles dans les métiers techniques et scientifiques » (20 mars 2014)

Organisée par le département GMP de l'IUT de Metz, l'objectif de cet événement était d'informer les lycéennes et lycéens sur les métiers techniques et scientifiques et de déconstruire les stéréotypes. J'ai donc présenté mon parcours professionnel et participé aux tables rondes proposées.

- Intervention au CIES de Lorraine (2007, 2008, 2011)

Durant 3 années, j'ai participé au stage résidentiel des moniteurs du CIES de Lorraine en présentant devant une centaine de doctorants une conférence intitulée « Tutoiement, vouvoiement, quelle position adopter avec ses étudiants ? ». Les échanges très instructifs m'ont permis de faire évoluer mon point de vue et ma façon d'enseigner.

- Participations aux ateliers de la région Lorraine sur les filières d'excellences (2012)

Représentante de l'IUT de Metz, j'ai participé à ces ateliers au titre de l'enseignement supérieur. Le but de la région était de créer des filières d'excellence afin de développer son tissu économique et industriel dans les domaines aéronautique, automobile et mécanique & matériaux.

- Valorisation du département GMP

J'ai organisé de 2012 à 2013 les « clés de la réussite » pour le département GMP de l'IUT Metz. Il s'agissait d'une manifestation pilotée par le rectorat visant à accueillir des élèves de terminales sur le campus du Saulcy pour leur présenter toutes les formations post bac. Plus de 500 élèves étaient accueillis annuellement et nous proposons une visite de nos ateliers.

Je participe chaque année aux Journées Portes Ouvertes de l'Université depuis 2006 ainsi que régulièrement qu'aux salons Studyrama ou Oriaction afin d'y représenter ma filière. J'interviens également dans les forums d'orientation des lycées et des collèges mosellans.

J'ai été correspondante à l'IUT pour les journées d'immersion des lycéens (une dizaine/an) de 2010 à 2013 en présentant le département GMP et mon métier d'enseignant-chercheur.

- Visite d'entreprises

Afin de développer leurs connaissances du monde industriel et pour mieux orienter leurs recherches de stage, j'organise des visites d'entreprises pour mes étudiants de première année de DUT. En 2014, nous sommes allés chez ArcelorMittal à Florange, en 2015 chez Saint-Gobain à Pont-à-Mousson et en 2020 chez Pierburg à Basse-Ham.

- ToEIC et Projet Voltaire

Ayant suivi une formation en décembre 2005, je suis habilitée pour la surveillance des tests du ToEIC, ToEIC Bridge et TFI.

Ayant obtenu le score de 963 / 1000 en mars 2018, j'ai mis en place un partenariat avec la formation EAPS (Bac +3) de l'Institut de Soudure de Yutz pour être correspondante et formatrice pour leurs étudiants à la préparation de la certification Voltaire.

1.4 Activités de recherche

1.4.1 Introduction

Mes activités de recherche s'inscrivent dans la continuité de mes travaux de thèse dans le domaine des très grandes déformations plastiques (appelées hyperdéformations). Depuis 15 ans, je m'intéresse à l'étude et à l'amélioration des relations procédés-propriétés. Elles se structurent autour de la compréhension et de la modélisation des propriétés mécaniques et microstructurales de différents procédés innovants en hyperdéformation concernant les matériaux massifs (principalement métalliques) et leurs surfaces d'une part, et en lien avec les poudres d'autre part.

Thèmes de recherche développés

Mes activités de recherche s'articulent autour de trois axes majeurs :

- développement d'une plate-forme de procédés en hyperdéformation : techniques expérimentales et étude du comportement mécanique et tribologique des matériaux,
- affinement des microstructures de métaux par des déformations plastiques extrêmes, étude de la fragmentation des grains (observations MEB-EBSD et RX de la microstructure),
- modélisation du procédé et du comportement des grains ultrafins sous chargement extrême.

Mots clés : procédés d'hyperdéformations (ECAP, HPT, HPTT, HPS ...), matériaux à grains ultrafins, microstructures, textures cristallographiques, modélisation.

1.4.2 Publications et production scientifique

Voici une synthèse en quelques chiffres:

ISI Web of Sciences : h-index : 12

Moyenne de 60 citations/an sur la période (2014/20)
Plus de 730 citations depuis 2004

Articles dans des journaux d'audience internationale : 18

Conférences / colloques internationaux avec actes : 4

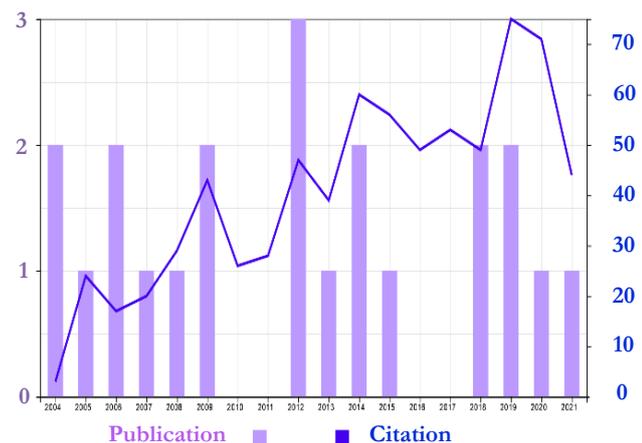
Conférences / colloques internationaux : 35

Conférences / colloques nationaux : 12

Conférences invitées : 1 (Thermec 2018)

Brevet : 1 (en cours, voir page 19)

La liste complète de mes publications et communications se trouvent en annexe à la fin de ce chapitre à partir de la page 28.



1.4.3 Bilan des activités liées à la recherche

Encadrements scientifiques

Thèses soutenues

“*Nouveau procédé d’hyperdéformation pour les tubes*” – Mandana ARZAGHI – soutenue le 02/12/2010

Direction : L.S. Tóth (50%), **R. Massion** (50%)

Durée de la thèse : 3 ans

Publication : n° 10, 13 et dix conférences et colloques (en annexe)

Financement : Bourse MRT

Devenir du docteur : MCF à ENSMA/PPrime à Poitiers

“*Affinement de microstructures de métaux par des déformations plastiques extrêmes*” – Arnaud POUGIS – soutenue le 23/09/2013

Direction : L.S. Tóth, O. Bouaziz (partenaire industriel)

Encadrement scientifique : **R. Massion**

Durée de la thèse : 3 ans

Publication : n° 8, 9, 11 et huit conférences et colloques (en annexe)

Financement : ANR

Devenir du docteur : Ingénieur de Recherche Safran Aircraft Engine

L’école doctorale EMMA n’autorisant que deux co-directeurs à la fois au début de cette thèse, la priorité a été donnée au partenaire industriel du fait de la source de financement ANR. Mon encadrement scientifique n’a donc pas pu être officiellement comptabilisé comme direction de thèse mais reste chiffrable au vu des publications sur lesquelles j’apparais.

“*Consolidation des métaux par des déformations plastiques extrêmes - High Pressure Torsion - Expériences et modélisations*” – Yajun ZHAO – soutenue le 29/02/2016

Direction : L.S. Tóth (50%), **R. Massion** (50%)

Durée de la thèse : 3 ans ½

Publication : n° 19, 20 et six conférences et colloques (en annexe)

Financement : Bourse MRT

Devenir du docteur : professeur associé à ‘JiaoTong University’ à Dalian en Chine

Thèses en cours

“*Compréhension des mécanismes de micro-propagation de fissures dans des aciers à gradients de microstructures obtenus par grenailage ultra-sévère*” – Clément DUREAU – débutée le 01/09/2017

Direction à Metz : Th. Grosdidier (50%), à Poitiers : M. Arzaghi (50%)

Co-encadrement : **R. Massion**, Y. Nadot

Publication : n°2 et deux conférences et colloques (en annexe)

Financement : Labex DAMAS + PPrime Poitiers (fonds propres).

Cette thèse est une collaboration entre deux laboratoires français avec quatre chercheurs impliqués. Comme me l’a indiqué le vice-président du conseil scientifique de l’Université de Lorraine : « conformément à l’article 16 de l’arrêté du 25 mai 2016 fixant le cadre national de la formation et les modalités conduisant à la délivrance du diplôme national de doctorat, le nombre de co-directeur de thèse académique est strictement limité à un ». Donc il a été décidé que le Prof. Grosdidier de Metz et le Dr Arzaghi de Poitiers seraient le directeur et la co-directrice. Je n’apparais pas officiellement dans la direction de cette thèse néanmoins mon rôle est donc d’être co-encadrante.

“Influence du frottement dans les procédés d’hyperdéformation” – Chloé FRANOUX – débutée le 01/11/2019

Direction : S. Philippon (50%), **R. Massion** (50%)

Co-encadrement : J. Vincent (IGR)

Financement : Contrat doctoral

Encadrement de Master Recherche

“Etude de la nano-structuration des tubes d’acier hyperdéformés par le procédé High Pressure Tube Twisting” – Arnaud POUGIS – 2010

Encadrement : **R. Massion** (33%), JJ. Fundenberger (33%), L.S. Tóth (33%)

“Etude du procédé ECAP : comparaison entre l’extrusion en T et en L” – Salah MADJEBOUR – 2011

Encadrement : **R. Massion** (100%)

“Consolidation de poudre nanométrique de magnésium par hyperdéformation pour le stockage d’hydrogène ” – Cristian PEREZ-BROKATE – 2012

Encadrement : **R. Massion** (50%), Th. Grosdidier (50%),

Publication : n°7 (en annexe)

“Etude expérimentale du frottement pour des matériaux hyper déformés ” – Beisi ZHANG – 2016

Encadrement : **R. Massion** (50%), L. Faure (50%),

Publication : une conférence (en annexe)

Financement : bourse du Labex DAMAS

“Etude des mécanismes de base de propagation de fissure par fatigue dans les matériaux hyper-déformés ” – Damien TOURET – 2017

Encadrement : **R. Massion** (50%), M. Arzaghi (50%),

Financement : bourse du Labex DAMAS

“Détermination expérimentale de coefficients de frottements en conditions quasi-statiques sous haute pression ” – Clément DUREAU – 2017

Encadrement : **R. Massion** (50%), L. Faure (40%), S. Philippon (10%),

Publication : deux conférences (en annexe)

Financement : fonds propre équipe

“Architecturing of metals by severe plastic deformation” – Saied BIRIAIE – 2019

Encadrement : **R. Massion** (50%), L.S. Tóth (50%)

Financement : bourse du Labex DAMAS

“Influence du frottement dans les procédés d’hyperdéformations : application à l’ECAP” – Paul BARET – 2021/22

Encadrement : **R. Massion** (50%), J. Vincent (50%)

Financement : budget propre équipe

Etudes Post-Doctorales

“*Role of grain boundary sliding in texture evolution for nanoplasticity*” – Yajun ZHAO

Durée : 6 mois (mars-sept. 2016)

Financement : bourse du Labex DAMAS

Publication : n°6 et une conférence (en annexe)

“*Study of new SPD processes : experiments and modeling*” – Yajun ZHAO

Durée : 12 mois (janvier 2017 – décembre 2017)

Financement : ANR PRASA (12 mois)

Publication : n° 4 et cinq conférences et colloques (en annexe)

Participation à des programmes de recherche

Pour rappel, l'équipe « hyperdéformations » à laquelle j'appartiens est un groupe moteur de mon département de recherche et elle bénéficie d'une dynamique importante. En effet, depuis quelques années, nous avons eu l'opportunité d'avoir le soutien de l'ANR pour deux projets dont j'ai été membre :

- Le premier, de 2010 à 2013, a été appelé ANR «*Hypertubes : nanostructuration de tubes en acier par hyper-déformation*». Mon rôle initial a été de rédiger le dossier de soumission, mon équipe étant la porteuse du projet. Nous avons donc développé, pendant trois ans, une recherche approfondie sur un nouveau procédé dans le but de son industrialisation, en collaboration avec notre partenaire industriel – ARCELOR MITTAL. Il s'agissait d'un nouveau procédé d'hyperdéformations applicable aux tubes métalliques. Notre étude visait en particulier les tubes en acier mais faiblement alliés (IF). Ce choix de matériau était motivé par des enjeux environnementaux; en effet, le recyclage des métaux faiblement alliés est beaucoup plus simple que celui des métaux fortement alliés.

Partenaires : LEM3 (Metz) – ArcelorMittal (Maizières-Lès-Metz) – GPM (Rouen)

Budget global (aide demandée) : 391 846 € dont 235 428€ pour LEM3

Porteur-coordonateur du projet : L.S. Tóth (LEM3)

- Le second, de 2016 à 2020, avait pour acronyme «*Prasa : combination of precipitations and grain refinement for achievement of high strength aluminium alloys*». Ce projet visait à développer de nouveaux alliages d'aluminium à haute résistance requises pour la conception des structures allégées dans l'industrie automobile, qui est l'une des voies stratégiques pour l'économie d'énergie et l'émission de CO2. Des alliages d'aluminium à haute résistance ont été produits par une combinaison de précipités nanométriques répartis de façon homogène et des grains ultrafins obtenus par hyperdéformation. Notre objectif sur Metz a été de développer et d'optimiser un nouveau procédé et d'essayer de le proposer pour un transfert vers l'industrie grâce au financement d'un post-doc (Yajun Zhao).

Partenaires : GPM (Rouen) - LEM3 (Metz) – SIMAP (Grenoble)

Budget global (aide demandée) : 407 368 € dont 109 200 € pour LEM3

Porteur-coordonateur du projet : X. Sauvage (Rouen)

Porteur LEM3 : L.S. Tóth

Membre de groupements de recherche

Je fais partie du Labex DAMAS “Design des Alliages Métalliques pour l’allègement des Structures”, qui a été labellisé dans le cadre de l’action « Investissement d’Avenir » du gouvernement en 2012. Il réunit les chercheurs en métallurgie de deux laboratoires de l’Université de Lorraine : le LEM3 de Metz et l’Institut Jean Lamour (IJL) de Nancy.

J’ai été membre des groupes des thématiques suivantes jusqu’en 2019 :

- * WP 1 - Task 5 : innovation en matériaux – consolidation par métallurgie des poudres
- * WP 2 - Task 4 : design des microstructures – matériaux nano-structurés par SPD
- * WP 4 - Task 1 : propriétés mécaniques et structures – comportement mécanique des alliages avancés contrôlé par microstructure

Puis depuis 2020 :

- * axe A : innovative metallurgy process
- A2 : Metallurgy by Severe Plastic Deformation (SPD)

Participation à des jurys (thèse, master, ingénieur, ...)

Excepté les doctorants et les masters que j’ai encadrés, j’ai participé aux jurys suivants :

✓ *Thèse*

Examinatrice de la thèse d’Arman HASANI intitulée “*Flow line modeling of equal and non-equal channel angular extrusion*” soutenue le 4 juin 2009 à l’Université de Metz (LPMM).

Examinatrice de la thèse de Robert ALLEN intitulée “*Exploratory simulation of multiscale effects of deformation twinning on the mechanical behaviour of FCC and HCP metals*” soutenue le 26 juillet 2018 à l’Université de Lorraine (LEM3).

Examinatrice de la thèse de Daria ZHEMCHUZHNIKOVA intitulée “*Influence of the extreme grain size reduction on plastic deformation instability in an AlMg and AlMgScZr alloys*” soutenue le 11 décembre 2018 à l’Université de Lorraine (LEM3).

Examinatrice de la thèse de Quoc Viet VU intitulée “*New severe plastic deformation processes to obtain sheet products from bulk metals*” soutenue le 28 août 2020 à l’Université de Lorraine (LEM3).

✓ *Master*

Présidente de jury de Master Recherche 2 / PFE

“*Caractérisation d’un PMMA nano-structuré sous chargement quasi-statique et dynamique, proposition d’une loi de comportement*” – Maxime EL KANDAOUI

Ecole Nationale d’Ingénieurs de Metz – juin 2012

Présidente de jury de Master Recherche 2 / PFE

“*Etude de la pré-déformation dynamique sur le comportement macroscopique de l’aluminium, comparaison avec le procédé ECAP*” – Tristan CAMALET

Ecole Nationale d’Ingénieurs de Metz – juin 2016

✓ *Projet de Fin d’Etude Ingénieurs*

Membre de jury de PFE

“*Conception et réalisation d’un tribomètre haute pression*” – Arthur SUCKER

Ecole Nationale d’Ingénieurs de Metz – juin 2013

Diffusion et rayonnement scientifique

Collaborations internationales

Allemagne : Prof. Werner Skrotzki

Institut für Strukturphysik, Technische Universität Dresden, Germany

Professeur invité dans l'équipe "Hyperdéformations" depuis plus d'une quinzaine d'années

Publications en commun (n° 6, 14, 15, 17) et plusieurs communications à des congrès

Inde : Prof. Satyam Suwas

Department of Materials Engineering, Indian Institut of Science, Bangalore

Après avoir été post-doctorant dans notre équipe de 2002 à 2003, nous poursuivons notre étroite collaboration

Publications en commun (n° 3, 12, 15, 17, 18, 21) et plusieurs communications à des congrès

Ukraine : Prof. Yan Beygelzimer

Donetsk Institute for Physics and Engineering named after Galkin, National Academy of sciences of Ukraine

Professeur invité pendant 1 an (2014/15) et 4 mois (2017) dans le groupe "hyperdéformations"

de l'équipe TMP du LEM3, financement Labex DAMAS – collaboration sur la modélisation de la thèse de Yajun Zhao.

Une communication à des congrès

Chine : Prof. Jianxin Zou

Shanghai Engineering Research Center of Mg Materials and Applications & National Engineering Research

Center of Light Alloy Net Forming, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai

"High Pressure Torsion for H-storage applications"

2014 : professeur invité - 2 mois (suite au co-encadrement de l'étudiant Perez-Brokate, en master recherche M2 en 2012)

Un article publié : n° 7

Pologne : Dr Monika Karon

Silesian University of Technology, Institut of Engineering Materials and Biomaterials, Gliwice, Pologne

Invitée pendant 1 mois au LEM3 (2018) – collaboration commune avec le Pr. Alexis Rusinek sur des essais dynamiques sur des matériaux hyperdéformés

Un article publié : n° 6

Ukraine : Prof. Mikhail Shtern

Chef du département de Micromechanics and Rheology of Composites and Porous Bodies, IPMS, Kiev

"Powder consolidation by torsion under high pressure"

2015 : dépôt projet PICS – porteur France : **R. Massion** (refus, 19 retenus / 70)

2016 : dépôt projet PICS – porteur France : **R. Massion** (refus, 16 retenus / 107)

Russie : Alexander Komissarov (Assistant Prof)

National University of Science and Technology "MISIS", Moscow

"Producing of UFG sheet metal by SPD, by ECAE-Conform"

2015 : dépôt de bourse Metchnikov - porteur : **R. Massion** (refus)

Collaborations nationales

Poitiers : Mandana Arzaghi (MCF), Yves Nadot (Pr)
Institut PPrime (ISAE – ENSMA - Université de Poitiers)

“Etude des matériaux hyper-déformés en fatigue”

2016 : projet Labex DAMAS, co-encadrement du Master M2 Recherche de D. Touret

2017/2021 : co-encadrement de la thèse de Cl. Dureau

Publication en commun (n° 2) et deux communications à des congrès

Rouen : Xavier Sauvage (D.R. CNRS),
Groupe de Physique des Matériaux (Université de Rouen)

2010-2013 : ANR *Hypertubes* : *“Nanostructuration de tubes en acier par hyper-déformations”*

Publications en commun (n° 9, 10) et plusieurs communications à des congrès

2016-2019 : ANR *PRASA*: *“Elaboration d’alliages d’aluminium à haute résistance mécanique par association de grains ultrafins et nano-précipités”*

Plusieurs communications à des congrès

Collaborations et contrats industriels

ArcelorMittal Research (Maizières-Lès-Metz) – 2008/2014 :

Olivier Bouaziz (Ingénieur de Recherche HDR), David Barbier (Ingénieur de Recherche)

“Affinement de microstructures de métaux par des déformations plastiques extrêmes ”

2010-2013 : thèse d’Arnaud Pougis financé par ANR *“Hypertubes”* sur les aciers IF hyperdéformés

Plusieurs publications en commun (n° 9, 11, 13 en annexe) et communications à des congrès

Société **NEXANS** (Lens) – 2011/2014

“Etude des caractéristiques des fils métalliques nanostructurés pour application électrique après procédés d’hyper-déformations”

Participants académiques : L.S. Tóth (responsable scientifique), **R. Massion**, JJ. Fundenberger,
M. Dufresne (stagiaire master recherche M1)

Partenaires industriels : S. Morice (chef de projet), E. Comoret (Ingénieur de Recherche),
S. Corveleyn (stagiaire ingénieur)

Sur ce projet, j’ai été l’encadrante de l’étudiant de Master dont le but du stage était de réaliser de nombreux essais sur les différents matériaux fournis par l’industriel, puis de les caractériser mécaniquement.

CEA (Saclay) Direction de l’énergie nucléaire, Département des matériaux pour le nucléaire,
Service de recherches métallurgiques appliqués, Laboratoire de technologie des matériaux
extrêmes – 2019/... :

Denis Sornin (Ingénieur de Recherche),

“Etude du gradient de déformation d’acier ODS en HPT ”

Pour cette collaboration débutée en 2019, j’ai réalisé deux campagnes d’essais et d’analyses lors d’une prestation de recherche.

Brevet

Dépôt d'invention DISATTGE n°375 auprès de SAYENS SATT en mars 2021

“Tribomètre et procédé de mesure de propriétés tribologiques”

Chloé Franoux, Julien Vincent, Sylvain Philippon et **Roxane Massion**

Contrats publics

Pôle Procédés Mécanique Matériaux (PM)² - Iseetech (2010/2014)

Metz-Métropole et Conseil Général de la Moselle

J'ai été responsable de la plateforme “*Hyperdéformations*”. Mon rôle était le pilotage et l'animation scientifique de la plateforme ainsi que la gestion des investissements qui, au total, s'élevaient à un montant de 215 000€ répartis de la manière suivante :

- dispositif de tribologie en hyperdéformations (40 000€)
- installation thermique sur machine ECAP (20 000€)
- nouveau dispositif ECAP-continu (80 000€)
- sonotrode pour hyperdéformations en surface (65 000€)
- dispositif de torsion conique sur machine HPIT (10 000€)

Relecteur d'articles pour conférences internationales avec actes publiés

5 articles dans Materials Science Engineering IOP Journal pour le “6th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation”, NanoSPD6, 30 juin – 4 juillet 2014, Metz (France)

Chairman de conférences internationales / nationales

Session 1 – 8 présentations + remise du Prix Hirn 2020 et 2021

32^{ème} Journée Internationale Francophone de Tribologie (JIFT), 10 juin 2021, Visioconférence

Session “*Grenailage*” – 5 présentations – co-chairman : Thierry Grosdidier

Matériaux 2018, 19-23 novembre 2018, Strasbourg (France)

Session “*Thermomechanical processing, severe plastic deformation and nanostructuring*” – 6 présentations

Euromat 2017, 17-24 septembre 2017, Thessaloniki (Greece)

Session “*Electrical applications*” - 7 présentations

6th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation, NanoSPD6, 30 juin – 4 juillet 2014, Metz (France)

Organisation de symposium dans des conférences internationales

2016 EMI International Conference (ASCI) 25-27 octobre, 2016, Metz (France)

J'ai été l'organisatrice et la chair-woman d'un symposium intitulé “Severe Plastic Deformation” (accompagnée du Prof. L.S. Tóth) pour lequel il y eut 28 présentations (plus importante session du congrès). Ma tâche a consisté en la sélection et les rapports des résumés soumis, et la mise en place du planning de la session.

Membre actif de comités d'organisation de congrès internationaux ou nationaux

- ✓ **33^{ème} Journées Internationales Francophones de la Tribologie** (JIFT), 10 juin 2021 en visioconférence (initialement prévues du 27 au 29 mai 2020 à Metz)

~ 70 participants, budget total : 7 000€

Chair : Sylvain Philippon

Suite à l'annulation de la conférence au printemps 2020 à cause de la crise sanitaire, j'ai eu la lourde tâche, avec mon collègue Andréa Cappella, de gérer toute l'organisation en distanciel.

- ✓ **Plasticité 2018**, 9-11 Avril 2018, Nancy (France)

~75 participants, budget total : 17 000 €

Chair : Lucile Dezerald, Alain Jacques, Sébastien Allain, Marc Ponçot, Thomas Schenk

J'ai été membre du comité scientifique dont le rôle principal était de rapporter et de valider les résumés, choisir les chercheurs pour les présentations et les posters, organiser des sessions et la visite du laboratoire.

- ✓ **2016 EMI International Conference** (ASCI), 25-27 octobre 2016, Metz (France)

~ 400 participants, budget total : 159 000€

Chair : Mahdia Hattab

J'ai été membre:

- International Scientific Committee

Organisation d'un symposium : validation des résumés, choix des présentations et des posters, organisation des sessions

Communication au sein de la communauté des chercheurs en hyperdéformations.

- Local Organizing Committee

Membre de l'organisation et de la logistique interne.

- ✓ **6th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation** (NanoSPD6), 30 juin – 4 juillet, 2014, Metz (France)

~ 400 participants, budget total : 224 500€

Chair : László Tóth

J'ai été membre:

- International Advisory Committee :

Membre du groupe de validation des abstracts, choix des présentations, organisation des sessions. Relecture de 5 publications

- Local Organizing Committee :

Responsable du groupe de travail "restauration" / "activités culturelles"

97 500€ (plus important centre de dépenses du congrès)

J'ai été en charge pendant 18 mois de la partie - organisation et gestion (déjeuners, soirée de bienvenue, soirée posters, dîner de gala, pauses-café), de la 1/2 journée des visites culturelles, du concert et du programme des accompagnants. J'ai fait le lien entre tous les prestataires extérieurs à l'université et gérer l'aspect financier avec le secrétariat du congrès.

Membre de comité de sélection

Depuis ma nomination en 2006, j'ai été membre de jury de comité de sélection et j'ai participé à des commissions Adhoc :

Maitre de conférences :

Poste MCF-4474 (60^{ème} section)

Profil : *Mécanique vibratoire, vitesse angulaire instantanée, traitement du signal, maintenance*
Université de Reims-Champagne-Ardennes (IUT GIM) – 2021

Poste MCF-4493 (60^{ème} section)

Profil : *Génie mécanique (conception et fabrication), matériaux et endommagement*
Université de Caen (IUT GMP Alençon) – 2021

Poste MCF-1278 (60^{ème} section)

Profil : *Modélisation thermomécanique, tribologie, énergétique*
Université de Lorraine (Ecole Nationale d'Ingénieurs de Metz) – 2020

Poste MCF-4407 (60^{ème} section)

Profil : *Mécanique vibratoire, vitesse angulaire instantanée, traitement du signal, maintenance*
Université de Reims-Champagne-Ardennes (IUT GIM) – 2020

Poste MCF-0541 (60^{ème} section)

Profil : *Mécanique et résistance des matériaux, conception mécanique, matériaux fibreux, structures composites*
Université de Mulhouse (IUT GMP) – 2020

Poste MCF-8000 (60^{ème} section)

Profil : *Optimisation et modélisation thermomécaniques des procédés de rectification*
Ecole Nationale d'Ingénieurs de Metz – 2013

Poste MCF-0069 (60^{ème} section)

Profil : *Thermomécanique des polymères et composites à matrice polymère, expérimentation et modélisation*
Ecole Nationale d'Ingénieurs de Metz – 2013

Poste MCF-0167 (60^{ème} section)

Profil : *Optimisation et modélisation de procédés thermo-mécaniques affectant la surface des matériaux*
IUT de Metz, département GMP – 2012

Poste MCF-0051 (33^{ème} section)

Profil : *Métallurgie et procédés d'élaboration*
IUT de Metz, département GMP – 2008

PRAG :

Poste PRAG-0010
Profil : *Mathématiques*
Ecole Nationale d'Ingénieurs de Metz – 2015

Poste PRAG-0010
Profil : *Mathématiques*
Ecole Nationale d'Ingénieurs de Metz – 2014

Poste PRAG-0158
Profil : *Génie mécanique*
IUT de Metz, département GMP – 2013

Poste PRAG-0116
Profil : *Génie mécanique, mécanique*
IUT de Metz, département GMP – 2010

ATER :

Poste ATER (28^{ème} et 33^{ème} section)
IUT de Metz, département GMP – 2014

Ingénieur d'Etudes / Ingénieurs de Recherche :

Poste IGR – BAP : C
Profil : *Sciences de l'Ingénieur et instrumentation scientifique*
Laboratoire de Mécanique, Biomécanique, Polymères, Structures (LAPBS)
Ecole Nationale d'Ingénieurs de Metz – Septembre 2015

Poste IGE – BAP : C
Profil : *Sciences de l'Ingénieur et instrumentation scientifique*
Laboratoire de Mécanique, Biomécanique, Polymères, Structures (LAPBS)
Ecole Nationale d'Ingénieurs de Metz – Juillet 2015

Poste IGE – BAP : C
Profil : *Instrumentation scientifique et techniques expérimentales. Usinage*
Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux (LPMM)
Université de Metz – Septembre 2008

Membre de jury d'admission :

Depuis 2020, je participe aux oraux de sélection des futurs apprentis-ingénieurs de la formation ITII de l'Enim.

Vulgarisation de la recherche et médiation scientifique

✓ **8 mars, 8 femmes pour la recherche** : 8 mars 2021- Université de Lorraine

Le service de la communication de la recherche de l'Université de Lorraine a souhaité mettre en avant quelques chercheuses de son établissement pour la journée internationale des droits de la femme. C'était l'occasion de valoriser les chercheuses et aussi de rassurer les jeunes filles qui se sentiraient freinées par l'idée d'une carrière dans la recherche et de montrer ainsi que ce parcours est accessible à toutes. Ma candidature a été sélectionnée pour cette action et une interview écrite ainsi qu'une vidéo ont été réalisées pour l'occasion (<http://factuel.univ-lorraine.fr/node/16317>).

✓ **DECLICS** : 16 mars 2021 – Lycée Georges de La Tour (Metz)

L'action Declics (Dialogues Entre Chercheurs et Lycéens pour les Intéresser à la Construction des Savoirs) permet la rencontre entre scientifiques et adolescents sur le format ludique du speed-meeting. Je me suis donc rendue en lycée pour échanger avec une quarantaine d'élèves de classe de première option maths et physique. Ce programme remplit le triple objectif d'apporter aux élèves des éléments pour leur orientation, de les familiariser avec les processus de la recherche, et enfin de les armer en tant que citoyens sur la distinction entre croyance et connaissance. En effet, dans un monde où les fake news prolifèrent et où la limite entre fait et opinion est brouillée, je pense que la culture scientifique au sens de l'esprit critique est cruciale pour nos jeunes concitoyens.

✓ **Le Comptoir des Sciences** : 8 avril 2021- Lycée Blaise Pascal (Colmar)

Il s'agit d'un projet né durant la période de confinement due à la pandémie Covid-19 afin de rapprocher scientifiques et grand public par le biais de visioconférences. J'ai été mise en contact avec un enseignant en construction mécanique et industrialisation en section de techniciens supérieurs CPI (Conception de Produits Industriels) et je suis intervenue par via Zoom devant sa classe d'étudiants lors de discussions informelles autour de ce qu'est la recherche fondamentale et le métier de chercheur. Il s'agissait surtout d'un échange sur des domaines de connaissances communes où j'ai apporté mon expérience aux participants et répondu à leurs nombreuses interrogations.

1.5 Activités de responsabilités collectives et d'administration

1.5.1 Responsabilités liées à l'enseignement

Lorsqu'on est enseignant-chercheur à l'université, on fait plusieurs métiers à la fois et c'est justement ça qui me plaît. Aucune journée ne ressemble à une autre. Pas de monotonie. Aussi, si l'enseignement reste une passion pour moi et un métier qui se conjugue à l'université avec la recherche, j'ai trouvé ensuite mon équilibre entre les deux en y ajoutant des responsabilités administratives. Certains de mes collègues les trouvant chronophages et peu stimulantes, pour ma part j'ai énormément apprécié endosser le rôle de chef de département adjointe à l'IUT GMP de Metz de 2010 à 2013. Et c'est pour cela que j'ai accepté de faire partie à nouveau de la direction des études en tant que responsable des stages depuis janvier 2018.

2010/2013	Chef de département GMP <i>Co-direction avec L. Faure</i>	IUT de Metz
2010/2015 2018 ...	Direction des Etudes : Responsable des stages de DUT GMP	

Les départements d'IUT demandent à leurs enseignants-chercheurs de nombreux investissements en matière de responsabilités administratives. Celui du GMP à Metz ne déroge pas à la règle. Pour ma part, j'y ai consacré une énorme partie de mon temps de travail sur la période 2010/13 : j'ai assuré la co-direction du département GMP avec mon collègue Laurent Faure. Entourée d'une équipe de collègues motivés et ayant le même point de vue que moi sur l'avenir de nos étudiants, je me suis attachée à réaliser un travail visant à développer les activités et l'attrait du département GMP de Metz.

Le département regroupe environ 300 étudiants par an, 40 enseignants et enseignants-chercheurs ainsi que 6 personnels techniques et 2 personnels administratifs.

Le quotidien de notre fonction consistait à assurer des tâches administratives d'une importance capitale pour le bon fonctionnement d'un département et représentait un investissement en temps relativement important. Elles étaient telles que l'élaboration et la gestion du budget, la rédaction des demandes de financements d'équipements, le recrutement et les entretiens professionnels des personnels techniques et administratifs, la rédaction du dossier d'évaluation du département et de nos formations, la présence quotidienne auprès de nos étudiants, l'organisation générale des enseignements, la répartition du service d'heures de nos collègues enseignants et des vacataires ...

Les points clefs de notre mandat de chef de département ont été le lancement des procédures de création d'une halle de technologie et de deux nouvelles licences professionnelles (usinage et métallurgie), la mise en place d'un logiciel de suivi des absences et de gestion des notes (Scodoc) ainsi que la création d'un semestre décalé pour le DUT GMP. Ce dernier propose un redoublement immédiat d'un semestre pour nos étudiants en difficulté mais aussi à des étudiants

en échec dans d'autres filières d'intégrer notre formation en milieu d'année. Ce cursus en semestre décalé est maintenant pérenne et a permis l'augmentation du nombre d'étudiants de notre département de plus de 10%. Nous avons également mis en place un rapprochement avec l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Metz (ENIM) proposant ainsi une passerelle pour les étudiants de nos deux établissements. En effet, les étudiants en échec après la première année de l'Enim pouvaient intégrer directement la deuxième année du DUT GMP au vu de la concordance de nos programmes pédagogiques.

De plus, de 2010 à 2015 et depuis janvier 2018, je suis responsable des stages pour le DUT GMP. Je gère une centaine de stagiaires annuellement. Mon travail consiste en l'aide à la recherche d'entreprises d'accueil puis la gestion des conventions ainsi que le suivi global pendant le stage et la préparation et l'organisation des soutenances. Cette responsabilité me permet de développer des relations entre l'université et le milieu industriel. J'ai ainsi pris contact avec des entreprises mosellanes, mais aussi lorraines, luxembourgeoises et voire même alsaciennes. Par exemple Arcelormittal, Thyssenkrupp, Class, Safran, Saint Gobain, Viessman, PSA, Continental, la SNCF, TRW, Pierburg, ...

Le tableau ci-dessous synthétise mes principales autres responsabilités au sein de l'IUT de Metz :

2017 / ...	Membre de la Commission Recherche de l'ADIUT	Membre nommée
2010/2013	Membre du Conseil d'Administration	Membre invitée
2010/2013	Membre du Jury Officiel d'attribution des diplômes	Membre de droit
2010/2013	Membre de l'Assemblée de Chefs de Département GMP de France	Membre de droit
2007/2015	Membre de la Commission de Choix des Enseignants	Membre nommée

1.5.2 Responsabilités liées à la recherche

2016/...	Co-responsable de l'axe " <i>Optimisation des procédés</i> " du Dépt 2	LEM3
2009/2017	Membre du Conseil de Laboratoire	LPMM, puis LEM3

J'ai été membre du conseil du laboratoire de 2009 à 2017 en tant que représentante des Maîtres de Conférences. Tout d'abord élue de 2009 à 2012, puis nommée par le directeur de 2013 à 2017.

Depuis février 2016, j'assure la co-responsabilité avec Laurent Weiss (MCF) de l'un des cinq axes dans le département IMPACT (Ingénierie des Microstructures, Propriétés, Anisotropie, Comportement) du laboratoire.

Cet axe, "*Optimisation des procédés*", regroupe deux thèmes :

- Métallurgie des poudres, hyperdéformation et fabrication 3D
- Hyperdéformation des massifs et thermomécanique des surfaces

Notre équipe est composée de 14 membres permanents (6 Professeurs, 6 MCF, 1 IGE, 1 IGR) et d'une dizaine de doctorants et post-doc.

Nous assurons l'animation scientifique du groupe : réunions régulières, point d'avancement des projets, séminaires internes, demande de bourse de thèse, demande de financements en équipements ...

1.5.3 Autres activités

Responsabilité collective liée à l'établissement

J'ai été représentante des enseignants au conseil du service universitaire des activités physiques et sportives (SUAPS) de l'Université de Metz de 2008 à 2011.

Membre de jury VAE

VAE de Licence Professionnelle "Analyses et contrôles des matériaux" soutenue le 13 février 2018 par Sébastien Quaouza à l'Université de Lorraine.

Membre du comité "Egalité Hommes/Femmes" de l'AFM

Cette commission, mise en place en août 2021, a pour but de promouvoir la place des femmes dans le domaine de la mécanique en France. Que ce soit dans la recherche tant académique qu'au sein des entreprises, les femmes sont minoritaires et ce phénomène est encore plus marqué en sciences pour l'ingénieur, comme le montre le tableau suivant.

Part des Femmes			
Université : enseignantes-chercheuses ¹			
Toutes disciplines	39%	44% MCF	25% PR
Sciences de l'ingénieur	19%	22% MCF	12% PR
CNRS : chercheuses ²			
Toutes disciplines	34%	36.3% CR	29.6% DR
Sciences de l'ingénieur	22.7%	24.4% CR	21% DR
Entreprises : chercheuses ³			
Toutes disciplines	20%		
Sciences de l'ingénieur	13%		

Dans les mois à venir, la commission mènera un certain nombre d'actions pour promouvoir une dynamique d'égalité afin de corriger les facteurs à l'origine des inégalités Hommes/Femmes dans les métiers de la mécanique comme par exemple des actions pédagogiques, des actions de documentations et d'informations, des actions de soutien et lors d'événements labellisés Association Française de Mécanique comme le Congrès Français de Mécanique.

¹ Ministère de l'Enseignement Supérieur, de la Recherche et de l'Innovation - Vers l'égalité Femmes-Hommes ? Chiffres Clés 2019

² Bilan social CNRS 2018

³ Note d'information et recherche n°16-05 – Les chercheurs en entreprise en 2013 - Ministère de l'Enseignement supérieur et de la Recherche

ANNEXE : LISTE COMPLETE DES PUBLICATIONS ET COMMUNICATIONS

(Référéncée sous Roxane MASSION mais aussi sous Roxane ARRUFFAT-MASSION ou Roxane ARRUFFAT)

Reuves internationales avec comité de lecture : 18

1. “Sandwich Materials with a Crumpled Aluminium Core”
Bouaziz, O.; Bouafif, R.; **Massion, R.**
METALLURGICAL RESEARCH AND TECHNOLOGY Vol: 118 n°: 320 (FEVRIER 2021)

2. “On the Influence of Ultrasonic Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT) on the Fatigue Behaviour of the 304L Austenitic Stainless Steel”
Dureau, C.L.; Novelli M.; Arzaghi, M.; **Massion, R.**; Bochet, Ph.; Nadot, Y.; Grosdidier, Th.
METALS 2020 Vol: 10 Issue: 1 Page:100 (JANV 2020)

3. “High Pressure Tube Twisting for Producing Ultra Fine Grained Materials: A Review”
Tóth, LS.; Chen, C.; Pongis, A.; Arzaghi, M.; Fundenberger, JJ.; **Massion, R.**; Suwas, S.
MATERIALS TRANSACTIONS Vol: 60 Issue: 7 Pages: 1177-1191 (JUIN 2019)

4. “The Mechanics of High Pressure Compressive Shearing with Application to ARMCO® Steel”
Tóth, LS.; Vu, VQ.; Dhinwal, SS.; Zhao, Y.J.; **Massion, R.**; Chen, C.; Davis, CF. ; Lowe, TC.
MATERIALS CHARACTERIZATION Vol : 154 Pages: 127-137 (MAI 2019)

5. “Effect of Severe Plastic Deformation by 120 deg ECAP or Shock Impact on 6061 Aluninum at High Strain Rates”
Camalet, T.; Rusinek, A.; Bernier, R.; Karon, M.; **Massion, R.**; Voyiadjis, G.Z.; Adamiak, M.
JOURNAL OF ENGINEERING MATERIALS AND TECHNOLOGY Vol: 140 (OCT 2018)

6. “Role of Grain Boundary Sliding in Texture Evolution for Nanoplasticity”
Zhao, Y.J.; Tóth, LS.; **Massion, R.**; Skrotzki, W.
ADVANCED ENGINEERING MATERIALS Volume: 20 Issue: 22 (AVRIL 2018)

7. “Nanostructured bulk Mg plus MgO composite synthesized through arc plasma evaporation and high pressure torsion for H-storage application”
Zou, JX.; Perez-Brokate, C.F.; **Arruffat, R.**; Bolle, B.; Fundenberger, JJ.; Zeng, XQ.; Grosdidier, T.; Ding, WJ.
MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING B-ADVANCED FUNCTIONAL SOLID-STATE MATERIALS Volume: 183 Pages: 1-5 (AVRIL 2014)

8. “Dry friction of steel under high pressure in quasi-static conditions”
Pongis, A.; Philippon, S.; **Massion, R.**; Faure, L.; Fundenberger, JJ.; Tóth, LS.
TRIBOLOGY INTERNATIONAL Volume: 67 Pages: 27-35 (NOV 2013)

9. "Influence of severe plastic deformation on the precipitation hardening of a FeSiTi steel"
 Fillon, A.; Sauvage, X.; Pongis, A.; Bouaziz, O.; Barbier, D.; **Arruffat, R.**; Tóth, LS.
JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE Volume: 47 Issue: 22 Pages: 7939-7945 (NOV 2012)
10. "Microstructure, texture and mechanical properties of aluminum processed by high-pressure tube twisting"
Arzaghi, M.; Fundenberger, J. J.; Tóth, L. S.; **Arruffat, R.**; Faure, L.; Beausir, B.; Sauvage, X.
ACTA MATERIALIA Volume: 60 Issue: 11 Pages: 4393-4408 (JUN 2012)
11. "Stress and strain gradients in high-pressure tube twisting"
Pongis, A.; Tóth, L. S.; Bouaziz, O.; Fundenberger, JJ.; Barbier, D.; **Arruffat, R.**
SCRIPTA MATERIALIA Volume: 66 Issue: 10 Pages: 773-776 (MAY 2012)
12. "Evolution of texture during equal channel angular extrusion of commercially pure aluminum: Experiments and simulations"
 Suwas, S.; **Arruffat-Massion, R.**; Tóth, LS.; Fundenberger, JJ.; Beausir, B.
MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING A-STRUCTURAL MATERIALS PROPERTIES MICROSTRUCTURE AND PROCESSING Volume: 520 Issue: 1-2 Pages: 134-146 (SEPT 2009)
13. "Severe plastic deformation of metals by high-pressure tube twisting"
 Tóth, LS.; Arzaghi, M.; Fundenberger, JJ.; Beausir, B.; Bouaziz, O.; **Arruffat-Massion, R.**
SCRIPTA MATERIALIA Volume: 60 Issue: 3 Pages: 175-177 (FEB 2009)
14. "Texture after ECAP of a cube-oriented Ni single crystal"
 Skrotzki, W.; Tóth, LS.; Kloeden, B.; Brokmeier, HG.; **Arruffat-Massion, R.**
ACTA MATERIALIA Volume: 56 Issue: 14 Pages: 3439-3449 (AUG 2008)
15. "Microstructure and texture gradient in copper deformed by equal channel angular pressing"
 Skrotzki, W.; Scheerbaum, N.; Oertel, CG.; **Arruffat-Massion, R.**; Suwas, S.; Tóth, LS.
ACTA MATERIALIA Volume: 55 Issue: 6 Pages: 2013-2024 (APRIL 2007)
16. "Modeling of deformation and texture development of copper in a 120 degrees ECAE die"
Arruffat-Massion, R.; Tóth, LS.; Mathieu, JP.
SCRIPTA MATERIALIA Volume: 54 Issue: 9 Pages: 1667-1672 (MAY 2006)
17. "Evolution of crystallographic texture during equal channel angular extrusion of copper: The role of material variables"
 Suwas, S.; **Arruffat-Massion, R.**; Tóth, LS.; Fundenberger, JJ.; Eberhardt, A.; Skrotzki, W.
METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A - PHYSICAL METALLURGY AND MATERIALS SCIENCE Volume: 37A Issue: 3 Pages: 739-753 (MARCH 2006)
18. "Analysis of texture evolution in equal channel angular extrusion of copper using a new flow field"
 Tóth, LS.; **Massion, R.**; Germain, L.; Baik, SC.; Suwas, S.
ACTA MATERIALIA Volume: 52 Issue: 7 Pages: 1885-1898 (APRIL 2004)

Congrès internationaux à comité de lecture et actes publiés : 4

19. “Gradient Structure in High Pressure Torsion Compacted Iron Powder”

Zhao, Y. J.; **Massion, R.**; Grosdidier, T.; Tóth, LS.

Conference: 12th International Conference on Nanostructured Materials (NANO), Lomonosov Moscow State Univ, Moscou, RUSSIE, 13-18 Juillet 2014

ADVANCED ENGINEERING MATERIALS Volume: 17 Issue: 12 Special Issue: SI Pages: 1748-1753 (DEC 2015)

20. “Contribution of shear deformation to grain refinement and densification of iron powder consolidated by high pressure torsion”

Zhao, Y. J.; **Massion, R.**; Grosdidier, T.; Tóth, LS.

Editeurs: Beausir, B.; Bouaziz, O.; Bouzy, E.; et al.

Conference: 6th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (NanoSPD), Metz, FRANCE, 30 JUIN - 04 Juillet 2014

MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING Volume: 63 Article N°: 012032 (2014)

21. “Experiments and modelling of ECAE textures of f.c.c. polycrystals”

Arruffat-Massion, R.; Suwas, S.; Tóth, LS.

Editeurs: Van Houtte, P.; Kestens, L.

Conference: 14th International Conference on Textures of Materials, Leuven, BELGIUM, 11-15 Juillet 2005

MATERIALS SCIENCE FORUM Volume: 495-497 Pages: 839-844 Part: 1&2 (2005)

22. “Simulation of texture evolution in equal channel angular extrusion of copper using a new flow field”

Tóth, LS.; **Massion, R.**; Germain, L.; Baik, SC.

Editeurs: Ahzi, S; Cherkaoui, M; Khaleel, MA; et al.

Conference: IUTAM Symposium on Multiscale Modeling and Characterization of Elastic-Inelastic Behavior of Engineering Materials, Marrakech, MAROC, 20-25 Octobre 2002

SOLID MECHANICS AND ITS APPLICATIONS Volume: 114 Pages: 191-198 (2004)

Congrès internationaux à comité de lecture avec actes à diffusion restreinte :

“Severe plastic deformation of metals by high pressure sliding using a three-axis ECAP machine”

R. Massion, Y.J. Zhao, J.J. Fundenberger, L.S. Tóth,
International Conference on Processing and Manufacturing of Advanced Materials: Processing, Fabrication,
Properties, Applications (THERMEC2018), July 9-13, 2018, Paris, (France)

Conférence invitée

“Gradient structure in high pressure torsion compacted iron powder”

Y.J. Zhao, J.-J. Fundenberger, **R. Massion**, T. Grosdidier, L.S. Tóth,
17th International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 17) August 24-29, 2014, Dresden
(Germany)

IOP Conf Series : Materials Science and Engineering 82 (2015)

“Dry friction of steel under high pressure in quasi-static conditions”

Pongis, S. Philippon, **R. Massion**, L. Faure, J.J. Fundenberger, L.S. Tóth,
6th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (NanoSPD6) June 30 – July
4, 2014, Metz (France)

IOP Conf Series : Materials Science and Engineering 63 (2014)

“Contribution of shear deformation to grain refinement and densification of iron powder consolidation by high pressure torsion”

Y.J. Zhao, **R. Massion**, T. Grosdidier, L.S. Tóth,
6th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (NanoSPD6) June 30 – July
4, 2014, Metz (France)

IOP Conf Series : Materials Science and Engineering 63 (2014)

“Estimation of friction under high pressure - Application to Severe Plastic Deformation processes”

A.Pongis, J.-J. Fundenberger, L. Faure, S. Philippon, **R. Arruffat**, L.S. Tóth,
Congrès TMS, March, 2012, Orlando (USA)

“Study of a new SPD technique: High Pressure Tube Twisting (HPTT)”

R. Arruffat, M. Arzaghi, A. Pongis, J.J. Fundenberger, L.S. Tóth,
Congrès TMS, March, 2012, Orlando (USA)

“Grain refinement and microstructural properties of aluminium alloys processed by a new SPD technique: High Pressure Tube Twisting (HPTT)”

M. Arzaghi, J.J. Fundenberger, B. Beausir, L.S. Tóth, X. Sauvage, **R. Arruffat**, L. Faure,
7th International Conference on Advanced Materials (THERMEC2011), August 1-5, 2011, Quebec City,
(Canada)

“Analysis of Texture and Microstructure Developments on the Transverse Section Of Ni Single Crystal during ECAE”

R. Arruffat-Massion, D. Goran, J.J. Fundenberger, E. Bouzy, L.S. Tóth and T. Grosdidier,
5th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (NanoSPD5) March 21-25,
2011, Nanjing (Chine)

“Analysis of Microstructure and Mechanical Properties obtained by High Pressure Tube Twisting”

A.Pongis, M. Arzaghi, J.J. Fundenberger, L. Faure, N. Gey, **R. Arruffat-Massion**, L.S. Tóth
5th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (NanoSPD5) March 21-25,
2011, Nanjing (Chine)

“High-Pressure Tube Twisting: a new continuous SPD process”

O. Bouaziz, D. Barbier, **R. Arrufat-Massion**, L. Tóth, *A. Pougis, M. Arzaghi*, J.J. Fundenberger, X. Sauvage, 5th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (NanoSPD5) March 21-25, 2011, Nanjing (Chine)

“Modelling of the evolution of dislocations cell misorientation under severe plastic deformation”

Y. Estrin, L.S. Tóth, Y. Bréchet, **R. Arrufat-Massion**,

3rd International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (NanoSPD3) September 21-25, 2005, Fukuoka (Japon)

“Experiments and modelling of ECAE Textures of F.C.C polycrystals”

R. Arruffat-Massion, S. Suwas, L.S. Tóth, W. Skrotzki, J.J. Fundenberger, A. Eberhardt,

14th International Conference of Texture of Materials (ICOTOM 14) July 11-15, 2005, Leuven (Belgique).

“Modelling of strain hardening in ECAE”

R. Arruffat-Massion, L.S. Tóth, A. Molinari.

25th RISOE International Symposium on Materials Science: Evolution of Deformation Microstructures in 3D, September, 2004, Roskilde (Danemark).

“Analysis of texture evolution in equal channel angular extrusion of FCC metals”

L.S. Tóth, S. Suwas, **R. Massion**,

International Conference on Processing and Manufacturing of Advanced Materials (THERMEC2003), July 7-11, 2005, Madrid (Spain)

Communications à des conférences internationales à comité de lecture sur résumé

“Effect of Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT) on 316L stainless steels and its behaviour in high cycle fatigue”

C. Dureau, M. Arzaghi, **R. Massion**, T. Grosdidier, Y. Nadot,
Euromat 2019, September 1-5, 2019, Stockholm (Sweden)

“New tribometer for dry friction under high pressure in quasi-static conditions”

R. Massion, C. Dureau, L. Faure, S. Philippon,
18th Nordic Symposium on Tribology (Nordtrib2018), June 18-21, 2018, Uppsala (Sweden)

“Two new processes on sheet SPD”

R. Massion, C. Chen, J.-J. Fundenberger, Y. J. Zhao, V. Vu Quoc, L.S. Tóth, Y. Beygelzimer, R. Kulagin,
Euromat 2017, September 17-24, 2017, Thessaloniki (Greece)

“Severe plastic deformation of metals by high pressure sliding using a three-axis ECAP machine”

C. Chen, J.-J. Fundenberger, **R. Massion**, L.S. Tóth, Y. J. Zhao, V.Q. Vu,
7th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (NanoSPD7) July 2-7, 2017,
Sydney (Australia)

“Role of grain boundary sliding in texture evolution of ultrafine-grained materials processed by Severe Plastic Deformation”

Y. J. Zhao, L.S. Tóth, **R. Massion**, W. Skrotzki,
7th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (NanoSPD7) July 2-7, 2017,
Sydney (Australia)

“Dry friction under high pressure in quasi-static conditions”

S. Philippon, **R. Massion**, L. Faure, B. Zhang, L.S. Tóth,
2016 EMI International Conference (ASCI) October 25-27, 2016, Metz (France)

“Compaction of iron powder into bulk discs by high pressure torsion”

R. Massion, Y. J. Zhao, L.S. Tóth,
2016 EMI International Conference (ASCI), October 25-27, 2016, Metz (France)

“Microstructure and Texture of IF Steel processed by High Pressure Tube Twisting (HPTT)”

A. Pougis, J.J. Fundenberger, **R. Arruffat**, L.S. Tóth, M. Arzaghi, O. Bouaziz, D. Barbier, L. Faure,
3rd International symposium on Bulk Nanostructured Materials (BNM11), August 23-26, 2011, Ufa, (Russia)

“Mechanical properties and nanoscale features in a severely deformed steel alloyed with Si and Ti”

A. Fillon, X. Sauvage, O. Bouaziz, D. Barbier A. Pougis, **R. Arruffat**, J.J. Fundenberger, L.S. Tóth,
3rd International symposium on Bulk Nanostructured Materials (BNM11), August 23-26, 2011, Ufa, (Russia)

“A new process for ultra-fine grained tubes by severe plastic deformation”

M. Arzaghi, J.J. Fundenberger, L.S. Tóth, B. Beausir, O. Bouaziz, **R. Arruffat**,
2nd International symposium on Bulk Nanostructured Materials (BNM09), September 22-26, 2009, Ufa,
(Russia)

“Severe plastic deformation of metals by high-pressure tube twisting”

L.S Tóth, *M. Arzaghí*, J.J Funderberger, B. Beausir, O. Bouaziz, **R. Arruffat-Massion**,
4th Int. Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (NanoSPD4) August 18-22, 2008,
Goslar (Germany)

“Modelling of the evolution of dislocation cell misorientation under severe plastic deformation”

Y. Estrin, L.S. Tóth, Y. Bréchet, **R. Arruffat-Massion**,
3th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (NanoSPD3) September,
2005, Fukuoka (Japan)

Communications à des conférences nationales à comité de lecture

“Nanostructuration of AA7449 by severe plastic deformation: impact on mechanical behaviour and precipitation sequence”

A. Duchaussoy, X. Sauvage, G. Renou, A. Deschamps, F. De Geuser, K. Edalati, Z. Horita, L. S. Tóth, **R. Massion**, Y. Zhao,

Colloque : la métallurgie, quel avenir !, 8-12 avril, 2019, Nancy.

“Allègement par nano-structuration des métaux en hyperdéformation”

L. S. Tóth, **R. Massion**, J.J. Fundenberger, T. Grosdidier, B. Beausir, Y. Zhao, V. Q. Vu, S. Panda, Matériaux 2018, 19-23 novembre, 2018, Strasbourg.

“Compréhension des mécanismes de micro-propagation de fissures dans des aciers à gradients de microstructure induits par grenailage ultra-sévère”

C. Dureau, T. Grosdidier, **R. Massion**, M. Arzaghi, Y. Nadot,

Matériaux 2018, 19-23 novembre, 2018, Strasbourg.

“Nouveau tribomètre pour frottement à sec sous haute pression en conditions quasi-statiques”

C. Dureau, **R. Massion**, L. Faure, S. Philippon,

30^{ème} Journées Internationales Francophones de Tribologie (JIFT2018), 16-18 mai, 2018, Nice.

“Utilisation de la déformation plastique sévère sur poudres, surfaces et massifs pour optimiser les propriétés des matériaux métalliques et composites”

R. Massion, T. Grosdidier,

Congrès National de la Recherche en IUT (CNRIUT), 8-9 juin, 2016, Nantes.

“Raffinement de grains par densification de poudres de fer consolidés par torsion sous haute pression”

Y.J. Zhao, **R. Massion**, L.S. Tóth, T. Grosdidier,

Colloque Sciences et Technologies des Poudres et Matériaux Frittés (STPMF 2015), 8-10 avril, 2015, Nancy.

“Mesure du coefficient de frottement sec sous haute pression”

A. Pougis, J.J. Fundenberger, L. Faure, S. Philippon, **R. Arruffat**,

24^{ème} Journées Internationales Francophones de Tribologie (JIFT2012), 9-11 mai, 2012, Aix-en-Provence.

“Nouveau procédé d’hyperdéformations de tubes par torsion”

R. Arruffat, M. Arzaghi, L.S. Tóth, J.J. Fundenberger, O. Bouaziz,

19^{ème} Congrès Français de Mécanique, 24-28 août, 2009, Marseille.

“Nouveau procédé d’hyper-déformations de tubes par torsion”

R. Arruffat, J.J. Fundenberger

15^{ème} Congrès National de la Recherche en IUT (CNRIUT), 8-10 juin, 2009, Lille.

“Modélisation de l’écrouissage en extrusion angulaire à section constante”

R. Arruffat-Massion, L.S. Tóth, A. Molinari

Congrès Français de Plasticité, avril 2004, Metz.

Communications à des congrès, colloques ou workshop sans actes diffusés

“Severe plastic deformation of aluminum by high pressure sliding on three-axis ECAP machine”

Cai Chen, J-J. Fundenberger, Y.J. Zhao, **R. Massion**, L.S. Tóth,

Annual session of the joint SF2M-DGM workgroup on Textures – symposium : texture formation in new alloys, March 31, 2017, Delft (The Netherlands)

“Role of grain boundary sliding in texture evolution for nanoplasticity”

Y.J. Zhao, L.S. Tóth, **R. Massion**, W. Skrotzki

Annual session of the joint SF2M-DGM workgroup on Textures – symposium : texture formation in new alloys, March 31, 2017, Delft (The Netherlands)

“High pressure torsion for compaction of powders”

Y.J. Zhao, **R. Massion**, L.S. Tóth,

International Workshop : Design of nanostructured alloys using severe plastic deformation for enhanced functionality, April 26, 2017, Rouen (France)

“SPD techniques for Al alloys”

R. Massion,

Workshop “Severely plastically deformed Aluminium alloys – Processing, microstructures and properties”, May 24, 2016, SIMAP Grenoble (France)

“A modeling approach for exploring the effects of grain boundary sliding on texture evolution at large strains”

Y.J. Zhao, **R. Massion**, L.S. Tóth,

Meeting of DGM-Fachausschuss ‘Texturen’ and DGM-Arbeitskreis ‘EBSD’, joint French-German meeting, SF2M – DGM, March 30 – April 1, 2016, Dresden, (Germany)

“Texture evolution of iron powder during high pressure torsion consolidation”

Y.J. Zhao, J-J. Fundenberger, **R. Massion**, T. Grosdidier, L.S. Tóth,

European Texture and Anisotropy annual meeting, March 19-21, 2015, Metz (France)

“Analysis of Microstructure and Mechanical Properties of UFG Aluminium obtained by High Pressure Tube Twisting”

M. Arzaghi, J.J. Fundenberger, L. Faure, X. Sauvage, N. Gey, **R. Arruffat-Massion**, L.S. Tóth,

Workshop "Atomic transport in bulk nanostructured materials and related unique properties", May 25-27, 2010, Rouen (France)

“Severe plastic deformation of metals by high pressure tube twisting”

M. Arzaghi, **R. Arruffat-Massion**, L.S. Tóth, J.J. Fundenberger, B. Beausir, O. Bouaziz,

Colloque "Nanomaterials: microstructural and mechanical characterisations, simulations", December 11-12, 2008, Rouen (France)

“A new process for nano-crystalline tubes by severe plastic deformations”

L.S. Tóth, M. Arzaghi, J-J. Fundenberger, B. Beausir, O. Bouaziz, **R. Arruffat-Massion**,

Work-hardening Workshop, September 22, 2008, ArcelorMittal Maizières-Lès-Metz (France)

“Conception et réalisation d’un dispositif ECAE à 135°”

R. Arruffat-Massion,

Workshop de la fédération de recherche GI2M, mars, 2006, Metz (France)

CHAPITRE 2

***SYNTHESE DES ACTIVITES DE
RECHERCHE***

2.1 Préambule

A titre liminaire, avant de synthétiser mes activités de recherche, je souhaiterais attirer l'attention du lecteur sur la complexité de notre profession. Lorsqu'on est enseignant-chercheur, on exerce plusieurs métiers à la fois et c'est justement cela qui me plaît mais qui le rend si compliqué. Aucune journée ne ressemble à une autre. Pas de place à la monotonie. Aussi, si l'enseignement reste une passion pour moi et une mission qui se conjugue à l'université avec la recherche, j'ai ensuite trouvé mon équilibre entre les deux en y juxtaposant des responsabilités administratives. Certains de mes collègues les trouvent chronophages et peu stimulantes, pour ma part elles me passionnent, même si elles prennent une place dévorante dans mon quotidien. J'ai toujours essayé de conjuguer au mieux ces différentes tâches de mon métier mais pour certaines périodes, ces responsabilités administratives ont eu raison d'autres, notamment de 2010 à 2013 lorsque j'ai endossé le rôle de chef de département adjointe pour l'IUT GMP ou en 2018 lorsque j'ai repris la direction des études en charge des stages de DUT. De plus, je tiens également à souligner que deux grossesses, avec respectivement un congé de maternité de 16 semaines en 2007 et de 24 semaines en 2019, ont complètement freiné mes activités professionnelles. Plus particulièrement en recherche, de par le congé en lui-même mais aussi par l'impossibilité de faire des essais ne souhaitant pas exposer mon futur bébé à des risques dus aux plateformes expérimentales.

Dans ce mémoire de synthèse, ce chapitre ambitionne de présenter au lecteur un aperçu de mes activités de recherche depuis plus de 15 ans autour de la thématique des matériaux hyperdéformés. Cette synthèse vise à mettre en évidence mes apports les plus significatifs lors des thèses et des masters que j'ai co-encadrés ainsi que lors des collaborations avec les collègues de l'équipe « hyperdéformations ». Ce manuscrit est l'occasion pour moi de faire un bilan dans le but de le présenter et l'exposer au regard de mes pairs.

La partie scientifique de ce chapitre est consacrée aux résultats attendus et obtenus dans les différents travaux de mes trois principaux thèmes de recherche. Dans un souci de cohérence et de clarté, j'ai décidé de ne présenter que ceux qui entrent dans ce cadre. De plus, les développements décrits ci-après évitent autant que possible de donner trop de détails qui sont disponibles dans les thèses de mes doctorants et dans mes publications (liste en annexe du chapitre 1).

2.2 Introduction

Qu'est-ce que les hyperdéformations ? C'est un terme francisé provenant de l'anglais « Severe Plastic Deformations » qui signifie très grandes déformations plastiques ou déformations plastiques extrêmes. Il est généralement associé à certains procédés de mise en forme. L'abréviation « SPD » est couramment utilisée pour désigner les hyperdéformations.

Comme je l'introduisais au début de mon mémoire de thèse en 2004, les hyperdéformations, sont des techniques prometteuses où une importante déformation plastique est créée dans le but d'affiner la microstructure d'un matériau jusqu'à une échelle submicronique permettant au matériau d'obtenir des propriétés mécaniques exceptionnelles (limite d'élasticité, résistance à rupture, dureté élevées ...). La résistance mécanique d'un métal dépend de sa microstructure : un matériau avec une taille de grains nanométrique peut être 5 à 10 fois plus résistant qu'un matériau ordinaire. La transformation de la microstructure de matériaux par hyperdéformations est une méthode permettant d'obtenir des matériaux cristallins à grains très fins, voire nano-structurés.

Cette thématique, très riche, m'a permis de m'épanouir tant du point de vue expérimental que théorique. En effet, mes travaux de recherche portent sur la conception de systèmes mécaniques, l'élaboration et l'étude de matériaux nano-structurés à partir d'échantillons massifs ou de poudres ainsi que l'analyse des microstructures et de l'évolution des textures associées aux procédés par caractérisation et simulations numériques. De ce fait, trois thèmes principaux se dégagent de mes travaux de recherche :

- Hyperdéformations pour les matériaux métalliques massifs : débuté lors de mes travaux de thèse, ce thème est le fil conducteur de ma recherche depuis ma prise de fonction en tant que maître de conférences en 2006,
- Hyperdéformations pour les poudres : cette thématique a débuté en 2012 lors des travaux de master Cristian Perez-Brokate en collaboration avec le Professeur Zou de Jia Tong University de Shanghai sur la consolidation de poudre nanométrique de magnésium par hyperdéformation pour le stockage d'hydrogène. Puis elle a essentiellement été développée lors des travaux de thèse de Yajun Zhao portant sur les consolidations de métaux par le procédé High Pressure Torsion (HPT),
- Tribologie en hyperdéformations : cette activité transversale a vu le jour suite au rapprochement avec l'équipe « Thermomécanique du contact rapide » du Laboratoire LaBPS lors de la thèse d'Arnaud Pougis.

Je tiens également à souligner que ces axes de recherche s'intègrent parfaitement au programme du LabEx DAMAS de l'Université de Lorraine (programme investissement dans l'avenir dont les objectifs principaux portent sur l'allègement des structures à travers la métallurgie, la science des matériaux, la mécanique et l'ingénierie). Les hyperdéformations sont un thème phare dans les travaux du LabEx depuis sa création en 2012.

2.3 Thème 1 : Hyperdéformations des matériaux métalliques massifs

Après une initiation à la recherche lors de mon stage de DEA au Laboratoire de Génie Mécanique de Toulouse dans l'équipe MECAF dont les sujets portés sur la micro-fluidique, j'ai réellement débuté ma carrière de chercheur en réalisant mon doctorat.

J'ai intégré l'équipe « *Conditions Extrêmes* » du Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux de Metz (LPMM) en octobre 2001. Les thématiques de recherche développées au sein de cette équipe concernaient, entre autres, l'usinage à grande vitesse, les instabilités et le comportement des matériaux et des structures en conditions extrêmes, ainsi que la modélisation des milieux hétérogènes. Il m'a été proposé d'effectuer mes travaux de thèse sur un procédé de grandes déformations plastiques appelé « extrusion angulaire à section constante » ou plus communément ECAE (Equal Channel Angular Extrusion) ou ECAP (Equal Channel Angular Pressing), sous la direction des Professeurs Laszlo Toth et Alain Molinari. Par la suite, lors de mon recrutement en 2006, mes activités de recherche se sont inscrites dans la continuité de mes travaux de thèse dans le domaine des très grandes déformations plastiques. Je me suis intéressée à l'étude et à l'amélioration des relations procédés-propriétés. Ces études ont été poursuivies et complétées en se structurant autour de la compréhension et de la modélisation des propriétés mécaniques et microstructurales des différents procédés innovants en hyperdéformation concernant les matériaux massifs dans un premier temps. Du point de vue expérimental, au fur et à mesure des années, une plateforme a été constituée d'une dizaine de dispositifs. Certains novateurs ont été totalement développés au sein de l'équipe à laquelle j'appartiens. C'est le cas de l'ECAP à 3 axes et du High Pressure Tube Twisting (HPTT). Cette partie présentant mon thème 1 de recherche s'articulera essentiellement autour de ces deux procédés.

2.3.1 Hyperdéformations des matériaux massifs en ECAE

Premiers pas en hyperdéformations

La situation contextuelle au début de mon doctorat était la suivante : pour rester compétitive, l'industrie cherchait à améliorer continuellement les performances de ses matériaux (densités, propriétés mécaniques, ...), ce qui est toujours vrai de nos jours. De nouveaux procédés d'élaboration et de mise en forme des métaux, à caractéristiques et propriétés remarquables, avaient fait leur apparition au début des années 2000. Les matériaux micro et nano-cristallins (matériaux à grains ultra-fins : UFG en anglais) attirant de plus en plus l'attention des spécialistes, les procédés de grandes déformations plastiques ont toujours été des techniques prometteuses pour le raffinement de la microstructure des matériaux. La plus connue et la plus répandue lors de mes travaux de thèse était celle de l'ECAE. Inventée par le russe Segal au milieu des années 70 mais n'intéressant la communauté scientifique qu'au début des années 90, elle consistait à augmenter indéfiniment le taux de déformation en effectuant des passes successives dans le dispositif de mise en forme. Depuis plus d'une vingtaine d'années, ce procédé suscite une attention toute particulière dans le monde de la recherche. En effet, ses intérêts principaux sont le développement d'une

microstructure très fine (formée de grains de taille submicronique) et la mise en évidence du durcissement du matériau jusqu'à sa limite théorique. Les échantillons peuvent également avoir des dimensions importantes et ne présenter aucune porosité, à la différence d'autres techniques produisant des nanomatériaux. De plus, la simplicité du dispositif permettant de modifier facilement les paramètres d'élaboration en fait un outil d'étude des hyperdéformations particulièrement intéressant.

La connaissance et la compréhension de l'évolution de la microstructure, c'est-à-dire du processus de raffinement des grains, sont le sujet de nombreuses études sur l'ECAE. Dans ce but, il est primordial de savoir analyser le mode de déformation appliqué pendant les essais. Une première approximation, proposée par Segal en 1995 et basée sur du cisaillement simple, s'est avérée encourageante mais elle ne traduisait pas exactement le chemin de déformation. Selon des observations expérimentales et des calculs par éléments finis publiés dans les revues scientifiques, il a été constaté que, dans le cas du procédé d'ECAE, les lignes d'écoulement de la matière sont arrondies. C'est ainsi que lors de mes travaux de thèse, une première approche théorique a été proposée décrivant au plus juste cette forme d'écoulement afin d'obtenir le chemin de déformation subi par le matériau lors des essais expérimentaux.

Ce nouveau modèle analytique, basé sur des lignes de courant traduisant la trajectoire suivie par un élément de matière traversant le dispositif, a été développé pour le cas d'étude : $\Phi=90^\circ$ (avec $\Psi=0^\circ$), voir Fig. 1. Il a permis d'obtenir l'expression de la déformation totale accumulée au sens de von Mises, dont les cas limites coïncident bien avec les formules précédentes. Il est le cœur de mon premier article qui a été cité plus de 220 fois à ce jour (source Google Scholar). Une collaboration avec le Dr. Baik de l'Institut of Materials Science and Technology de Clausthal (Allemagne) a permis la validation de cette approche par des calculs en éléments finis.

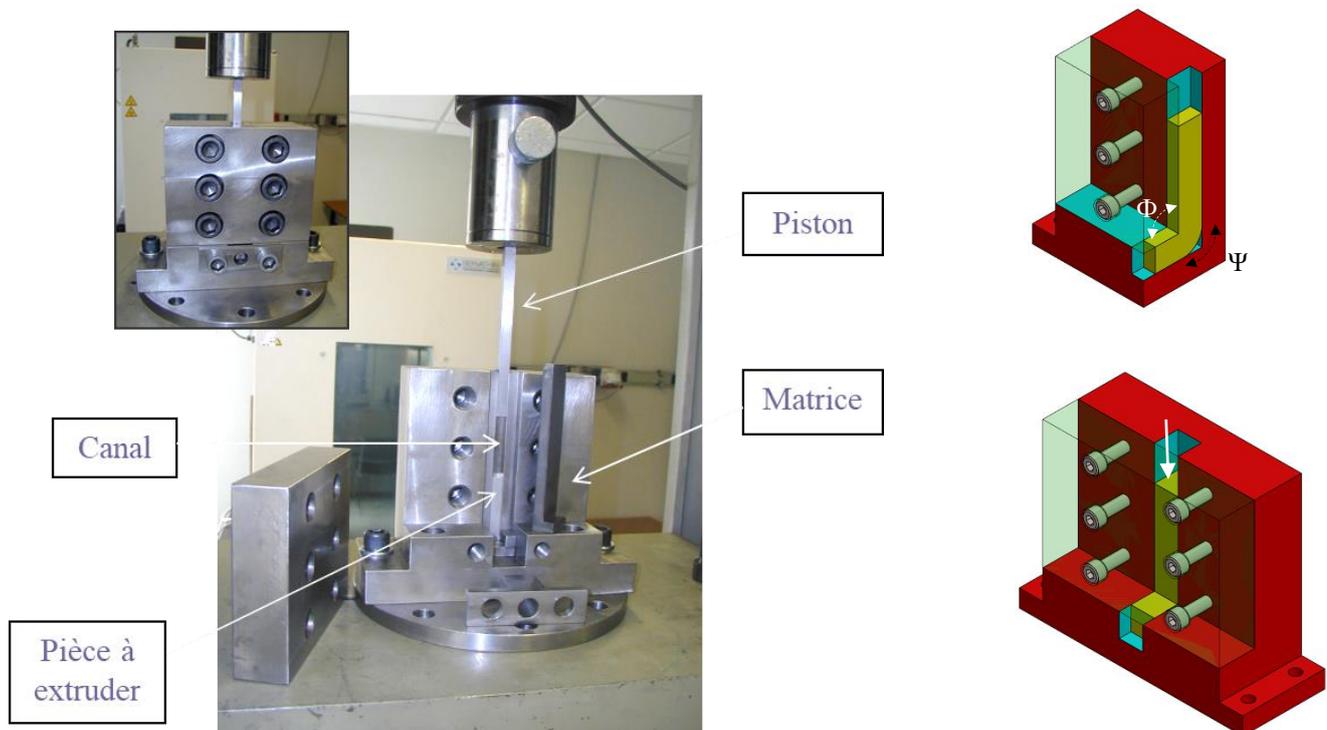


Figure 1 : Dispositif ECAE

Ce nouveau modèle pour $\Phi=90^\circ$ et celui inspiré des travaux de Segal, ont été utilisés pour l'étude de l'évolution des textures cristallographiques. Ils ont été intégrés dans deux codes de plasticité polycristalline basés sur des modèles de transitions d'échelle "micro-macro" (auto-cohérent et de Taylor) à l'aide d'une programmation en langage Fortran. Une première étude, basée sur du cisaillement simple, a permis l'obtention des positions idéales des composantes caractéristiques en ECAE. Par la suite, un travail en parallèle a été mené dans notre laboratoire au niveau expérimental pour permettre des comparaisons avec les simulations obtenues. Les matériaux testés étaient différents alliages de cuivre ainsi que de l'aluminium pur. Les meilleurs résultats de modélisation des textures ont été fournis par l'approche de lignes de courant incorporée dans le code auto-cohérent. Pour l'aluminium, des problèmes de recristallisation dynamique ont été soulevés ne permettant pas d'aussi bonnes simulations que pour les alliages de cuivre. Une collaboration, avec l'équipe du Professeur Skrotzki de l'Institut fuer Strukturphysik de Dresden (Allemagne) a abouti à l'étude du gradient de la texture¹.

L'écrouissage, paramètre important du comportement d'un matériau, se traduit par le durcissement d'un métal ou d'un alliage provenant de la déformation cristalline. L'approche par lignes d'écoulement, développée au début de ma thèse, a été utilisée par la suite dans un modèle de plasticité polycristalline basé sur les cellules de dislocations. Le matériau choisi pour décrire le phénomène d'écrouissage aux très grandes déformations était le cuivre. Des courbes d'écrouissage ont été obtenues de façon entièrement analytique à base de lois de comportement multi-échelle, ce qui semblait être le premier travail de ce type pour le procédé ECAE. Elles ont été comparées aux résultats expérimentaux. Les résultats encourageants nous avaient confortés dans la justesse de la modélisation de la déformation proposée et ont fait l'objet d'une publication dans un congrès international avec comité de lecture en 2005².

Début de carrière

En 2006, lors de mon recrutement, l'objectif principal de mes recherches était de poursuivre l'amélioration des procédés ECAP déjà existants au laboratoire pour pouvoir étudier des matériaux très durs. J'ai développé en collaboration avec mon collègue Laurent Faure un nouvel appareil dont l'inclinaison des deux canaux à 135° faisait l'originalité (Fig.2). D'après des études théoriques, cette configuration des canaux est prévue pour être très efficace dans le morcellement de la microstructure. L'objectif principal étant de découvrir les possibilités et les limites de la transformation de la matière par hyperdéformations pour améliorer ses propriétés mécaniques. Nous devons appliquer ces connaissances afin de déformer des matériaux particulièrement difficiles à déformer ; des matériaux tels que des alliages de titane, des aciers, du magnésium et même des intermétalliques. Les premiers matériaux à étudier devaient être des alliages de titane prévus pour des applications biomécaniques. Les pièces de prothèse étant très chères car leur tenue mécanique doit être très importante et elles doivent être biocompatibles. L'ajout de certains éléments afin de renforcer l'alliage est rendu impossible pour cause de biocompatibilité. Les grandes

¹ Publication n°15 de l'annexe du chapitre 1

² Publication n°21 de l'annexe du chapitre 1

déformations plastiques permettent quant à elles un durcissement supplémentaire sans modifications de l'alliage. Les aciers peuvent être également améliorés par hyperdéformation. Finalement, les matériaux fragiles, comme le magnésium et les intermétalliques (à des températures peu élevées) peuvent être déformés en ECAE sous l'action de la grande pression hydrostatique présente dans le procédé. C'est donc dans ce but que le nouveau dispositif ECAP à 135° a été conçu puis usiné à partir d'Inconel 718. Il est adaptable et nécessairement employable sur une machine de compression/traction. Il présente une grande nouveauté par rapport à nos précédents montages : il peut être utilisable jusqu'à une température de 500°C. Les premiers tests, de nombreux tests ont été effectués sur le cuivre et des alliages d'aluminium en l'installant sur la machine Zwick 20 tonnes du laboratoire.

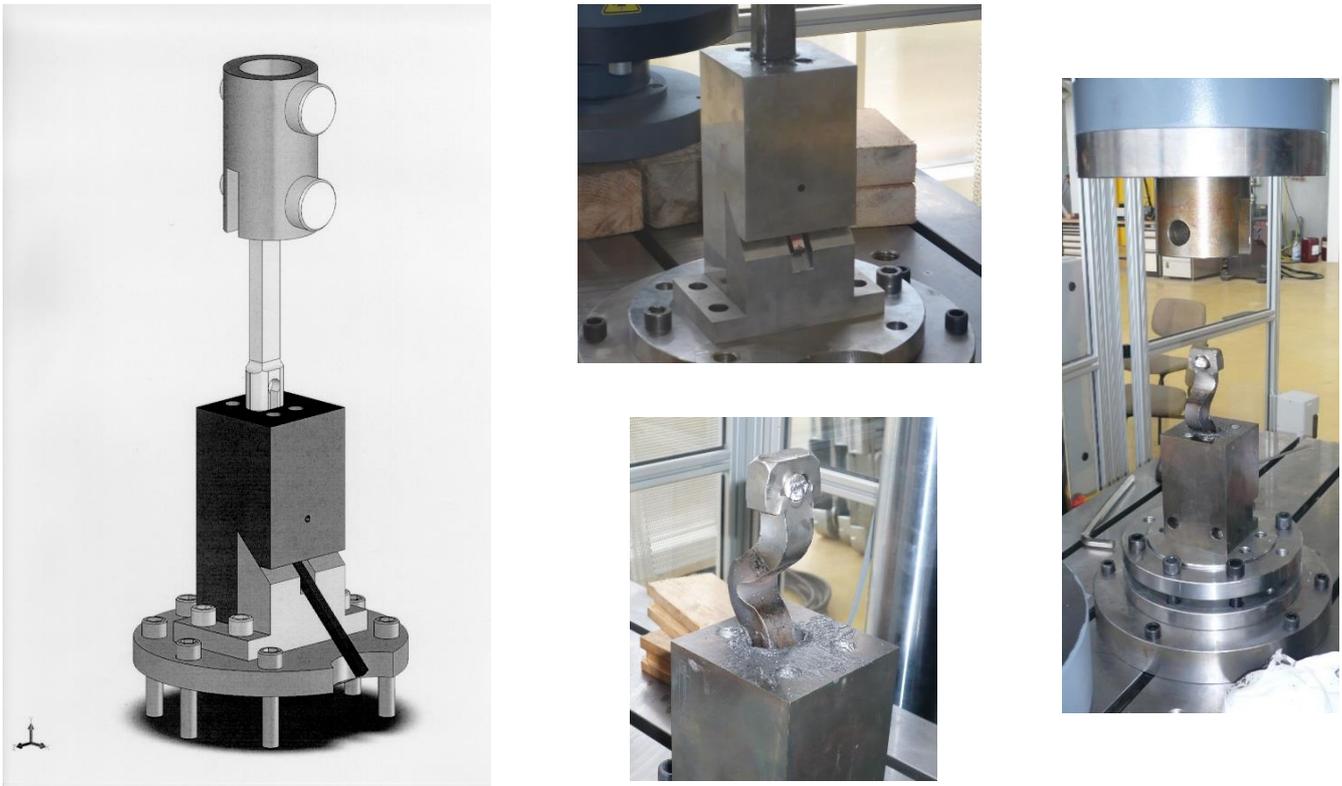


Figure 2 : ECAP 135°

Néanmoins, la réalisation de notre objectif principal premier d'extruder des alliages de titane n'est pas été possible sur cette machine de traction limitée à 20 tonnes car les charges nécessaires sont plus importantes pour ce type de matériaux. A la même période, l'arrivée d'une machine de traction/compression de 120 tonnes au CIRAM a été une solution possible à ce problème. Une interface a été préparée entre la presse et le dispositif ECAE pour pouvoir utiliser cette nouvelle presse de 120 tonnes. Des premiers tests eurent lieu en montrant rapidement les limites de notre dispositif. Les photos de la figure 2 montrent bien les difficultés d'extrusion entraînant le flambage du piston et la cassure de la goupille d'attache. Une réflexion de fond a donc été menée pour pallier tous ces problèmes expérimentaux et le remplacement des montages existants.

Comme pour les précédents dispositifs, il n'existe pas d'équipements préconçus sur le marché, nous les développons donc nous même de la conception à la réalisation. Une solution définitive à tous les problèmes rencontrés a été la création d'une plateforme ECAE indépendante qui a vu le jour en 2010 (Fig.3). Ses atouts majeurs d'utilisation par rapport aux montages précédents sont les suivants :

- Un gain de temps car il n'y a plus de montages/démontages sur des machines de traction-compression, le bâti étant fixe et en permanence relié au boîtier de commande,
- Un gain de capacité de la machine, les pistons étant contrôlés par des vérins hydrauliques pouvant produire jusqu'à 75 tonnes de poussée,
- Un contrôle par des capteurs de pression, la machine étant pilotée en débit,
- Un gain en autonomie ; en effet, si l'utilisateur maîtrise le boîtier des commandes, il n'a plus besoin d'être assisté par un technicien du laboratoire qui gère habituellement les machines de traction-compression,
- Une meilleure gestion de la planification des essais par rapport à la disponibilité de la plateforme qui ne sert qu'aux hyperdéformations.

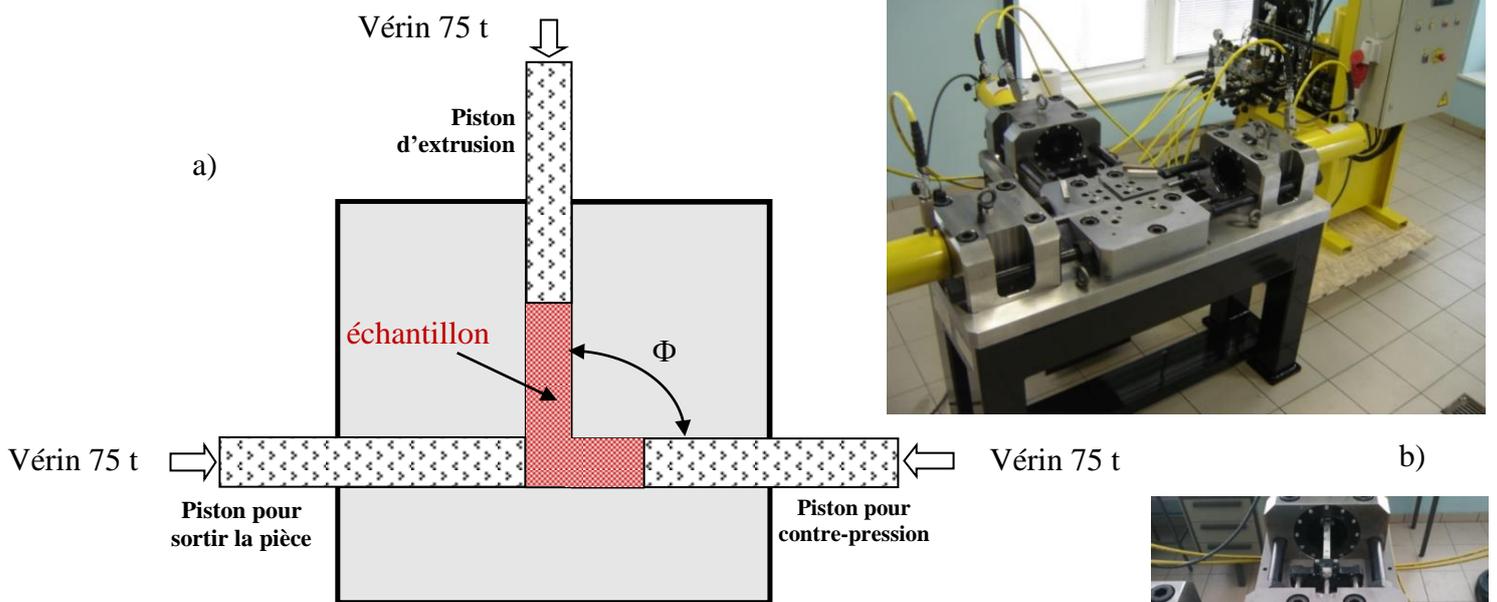


Figure 3 : Plateforme ECAP 3 axes
a) schéma de principe, b) photographies du dispositif

Cette nouvelle plateforme a été entièrement financée par un Contrat Plan Etat Région (CPER 2009-2014) et par la fédération GI2M (Génie Industriel, Mécanique et Matériaux) pour un coût total d'environ 80 000€ HT.

Par rapport aux précédents dispositifs, nous avons également fait le choix de produire des échantillons dont les dimensions sont bien plus importantes. Auparavant la section carrée était de 10 x 10 mm. Actuellement, nous déformons des parallélépipèdes de section 20 x 20 mm. La surface d'étude a donc été multipliée par 4. Ses nouvelles dimensions ont permis l'étude de matériaux beaucoup plus durs, par exemple parfois sous forme de sandwichs. Comme en 2011, pour un échantillon d'acier IF entouré de cuivre ou en 2017 lors des travaux de Master de Damien Touret lors d'une collaboration avec l'Institut PPrime de Poitiers où l'étude des mécanismes de base de propagation de fissures par fatigue dans les matériaux hyperdéformés avait été appliquée à de l'Inconel 625 (voir Fig.4).

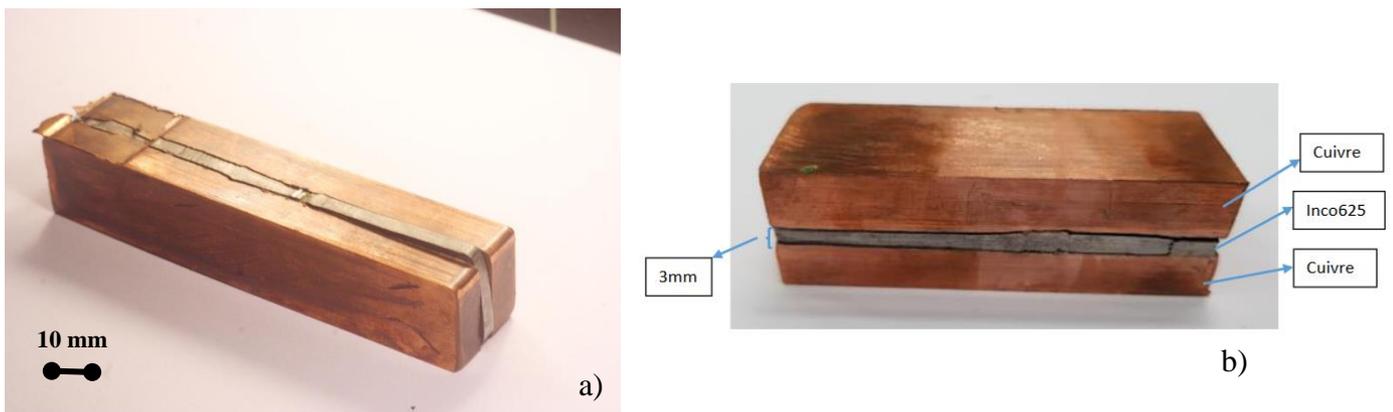


Figure 4 : Echantillons extrudés en sandwich entre deux couches du cuivre
a) Acier IF ; b) Inconel 625

Unique en son genre, ce dispositif horizontal (posé à plat) est composé de trois pistons, permettant une multitude d'extrusions différentes (routes ou chemin de déformation). Un nouveau type d'extrusion a été réalisé : l'extrusion en forme de T. Nous l'avons tout d'abord testé sur du cuivre lors du stage de Master de Salah Madjebour en 2012. L'intérêt du test est une déformation plus importante dans une passe. Par la suite, ceci a été démontré théoriquement par les travaux doctoraux d'Arman Hasani¹ qui ont donné lieu dernièrement à une publication sur de l'aluminium².

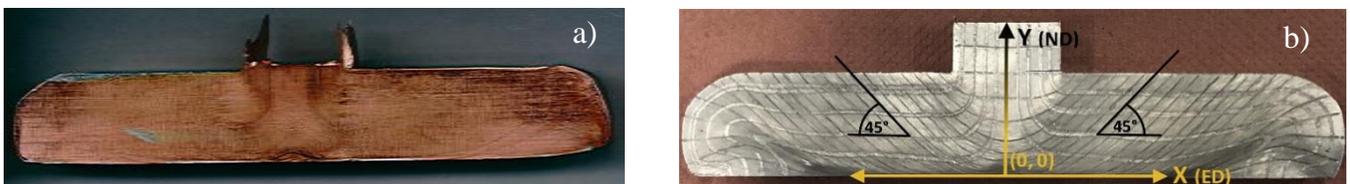


Figure 5 : Echantillons extrudés T-ECAP
a) Cuivre ; b) Aluminium²

¹ Thèse intitulée « Modélisation de lignes d'écoulement en extrusion angulaire à section constante et non constante » soutenue le 4 juin 2009

² « Deformation field and texture analysis in T-Ecap using a flow field », A. Hasani, M. Sepsi, S. Feyzi, L.S. Toth, Materials Characterization, Volume 173, 2021

En 2011, le dispositif a également été modifié pour effectuer des tests dans une configuration ECAE-modifiée ; la section de sortie a été réduite à moitié. Nous appelons ce test NECAE (Non-Equal Channel Angular Extrusion). L'intérêt du test est une déformation plus élevée (25% de plus par rapport à ECAE) et que le plan de cisaillement est plus proche à l'axe d'extrusion.

Durant la même période, nous avons beaucoup progressé dans le domaine de la modélisation du procédé ECAE par la technique de lignes de courant initialement présentée dans ma thèse. Une généralisation totale de la fonction a été effectuée dans le cadre du travail doctoral d'Arman Hasani. J'ai été particulièrement investi à ses côtés puisqu'il a repris la suite directe de mes travaux de thèse et j'ai entièrement traduit son manuscrit en langue française. Ses recherches ont porté sur deux nouveaux modèles de ligne d'écoulement : un nouveau « fan-modèle » (FM) et un « modèle de loi-puissance » généralisé (PLM). Le FM a été examiné sur les lignes d'écoulement expérimentalement obtenues par ECAE à 90° et 120° pour de l'aluminium. Quant au PLM, il est comparé aux champs d'écoulement obtenus à partir des simulations d'éléments finis. Dans ce cas, les effets de ses paramètres sur le taux maximum de déformation et la déformation équivalente de von Mises ont été analysés ainsi que les lignes d'écoulement expérimentales pour de l'aluminium en ECAE à 90° et 120°. Ces deux modèles ont été appliqués dans la simulation de texture cristallographique puis comparés avec des textures expérimentales pour du cuivre et de l'aluminium obtenus à partir d'essais ECAE à 135°. Enfin le procédé d'extrusion angulaire à canal non-égal (NECAE) comme nouveau procédé de SPD y a également été présentée et une nouvelle fonction de ligne d'écoulement a été proposée en tenant compte du changement de forme d'un élément de matière dans une matrice à 90°. En outre, le développement de la texture en NECAE a été simulé et comparé aux textures du procédé ECAE.

Vers l'industrialisation ?

Enfin, quelques années plus tard, un autre objectif très important a été poursuivi lors de la phase suivante de développement et d'amélioration du dispositif (présenté sur la figure 3) : la recherche des possibilités techniques, très attendues par le milieu industriel, permettant de rendre le procédé ECAE continu. Les retombées technologiques possibles sont multiples comme la production de tôles à propriétés mécaniques exceptionnelles, spécifiques à des applications prévues (par exemple dans le domaine automobile). D'octobre 2015 à mars 2020, j'ai participé à une ANR appelée PRASA (combinaison of Precipitation and grain Refinement for the Achievement of high Strength Aluminium alloys) dont l'un des objectifs était de développer et d'optimiser un nouveau procédé SPD et le proposer pour un transfert vers l'industrie. En effet, après plus de 20 années de recherche fondamentale soutenue, les hyperdéformations sont entrées dans une nouvelle ère de pré-industrialisation. De grands projets étaient financés par les principaux acteurs de l'industrie (par exemple, Boeing avait investi 1,5 M\$ sur l'industrialisation des procédés SPD). Notre projet portait sur les alliages d'aluminium qui jouent un rôle important dans l'industrie du transport. Dans l'aviation et l'industrie automobile, la demande est fortement contrôlée par l'économie d'énergie et l'émission de CO₂ pour des alliages à haute résistance pour concevoir des structures allégées. Ainsi

le développement, l'optimisation et la production de nouveaux alliages avec des propriétés améliorées est l'un des facteurs clés de la compétitivité de cette industrie, y compris la transformation des métaux ainsi que la production.

Ce projet de recherche était innovant car il proposait d'utiliser une nouvelle technique d'hyperdéformation combinée avec un traitement thermique pour stabiliser la structure granulaire nanométrique des alliages d'aluminium. Associés au GPM de Rouen (Xavier Sauvage, porteur et coordinateur du projet) et au SIMAP de Grenoble (Alexis Deschamps, partenaire), le groupe des chercheurs en hyperdéformation du LEM3 dont je fais partie avait pour tâche la conception, le développement et l'optimisation d'un nouveau procédé d'hyperdéformations pour la réalisation de structures à grains ultrafins sur notre machine ECAP- 3 axes. D'où d'importants travaux novateurs ont été menés sur un nouveau procédé de compression à haute pression, qui est un procédé efficace pour le raffinement de la microstructure. D'ailleurs, l'essai légèrement différent du procédé High Pressure Shearing (HPS), impose une déformation importante en compression, et pas seulement un cisaillement important. Pour cette raison, le procédé inspiré du HPS et développé dans notre équipe a été appelé High Pressure Compressive Shearing (HPCS), voir Fig.6.

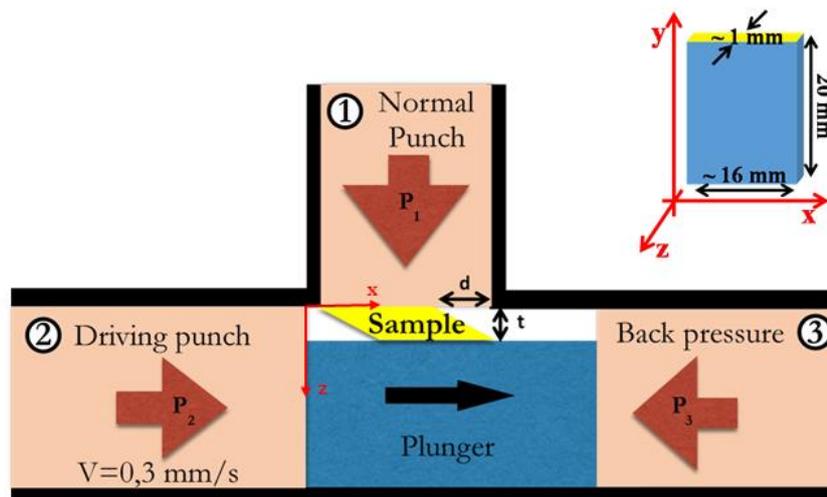


Figure 6 : Schéma de principe du procédé HPCS

Les dimensions des échantillons sont les suivantes : 16 mm x 20 mm pour une épaisseur de 1 mm. Des tests concluants ont été réalisés sur de l'aluminium 1050 (commerciallement pur) et de l'aluminium 7449 (à durcissement structural) hyperdéformés par HPCS. La seconde étude d'échantillons déformés a subi ensuite des traitements de vieillissement à basse température pour être comparée aux études menées par Amandine Duchaussoy, doctorante sur le projet de l'ANR PRASA. Les échantillons d'aluminium ont pu être déformés sans difficulté, jusqu'à des déformations extrêmes, en alternant la direction du cisaillement. La déformation en une passe est de l'ordre d'un cisaillement de 5.

Par la suite, une autre étude (indépendante de l'ANR PRASA) a été menée pour le procédé HPCS sur de l'acier ARMCO®. Avec la configuration récemment proposée du procédé, des courbes de contrainte-déformation ont pu être obtenues, dont l'analyse théorique a été développée et publiée dans Materials Characterization¹. Cet article démontre les mesures in situ des relations contrainte-déformation dans l'acier ARMCO® soumis au HPCS à température ambiante jusqu'à une déformation équivalente de 33,3. Les caractéristiques d'écroutissage, la texture et la microstructure ont été analysées. Nos mesures de texture et de microstructure ont confirmé les grandes déformations, comme le montre la figure 7.

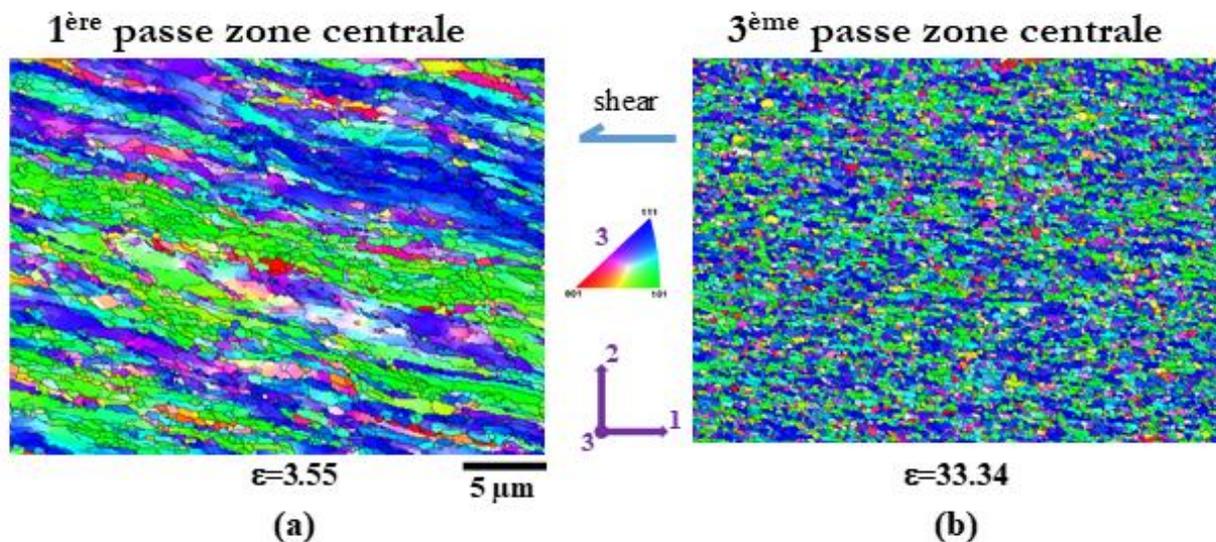


Figure 7 : Cartographie des grains en zone centrale d'échantillon d'acier ARMCO® déformé par HPCS
a) après une passe ; b) après trois passes

La zone centrale est uniquement présentée car la déformation est homogène dans tout l'échantillon et les parties supérieure ou inférieure sont identiques à celle-ci. Après trois passes, la taille des grains a été divisée par 170, passant d'une taille moyenne initiale de 31 μm à une taille de 180 nm.

Notons qu'il est également possible de modifier le chemin de déformation entre les passes en faisant tourner l'échantillon autour de la direction de cisaillement ou du plan normal. Ainsi, à l'instar de l'ECAP, il est possible d'établir différentes routes.

Il semble cependant que l'adaptation du HPCS en un procédé continu présente des difficultés techniques majeures, aussi un autre procédé a été inventé par l'équipe du projet ANR PRASA de Metz : le "FALEP" (Friction Assisted Lateral Extrusion Process), voir Fig.8.

¹ « The mechanics of high pressure compressive shearing with applications to ARMCO® steel », Laszlo S. Toth, Viet Q. Vu, Satyaveer Singh Dhinwal, Yajun Zhao, Roxane Massion, Cai Chen, Casey F. Davis, Terry Lowe, Materials Characterization, 2019, 154, 127-137

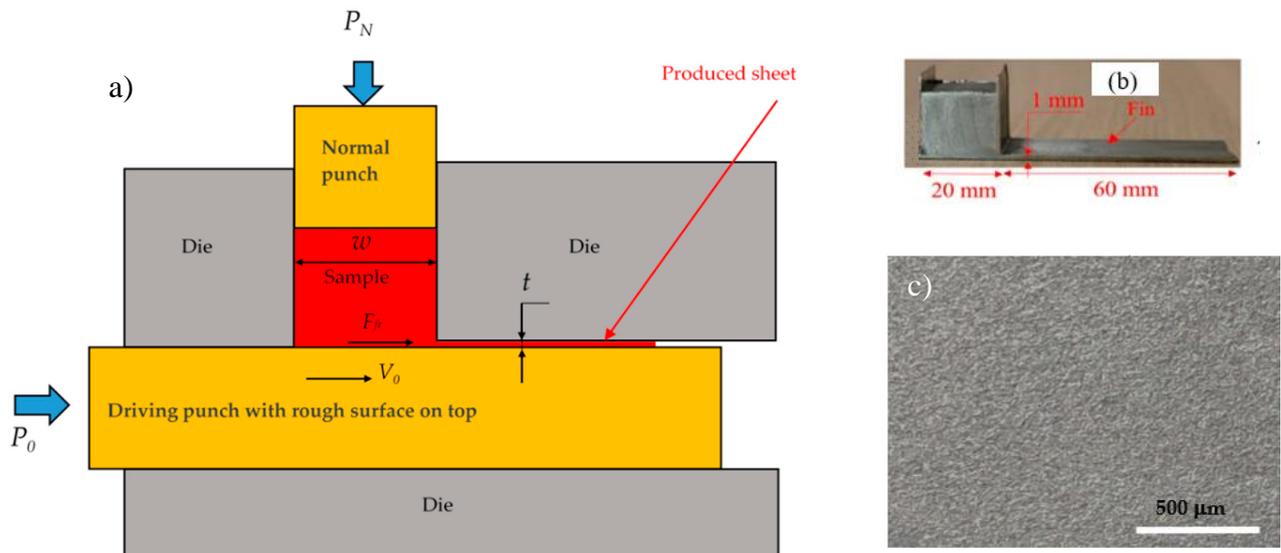


Figure 8 : Procédé FALEP ²

- a) Schéma de principe du procédé FALEP, b) échantillon d'Al-1050 partiellement extrudé, c) micrographie optique de la surface inférieure de l'échantillon extrudé

Les premières expériences en FALEP ont été réalisées sur la machine ECAP - 3 axes, tandis qu'une autre machine (sheet-ECAP) était en cours de modification pour rendre ce procédé continu. A noter qu'il ne suffit que d'une seule et unique passe en FALEP pour atteindre la taille limite de raffinement du grain. Le procédé FALEP part d'une barre d'aluminium et la transforme en une feuille de 1 mm d'épaisseur avec une structure de grains ultrafins, présentant une texture de cisaillement (Fig.8 b,c). Une proposition de brevet a été déposée en 2018 sur le procédé FALEP. L'étude complète de ce procédé a été développée lors de la thèse de Viet Quoc Vu¹ dirigé par le Professeur Laszlo Toth dont j'ai fait partie du jury en tant qu'examinatrice. Un récent article² a été publié dans « Materials ».

¹ Thèse intitulée « New severe plastic deformation processes to obtain sheet products from bulk metals » soutenue le 28 août 2020

² « Microstructures, Texture and Mechanical Properties in Aluminium Produced by Friction-Assisted Lateral Extrusion », V.Q. Vu, L.S. Toth, Y. Beygelzimmer, Y. Zhao, Materials, 2021, 14, 2465

2.3.2 Hyperdéformations des matériaux massifs en HPTT

Développement et amélioration d'un nouveau procédé

Lors de la thèse de Mandana Arzaghi ¹ que j'ai co-dirigée avec le Professeur Laszlo Toth, nous avons développé une nouvelle technique d'hyperdéformations nommée High Pressure Tube Twisting (HPTT). Ce nouveau procédé de déformation plastique sévère performant a été proposé pour la première fois en 2009 lors d'une publication dans Scripta Materialia de Toth et al ². Depuis, il a été appliqué avec succès sur différents matériaux métalliques et les résultats ont été présentés dans plusieurs articles et travaux de thèse. L'objectif de ce paragraphe est donc de faire une synthèse des principales avancées obtenues en HPTT sur lesquelles j'ai collaborées depuis un peu plus d'une décennie.

High Pressure Tube Twisting est une technique de SPD basée sur du cisaillement simple, tout comme l'ECAP présenté dans le paragraphe précédent. Le procédé HPTT est une variante du procédé HPT (High Pressure Torsion). Au lieu de déformer un disque, c'est un échantillon de géométrie tubulaire (tube à paroi mince) qui est soumis à de très grandes déformations plastiques pour permettre l'affinement des grains lors d'un unique essai afin de produire des matériaux massifs structurés à grains ultrafins (UFG) et très résistants. Dans cette partie, je vais apporter au lecteur un aperçu des aspects techniques et théoriques du procédé HPTT mais également j'aborderai l'évolution des microstructures et des textures résultant du HPTT. Puis j'examinerai l'évolution de la résistance par des essais de dureté, les caractéristiques microstructurales (comme la taille des grains) et les textures cristallographiques. Ces recherches, résultant entièrement des deux thèses que j'ai co-encadrées (Mandana Arzaghi et Arnaud Pougis), ont permis une avancée notable dans ce domaine des SDP. La plupart des figures présentées dans cette partie sont extraites de leurs manuscrits.

Le principe de départ du procédé HPTT, schématiquement présenté sur la figure 8 était le suivant : l'échantillon (un tube) était enserré entre une matrice (disque rigide) et un axe (mandrin central) sur lequel était appliqué ensuite une compression axiale. Cette dernière, impliquant une légère expansion dans la direction radiale, engendre une pression hydrostatique qui assure une force de frottement suffisante pour que le tube reste solidaire du mandrin et de disque. L'axe est fixe et la matrice est entraînée en rotation. Par conséquent, le tube subit une déformation plastique par cisaillement dont la valeur dépend de l'angle de rotation et des dimensions radiales du tube.

Les caractéristiques obtenues étaient les suivantes : le tube était légèrement plus long dans l'épaisseur du disque et comprimé plastiquement à l'aide de deux disques et des vis appropriées avant l'application de la force axiale (voir Fig.9). En raison de cette compression, il y avait un écoulement de la matière du tube comme montré sur la figure 10 (après HPTT), tout autour des extrémités supérieure et inférieure du tube. Le but de cette opération étant double :

¹ Thèse intitulée « Nouveau procédé d'hyperdéformation pour les tubes » soutenue le 2 décembre 2010

² Publication n°13 de l'annexe du chapitre 1

- le tube était parfaitement contraint,
- les "oreilles" produites de cette façon contenaient l'échantillon dans un volume constant et assuraient un gradient important par pression hydrostatique dans les oreilles.

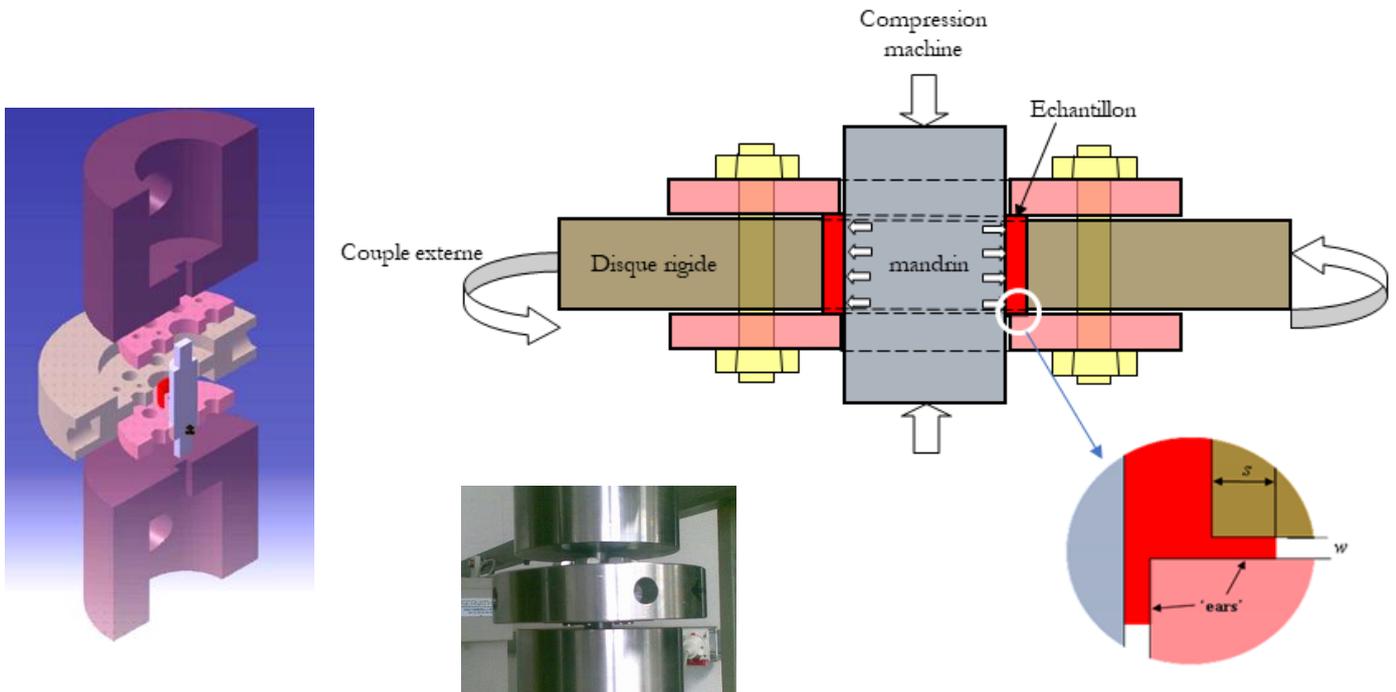


Figure 9 : Schéma du test HPTT sous pression hydrostatique. La partie encadrée montre l'écoulement de la matière dans l'échantillon et est appelée "oreille" ou "ears" en anglais



Figure 10 : Echantillon HPTT avant et après déformation

Un montage « maison » fondé sur ce principe a été développé en interne au début de la thèse de Mandana Arzaghi. Il a été installé sur une machine de traction Zwick et a permis de réaliser des premiers essais concluants sur des tubes d'aluminium commercialement pur et du cuivre commercialement pur (Fig.11). La déformation de l'échantillon d'aluminium a été observée dans toute l'épaisseur (même si elle n'était pas complètement homogène) quant au cuivre, il n'a été que partiellement déformé près de la surface intérieure.

Ces premiers résultats très encourageants nous ont poussés à poursuivre cette exploration expérimentale.

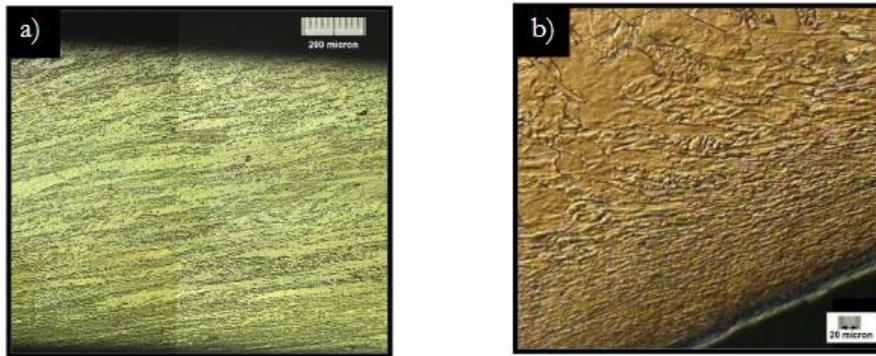


Figure 11 : Micrographies de tubes hyperdéformés en HPTT
 a) Aluminium commercialement pur ; b) Cuivre commercialement pur

Tout l'intérêt de ce nouveau procédé était de comprendre théoriquement ce qui pouvait se passer sur l'échantillon. Il est à noter que pendant la torsion, le mode de déformation est localement du cisaillement simple où le plan de cisaillement est normal à la direction radiale du tube et la direction de cisaillement est parallèle au rayon du disque. Pour un tube à parois minces, la quantité de cisaillement pouvait être estimée à partir de la géométrie comme suit :

$$\gamma = \frac{r_0 \beta}{t} \quad [1]$$

où r_0 est le rayon moyen du tube, β est l'angle de la torsion et t est l'épaisseur du tube.

Par exemple, pour une géométrie où $r_0 = 10$ mm et $t = 1$ mm, une rotation de 360° donne $\gamma \approx 63$. C'est une déformation extrêmement grande qui peut mener à un processus de raffinement du grain très efficace. La déformation, en principe, est illimitée, car la torsion peut être augmentée indéfiniment en supposant qu'il n'y ait aucun glissement entre l'échantillon et le mandrin. Dans ce cas, le procédé est semblable à celui de HPT, cependant, l'échantillon peut être beaucoup plus grand. Ses dimensions sont seulement limitées par la capacité de la machine de compression et le couple de torsion requis. La géométrie des échantillons est également très intéressante dans le cas du HPTT car les tubes sont très fréquemment utilisés dans des applications pratiques. Les hyperdéformations mènent à des tailles de grains submicroniques ou presque nanométriques permettant ainsi le durcissement du matériau. Des matériaux plus performants permettent de diminuer l'épaisseur du tube (sous conditions de charge équivalentes) menant à la réduction significative de la matière utilisée et du poids de la structure.

La contrainte hydrostatique obtenue par la compression des jeux du mandrin joue un rôle central dans notre nouveau procédé HPTT. Son importance peut être estimée à partir des "oreilles" formées au-dessus et en dessous de la surface du tube (voir sur la figure 9).

En supposant que la force de frottement τ_f est égale à la contrainte d'écoulement de la matière en cisaillement (loi de Tresca) et en employant la méthode des tranches en plasticité, la formule suivante peut être obtenue pour la pression hydrostatique p dans l'échantillon :

$$p = 2\tau_f \frac{s}{w} \quad [2]$$

Ici s est la longueur de l'oreille et w est son épaisseur. Dans nos premières expériences, nous avons mesuré les valeurs suivantes pour la torsion de tube de cuivre pur : $s \approx 0,5$ mm et $t \approx 0,1$ mm. Ainsi, pour un matériau qui durcit jusqu'à $\tau_f = 200$ MPa, la pression hydrostatique estimée peut atteindre $p \approx 2$ GPa. Cette pression est assez grande pour produire une force de frottement nécessaire pour la torsion du tube. Néanmoins, pour augmenter le frottement, les surfaces intérieure et extérieure du tube, tout comme les autres surfaces en contact avec ces dernières pendant l'essai, ont été sablées avant le test.

Dans les premiers essais, des tubes de cuivre et d'aluminium "commercialement" pur (Al 1050) ont été examinés (Fig.11). Pour les deux cas, le diamètre intérieur des tubes était de 20 mm, l'épaisseur de la paroi était 1 mm et la hauteur des échantillons était de 11 mm. La force de compression appliquée sur le mandrin était de 200 kN. Le couple de torsion T a été appliqué manuellement avec l'aide de deux barres intégrées au disque principal et sa valeur n'a pas été mesurée. Néanmoins, celle-ci peut être calculée à partir la géométrie et la contrainte d'écoulement en cisaillement de la matière. Par exemple, pour $\tau_f = 200$ MPa, T égal à 1256 Nm. C'est une valeur typique pour le cuivre pur fortement déformé. Pour l'aluminium, le couple est beaucoup moins important, de sorte que l'essai a pu être plus facilement réaliser à la main. La figure 11a) montre une image métallographique de l'échantillon d'aluminium déformé. Comme on peut le voir sur la structure déformée des grains, la déformation plastique s'est entièrement étendue à toute l'épaisseur du tube d'aluminium. L'angle de torsion était de 30° dans cette expérience après quoi l'essai a dû être arrêté en raison de la limite atteinte pour le couple appliqué manuellement. La déformation en cisaillement obtenue à partir de l'équation 1 (en supposant le cisaillement uniforme) est $\gamma \approx 6$. Cependant, comme on peut le voir sur la figure 11 a), la déformation en cisaillement n'est pas uniforme. Afin de mesurer le gradient de déformation obtenu dans le tube, la déformation en cisaillement a été mesurée en fonction de la distance à la surface intérieure du tube. La structure du grain initial était globulaire avec une taille de grain moyenne d'environ $50 \mu\text{m}$. Après le cisaillement, les grains sont devenus de forme ellipsoïdale et la déformation en cisaillement a pu être obtenue comme suit en mesurant à partir des axes d'inclinaison des grains par rapport au système de référence du cisaillement simple. La déformation de cisaillement imposée a pu être obtenue à partir de l'orientation de l'axe principal de l'ellipse par rapport à la direction de cisaillement, comme le montre la figure 12.

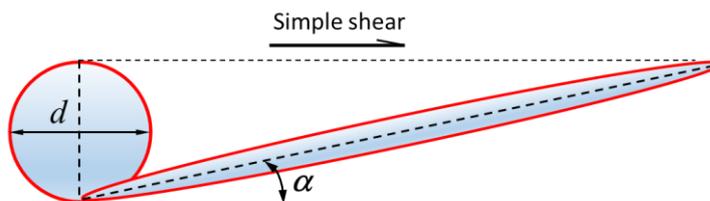
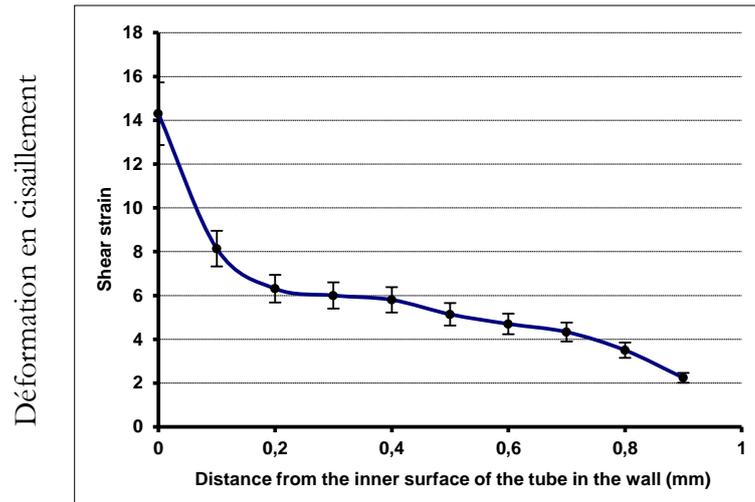


Figure 12 : Schéma de déformation d'un grain par cisaillement simple

La relation suivante a pu être utilisée à cette fin :

$$\gamma = \frac{2}{\tan(2\alpha)} \quad [3]$$

L'angle α a pu être aisément mesuré à partir des micrographies car la déformation en cisaillement est grande, ainsi α est bien en accord avec l'orientation des inclusions formées par les joints des grains, voir Fig. 11. La déformation en cisaillement ainsi obtenue est tracée sur la figure 13 en fonction de la position par rapport à la paroi du tube.



Distance de la surface interne du tube à la paroi

Figure 13 : Variation de la déformation en cisaillement dans un tube d'aluminium déformé en HPTT

Comme on peut le voir sur le graphe de la figure 13, la déformation en cisaillement varie de $\gamma = 14$ sur la surface interne à $\gamma = 2$ sur la surface externe. La valeur moyenne est d'environ 6 ce qui est conforme aux résultats calculés précédemment pour un cisaillement uniforme. Il reste une autre condition qui doit être accomplie, c'est la validation entre la rotation β du disque externe et la distribution de déformation en cisaillement dans le tube. À partir des bases de la cinématique, on peut obtenir la relation suivante :

$$\beta = \int_{r_1}^{r_2} \frac{\gamma(r)}{r} dr \quad [4]$$

Ici r_1 et r_2 sont respectivement les rayons intérieur et extérieur du tube. En fait, l'intégration de la déformation en cisaillement présentée sur la figure 11 est en accord avec l'angle appliqué de 30° de rotation. Cet accord signifie également qu'il n'y a eu aucun glissement entre le tube et le dispositif d'essai.

En fait, la déformation en cisaillement ne doit pas être constante dans la paroi du tube. Bien que conditions aux limites pour les déplacements qui sont appliqués sur les surfaces intérieure et extérieure correspondent bien au cisaillement simple (pour un tube à parois minces), cela ne signifie pas que le cisaillement doit être constant dans la zone plastique déformée. Le cisaillement pourrait même être concentré dans une seule zone, dans une bande de cisaillement. De telles instabilités

peuvent se développer selon les conditions de la géométrie de l'essai mais également selon le comportement du matériau.

Le gradient de déformation obtenu dans l'échantillon d'aluminium conduit à un gradient des propriétés du matériau dans l'épaisseur de tube. Néanmoins, comme la déformation en cisaillement est pratiquement illimitée (avec un outil approprié), les propriétés des matériaux pourraient être homogénéisées de sorte qu'elles correspondent à un état où la saturation se produit en hyperdéformations.

Une tentative a été également faite d'appliquer le procédé HPTT sur un tube de cuivre "commercialement" pur. Pour le cuivre, cependant, notre premier dispositif expérimental n'était pas totalement approprié car un glissement s'est produit entre le mandrin et le tube. Néanmoins, la couche intérieure de la surface a été fortement déformée d'environ 170 μm d'épaisseur, voir fig.11b).

Ces premiers résultats nous ont encouragés à continuer dans cette voie de développement. Mais le couple étant appliqué à la force des biceps dans le prototype initial, le niveau de pression hydrostatique a rapidement atteint ses limites pour ce type d'essai. Une nouvelle conception a donc été réalisée, où la force axiale était directement appliquée sur la paroi de l'échantillon (Fig. 14) pour développer des installations expérimentales appropriées à la déformation des matériaux plus durs.

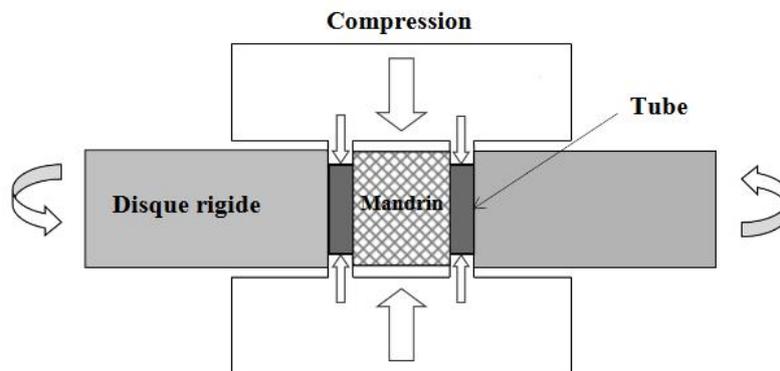


Figure 14 : Schéma de la seconde version développée du test HPTT

Dans cette deuxième version, l'application directe de la compression sur le tube a permis de diminuer considérablement la force nécessaire tout en assurant la même pression hydrostatique qu'auparavant. Cependant, la zone de contact étant réduite avec des coins pointus, une concentration de contraintes a été engendrée et ce qui a entraîné une rupture de la partie au niveau de la fixation du mandrin sur la partie supérieure ou inférieure. Même si un certain nombre d'essais ont été réalisés avec succès sur de l'aluminium commercialement pur, cette configuration a été rapidement été abandonnée du fait de la casse récurrente de l'outillage.

A la fin de la thèse de Mandana Arzaghi, un troisième montage a été proposé pour pallier les inconvénients constatés sur les deux premiers. Jusque-là, la valeur réelle du couple appliquée n'était pas connue car la rotation du disque rigide avait été faite manuellement, sans mesures. Le nouveau dispositif, Fig. 15, a été repensé pour qu'il puisse être monté sur une machine d'essais dynamiques, déjà existante dans notre laboratoire. Ainsi, cette dernière étant équipée à la fois d'un module de compression mais également de torsion, toutes les quantités mesurables pouvaient permettre le suivi exact d'un test. A noter que ses capacités étaient limitées à 1500 Nm de couple, 100 kN en compression et 90° en rotation.

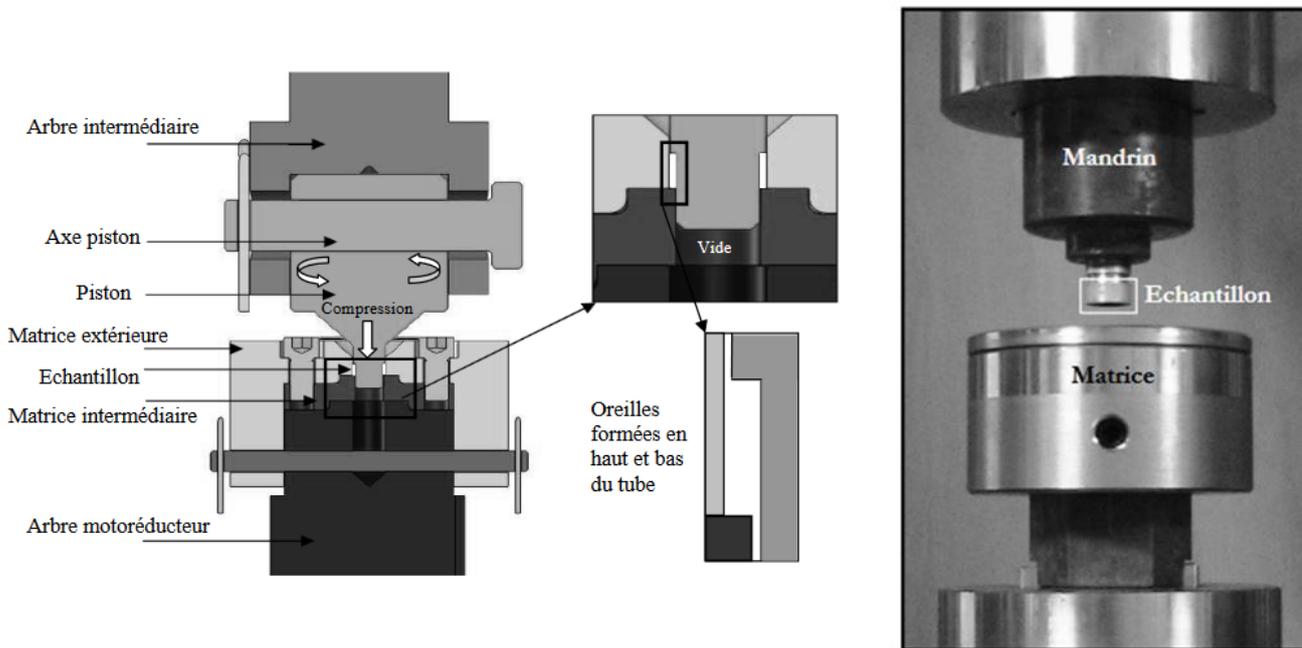


Figure 15 : Schéma et photo du troisième dispositif HPTT avec échantillon tubulaire sur le mandrin

La différence majeure de cette conception était que le mandrin n'était plus une partie distincte des deux matrices mais il était inclus dans le prolongement de la matrice supérieure. Cette modification essentielle devait retarder la défaillance de l'outillage. A noter que maintenant le tube à étudier était parfaitement contraint par deux mandrins : un interne et un externe. Des premiers tests de petites rotations sur de l'aluminium commercialement pur ont été réalisés avec succès. Par la suite, pour de plus grandes rotations, il a été constaté une rapide augmentation du couple qui nous a fait stopper les essais. Ce dernier transmis au mandrin central était supérieur à sa résistance à la rupture car il a été transmis par les surfaces tranchantes. De plus, la machine de compression sur laquelle était positionné le montage ne disposant pas de régulation de la force axiale, celle-ci se faisant manuellement, des variations de l'ordre 300 Mpa ont été observées pour une pression visée de 1 GPa pendant l'essai. L'entraînement en rotation de l'échantillon étant directement lié à la pression hydrostatique appliquée, il est très important de contrôler ce paramètre pour éviter le glissement.

Une ANR pour poursuivre

Par la suite, une analyse fine et critique des précédents montages a donc été menée au début de la thèse d'Arnaud Pougis pour améliorer les performances (et capacités) de l'existant afin de conduire à la conception du dispositif final de notre machine HPTT actuelle, toujours en fonction dans cette dernière configuration. La recherche de solutions technologiques devait prendre en compte les différents points bloquants soulevés précédemment mais également l'inconvénient de montage/démontage sur une machine de traction (le dispositif devait être intégré dans une machine globale dédiée au procédé). De plus, la machine de traction/compression standard avec un module de torsion associé étant limitée à une rotation de 90° , il était souhaitable que le nouveau montage offre une possibilité de rotation théoriquement infinie.

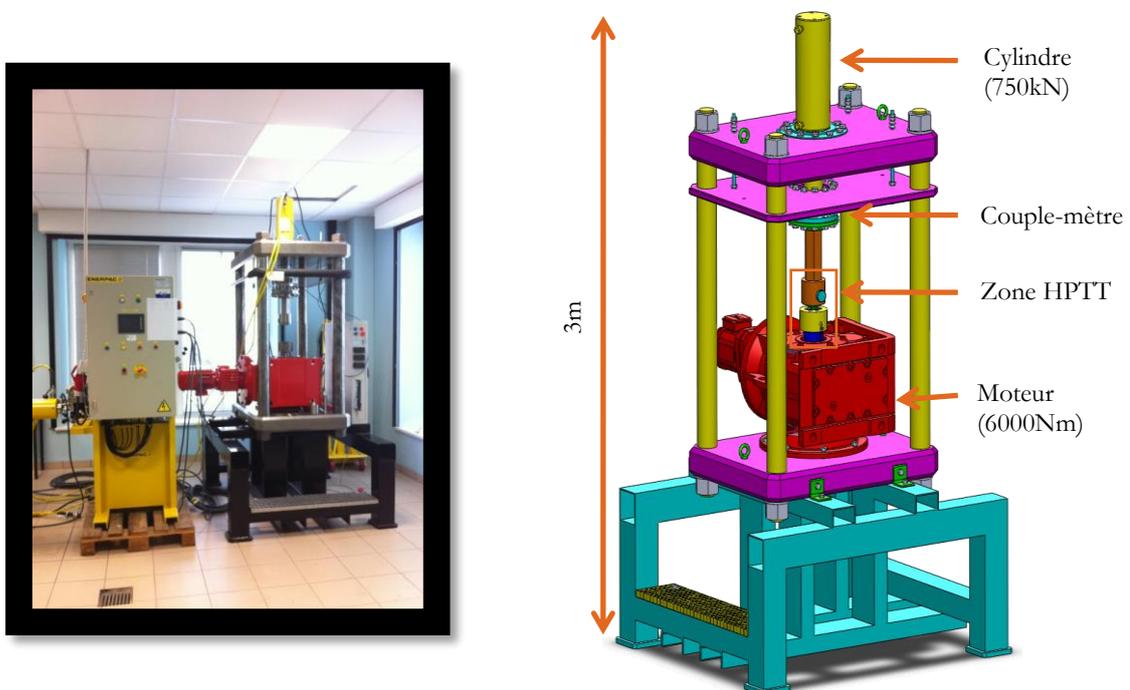


Figure 16 : Photo et schéma du montage HPTT actuel, installé sur la plateforme hyperdéformations

L'ANR « Hypertubes » avait pour objectif de découvrir les potentiels de ce nouveau procédé et d'essayer de proposer des applications industrielles. Dans ce but, il nous a fallu construire un appareil motorisé capable de déformer des échantillons à dimensions convenables pour les tests mécaniques et des études microstructurales. Des études théoriques ont complété nos recherches pour mieux comprendre et mieux maîtriser les paramètres du process.

En 2012, un équipement indépendant a vu le jour au sein du LEM3 avec les capacités nécessaires pour déformer différentes classes de matériaux, voir la photo de la figure 16. La force de compression est obtenue par l'intermédiaire d'un système hydraulique, capable de fournir une pression allant jusqu'à 750 kN. La torsion est appliquée par un moteur qui peut transmettre un couple maximum de 6000 Nm sur le mandrin externe. Cette capacité de la machine permet

d'imposer de grandes déformations aux échantillons métalliques tubulaires ayant des dimensions approximatives de 20/18 mm respectivement sur les diamètres externe et interne et une longueur d'environ 15 mm. La limitation de la longueur provient de la capacité limitée du mandrin interne en termes de couple. En effet, tout le couple externe est utilisé pour la torsion de la section transversale du mandrin interne, qui peut se casser si la charge est trop élevée.

De l'égalité du couple externe et du couple interne (produit par le mandrin), on obtient la limitation suivante du rapport longueur (L) / rayon interne (r) du tube :

$$\frac{L}{r} \leq \frac{1}{4} \frac{\tau_0^m}{\tau_0^t} \quad [5]$$

ici τ_0^m est la contrainte de cisaillement du mandrin et τ_0^t est la contrainte de cisaillement maximale du tube pendant la déformation

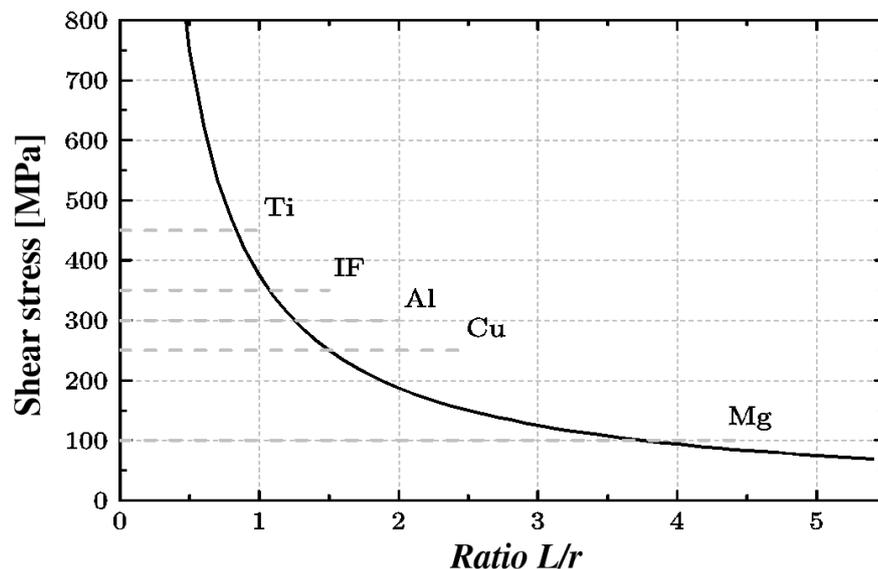


Figure 17 : Limitation de la longueur de tube maximale en HPTT pour différents matériaux avec un mandrin dont la limite d'élasticité est de 2000MPa

Le matériau du mandrin utilisé dans notre équipement est un acier 45NCD16, dont la limite d'élasticité se situe entre 1800 et 2000 MPa après traitement thermique. La figure 17 montre le rapport longueur du tube/rayon limite pour différents matériaux pour ce type de matériau de mandrin. Par exemple, pour l'acier IF, un rapport de 1,0 est nécessaire pour éviter la rupture du mandrin, tandis que pour les tubes en Mg, les tubes peuvent être plus de quatre fois plus longs que leur rayon interne.

Au cours du processus, certaines protubérances sont nécessairement formées (indiquées sur la figure 18b). Elles sont importantes pour contraindre complètement le tube, de sorte que les instabilités de déformation sont supprimées et que la fissuration est éliminée grâce à l'accumulation de contraintes hydrostatiques élevées. La vitesse de rotation habituelle du mandrin externe pendant le traitement est d'environ $0,5^\circ \text{ s}^{-1}$. Les essais sont réalisés à température ambiante. L'équipement

est piloté par ordinateur, les données sont collectées numériquement (couple, angle de torsion, contrainte axiale, déformation axiale). Une déformation axiale faible, mais non négligeable, se développe pendant l'essai, de sorte que la hauteur du tube diminue légèrement pendant le test HPTT. Cet effet est dû à l'écoulement du matériau via les protubérances, et similaire à la réduction de l'épaisseur du disque pendant le HPT.

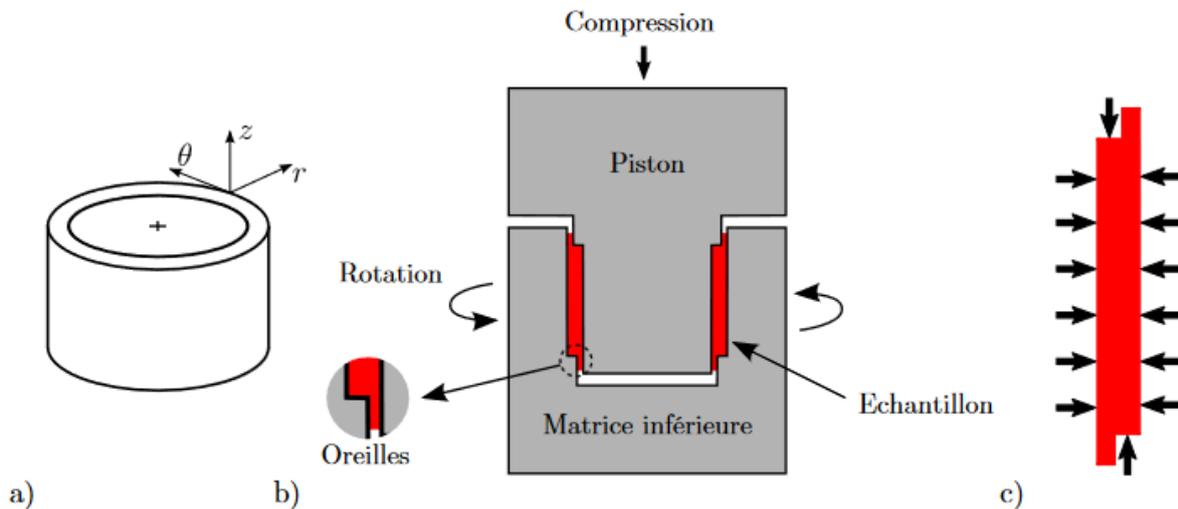


Figure 18 : Schéma de principe de la version actuelle du test HPTT
a) forme initiale du tube, b) procédé HPTT, c) pression s'exerçant sur une section du tube

Au cours de la dernière décennie, la technique HPTT a été appliquée avec succès sur différents matériaux (aluminium et ses alliages, cuivre, laiton, acier IF, magnésium) sur la plateforme hyperdéformations du LEM3 et s'est avérée très efficace dans le processus de raffinement du grain conduisant à des structures UFG. Dans la suite de ce chapitre, je ne vais mettre en avant et analyser que quelques exemples en lien avec les thèses de Mandana Arzaghi et Arnaud Pougis. L'article 3 de l'annexe des publications du chapitre 1 présente une synthèse globale de toutes ces études.

Comme présenté sur la figure 11, le premier matériau totalement déformé en HPTT était de l'aluminium commercialement pur lors de la thèse de Mandana Arzaghi. Ce travail a été complété et approfondi par les essais réalisés sur ce même matériau par Cai Chen¹ présentés sur la figure 19 (son doctorat a été réalisée au LEM3 sous la direction de L.S. Toth). Les microstructures et les textures ont été étudiés sur trois zones de l'échantillon : la surface extérieure, le centre et la surface intérieure pour permettre des comparaisons par rapport à la déformation appliquée sur chaque zone. La figure 19 montre des cartes d'orientation EBSD d'échantillons d'aluminium commercialement pur (AA1050) déformés par rotation de 60°, 120° et 180° dans le procédé HPTT, avec des déformations de cisaillement moyennes correspondantes de 8, 16 et 24, respectivement. Les cartes présentées ont été mesurées dans la section transversale du tube (plan normal : ND), voir Fig 20.

¹ Thèse intitulée « Textures et microstructures dans l'aluminium, le cuivre et le magnésium après hyperdéformation » soutenue le 17 juin 2016

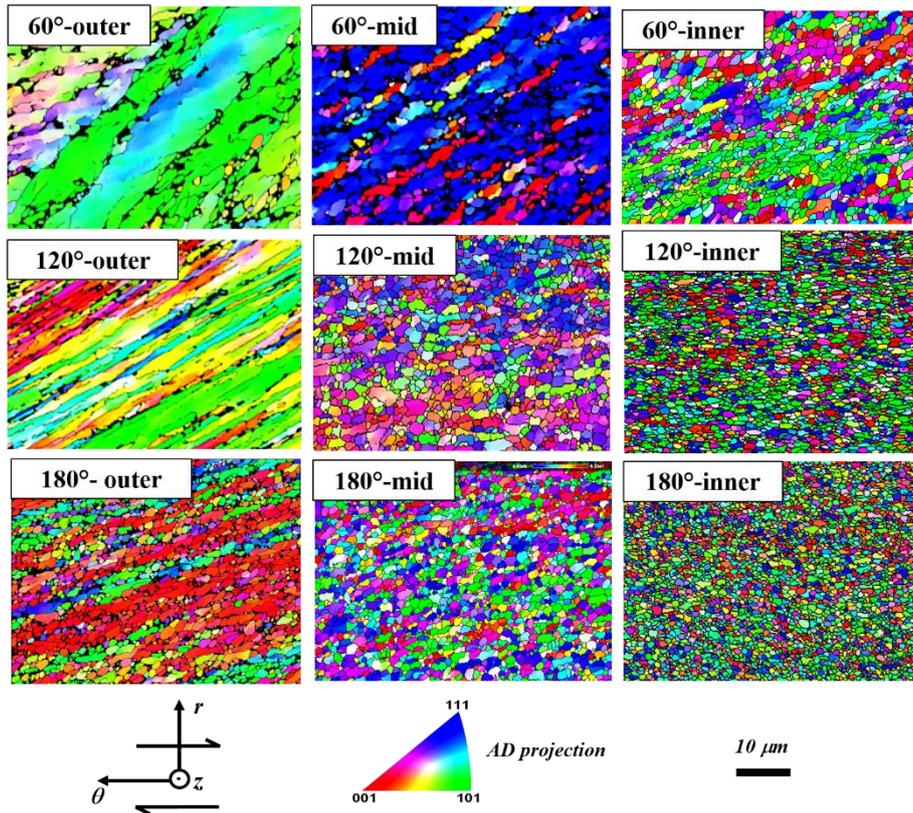


Figure 19 : Cartographies obtenues pour des échantillons d'aluminium 1050 déformés en HPTT dans les zones extérieure, centrale et intérieure pour des rotations de 60°, 120° et 180°

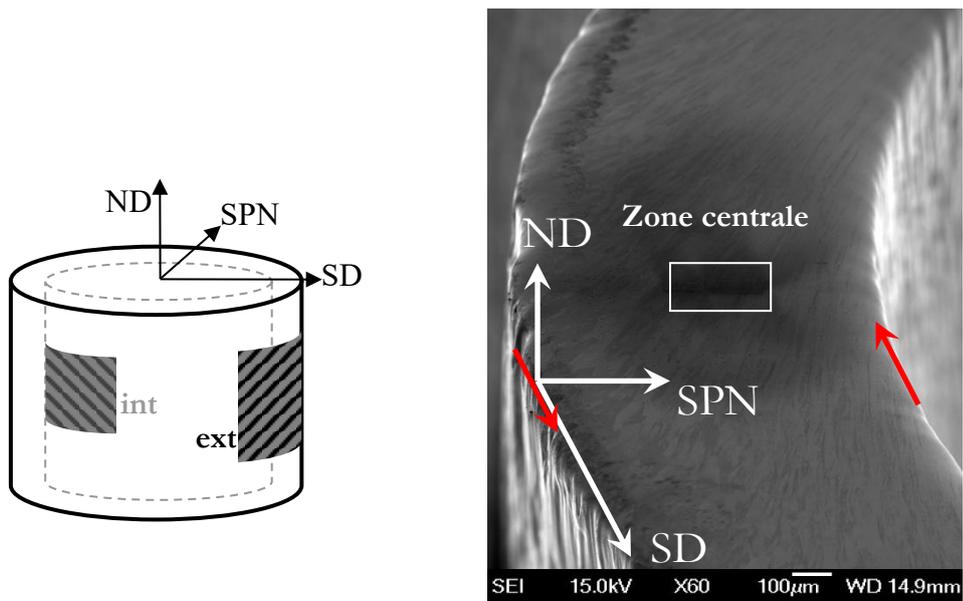


Figure 20 : Zones d'étude des textures et microstructures sur un tube déformé en HPTT

Sur la figure 19, les valeurs de déformation de cisaillement locales sont indiquées sur chaque carte, en utilisant des estimations de déformation (formule empirique détaillée dans la thèse d'Arnaud Pougis). Même à ces grandes déformations, l'effet du gradient de déformation est clairement visible dans les microstructures. Jusqu'à une déformation de cisaillement d'environ 12, les grains apparaissent allongés et parallèles les uns aux autres. Ces types de microstructures correspondent à celles observées pour de l'aluminium commercialement pur déformé par quelques passes en ECAP et également à celles obtenues pour de faibles angles de torsion en HPT, par exemple. La microstructure est radicalement différente à des déformations en cisaillement plus importantes, dans les régions centrale et interne des échantillons ayant subi une rotation à 120° et 180°. Au-delà de la contrainte de cisaillement de 12, l'allongement des grains est très réduit, les grains voisins ont des orientations très différentes, et la taille des grains est très petite. A ces grandes déformations, les microstructures montrent clairement les empreintes de la recristallisation dynamique qui réduit l'élongation des grains attendue de la déformation de cisaillement. Une structure de grain presque équiaxe se développe, qui doit être la conséquence de la migration des joints de grain induite par la déformation, c'est-à-dire un processus de recristallisation dynamique continue.

A noter que la taille de grain moyenne initiale était d'environ 300 μm , puis elle a diminué rapidement jusqu'à environ 2 μm après une déformation en cisaillement de 2. À partir d'un cisaillement d'environ 20, la taille de grain se stabilise à environ 0,65 μm . Cette valeur est proche de celle généralement obtenue en HPT, ce qui est logique puisque le mode de déformation est pratiquement le même pour le HPTT et le HPT : du cisaillement simple monotone avec une pression hydrostatique élevée. Cependant, la taille minimale des grains est beaucoup plus grande dans l'ECAP : aux environs de 1 μm . La différence peut être attribuée à l'importante contrainte hydrostatique dans le HPT et le HPTT qui ralentit les processus d'annihilation des dislocations, y compris les dislocations géométriquement nécessaires qui sont responsables du processus de fragmentation du grain.

D'autres tests en HPTT sur différents matériaux ont montré que le processus de fragmentation des grains se stabilise à des déformations extrêmement importantes pour une taille de grain moyenne constante donnée. En effet, la microstructure elle-même montre des grains presque équiaxes au lieu de grains allongés, ce qui serait attendu en raison de la grande déformation plastique. Un exemple est illustré à la figure 21, pour le cas du cuivre pur, déformé pour une rotation à 120° et 500° par HPTT, ce qui correspond à des déformations équivalentes moyennes de 16 et 65 dans les tubes, prises dans la zone centrale de l'épaisseur du tube. La taille moyenne des grains était de 380 nm et 250 nm pour ces deux étapes de déformation du cuivre pur. Par conséquent, à une déformation équivalente de 16, le matériau n'est pas encore à l'état d'équilibre car une nouvelle réduction de la taille des grains a lieu ultérieurement.

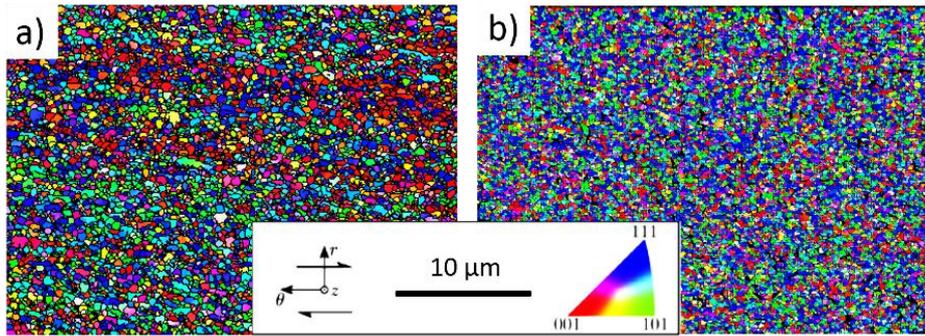


Figure 21 : Microstructure EBSD observée pour du cuivre pur déformée par HPTT à température ambiante après une déformation équivalente de a) 16, b) 65

La technique HPTT a été également appliquée avec succès sur des métaux relativement plus durs, comme l'acier IF (Interstitial-Free), lors des travaux doctoraux d'Arnaud Pougis financés par l'ANR « Hypertubes » avec comme partenaire industriel ArcelorMittal. La figure 22 présente l'évolution microstructurale sur les surfaces externe et interne du tube pour des rotations de 30° et 60°, ainsi que pour une déformation inversée : d'abord une rotation de +30°, suivie d'une rotation de -30°. La figure 22 présente quatre microstructures pour une déformation de cisaillement de 1,8, 3,6, 7,3 et 14,6 (ces déformations de cisaillement ont été estimées à l'aide d'une formule détaillée dans la thèse d'Arnaud Pougis). On constate qu'une fragmentation très efficace des grains a eu lieu; les joints de grains initiaux sont devenus rapidement non visibles avec l'apparition de nouveaux joints de grains avec une forte désorientation. A une déformation de cisaillement de 14,6, les grains montrent un certain allongement dans la direction du cisaillement, et surtout un processus de fragmentation bien avancé.

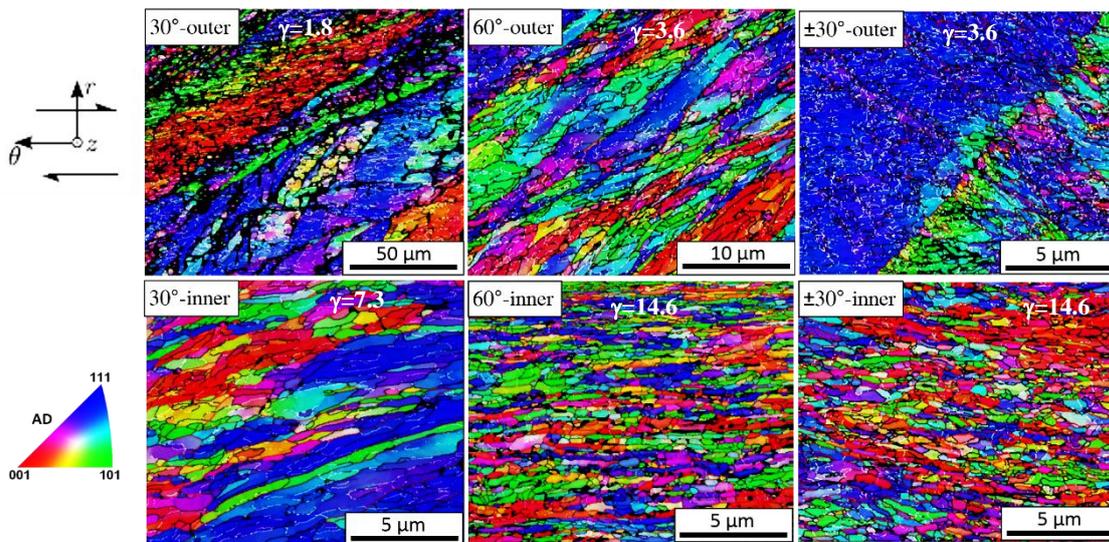


Figure 22 : Microstructures EBSD d'acier IF déformé par HPTT à température ambiante avec des rotations de 30°, 60° et +/- 30°

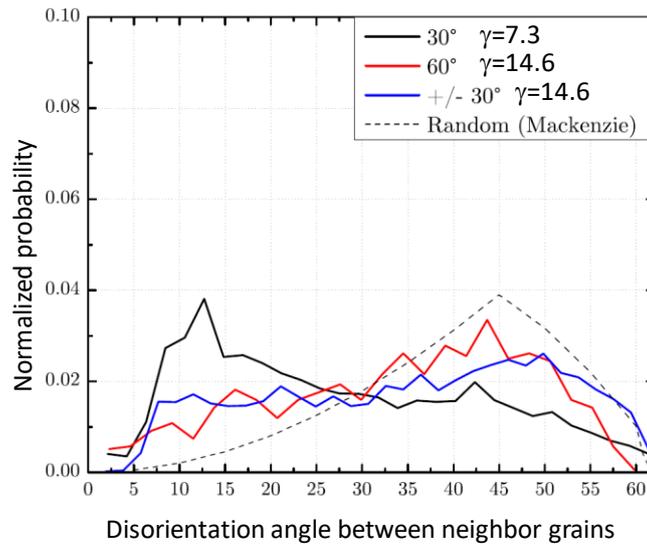


Figure 23 : Distribution des désorientations « grain par grain » pour de très grandes déformations en HPTT pour de l'acier IF

La distribution de désorientation « grain à grain » est représentée sur la figure 23 pour une déformation de cisaillement de 7,3. Comme on peut le voir, la contrainte de cisaillement de 7,3 n'est pas encore suffisante pour se rapprocher de la distribution aléatoire, mais à la déformation de cisaillement de 14,6, la courbe mesurée est beaucoup plus proche du tracé de Mackenzie. Une concordance parfaite ne peut pas être pas attendue car elle n'est possible que si la texture cristallographique est aléatoire. Cependant, il y a toujours une texture pendant la déformation plastique et elle a un effet significatif sur la distribution de la désorientation. Par conséquent, la distribution de Mackenzie ne peut pas être parfaitement obtenue par une déformation plastique sévère, mais on peut s'en rapprocher le plus possible. Les grains ont plus de liberté pour se positionner quand ils sont davantage fragmentés.

Il est intéressant d'examiner l'évolution de la microstructure dans le troisième cas, lorsque la direction de cisaillement est inversée (+/- 30°), de sorte que la valeur absolue accumulée de la déformation de cisaillement est la même que celle du deuxième cas. Comme le montre la figure 22, pour les faibles déformations, les limites initiales des grains sont presque reconstruites après l'inversion de la déformation (zone extérieure). Ce n'est pas le cas, cependant, pour de grandes déformations (zone intérieure). En fait, la microstructure semble assez similaire à celle de la rotation à 60°, même la distribution de désorientation est presque la même (voir Fig. 23). Ceci suggère que le processus de fragmentation des grains n'est pas réversible après une quantité de déformation suffisamment importante ; le matériau " perd sa mémoire " de la forme des grains si la fragmentation est très avancée. La quantité critique de déformation monotone pour cet effet doit être plus grande que la déformation de cisaillement de 1.8 ; on estime qu'elle se situe dans l'intervalle pour γ compris entre 3,6-7,3.

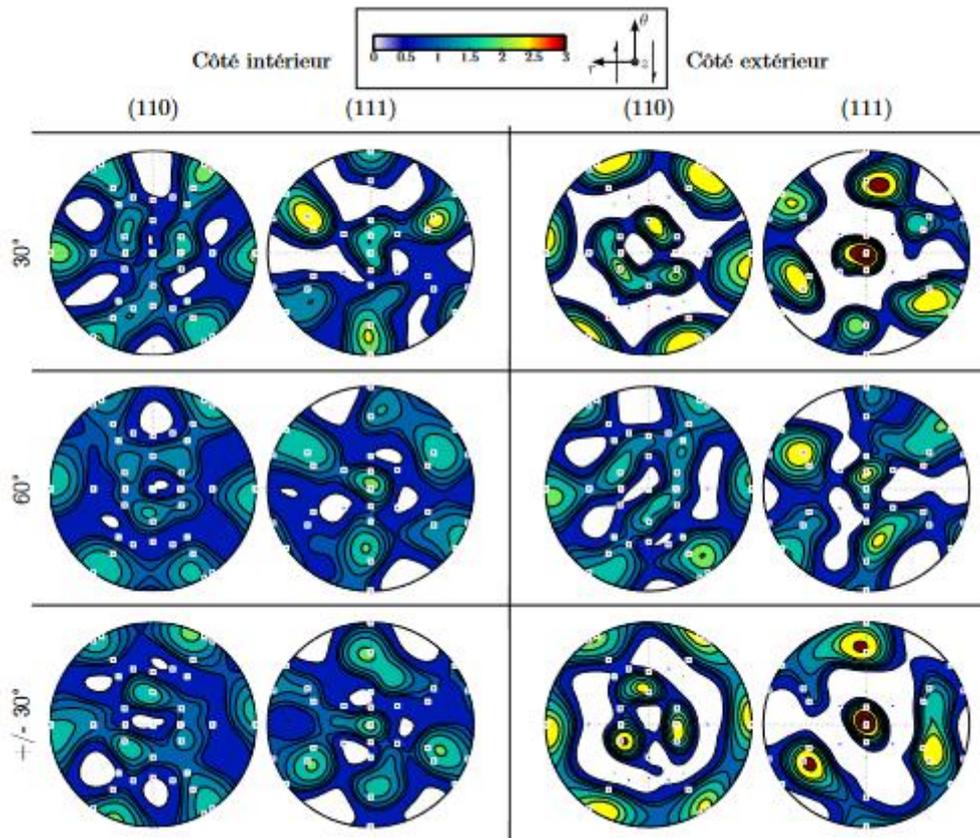


Figure 24 : Textures d'acier IF déformé par HPPT à température ambiante pour des rotations de 30°, 60° et +/- 30°

Les textures utilisant les mesures EBSD sont représentées sur la figure 24. Les composantes idéales de cisaillement ont été ajoutées sur chaque figure de pôle. On remarque une texture typique de la déformation en cisaillement mais certaines orientations sont excessivement présentes. Ce comportement est principalement remarquable pour les figures sur les côtés extérieurs des tubes déformés à 30° et +/- 30° de rotation. Cela est causé par une statistique insuffisante de grains. La fragmentation n'étant pas aboutie pour ces derniers, peu de grains sont représentés. Les orientations mesurées par EBSD appartiennent bien à des orientations idéales. Cela signifie que les cartes réalisées sont représentatives de la microstructure globale dans l'échantillon.

L'évolution de la taille moyenne des grains en fonction de la déformation est représentée sur la figure 25 (la taille des grains est définie comme le diamètre d'un cercle de même surface que le grain). On observe une diminution continue, qui se compose de deux étapes. Dans la première étape, il y a une diminution rapide jusqu'à une contrainte de cisaillement d'environ 4, à partir de laquelle une autre étape commence avec une pente beaucoup plus douce. Aux plus grandes déformations, la taille des grains n'est que de 230 nm environ.

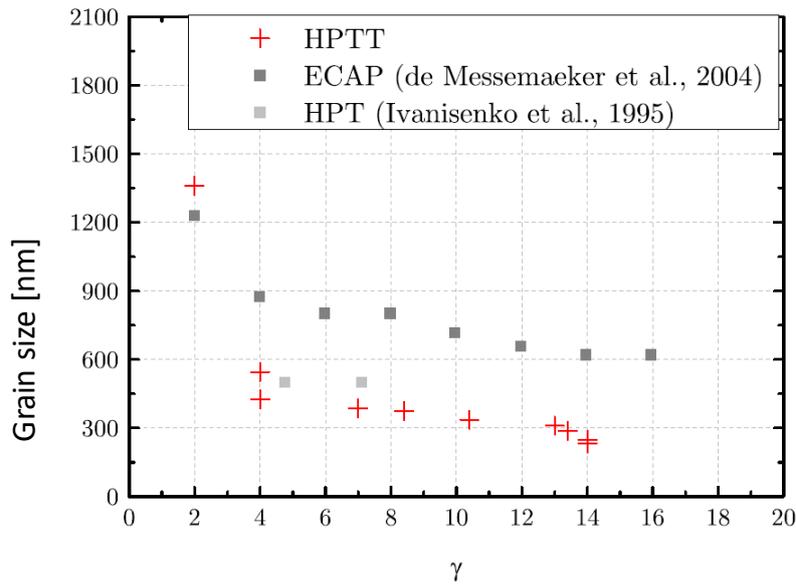


Figure 25 : Evolution de la taille de grains durant différents procédés de SPD pour de l'acier IF

Par comparaison, les tailles de grain obtenues par d'autres techniques SPD sont également représentées sur la figure 25. Il est intéressant de noter que - à l'exception de la région de faible déformation - l'ECAP pour de l'acier IF produit des tailles de grain deux fois plus grandes, alors que le HPT de ce matériau conduit à une taille de grain quasiment comparable. L'explication de la différence d'affinement du grain pour l'ECAP pourrait être liée à la présence de contraintes hydrostatiques élevées dans le HPT et le HPTT. Des contraintes hydrostatiques élevées sont nécessaires car dans ces deux techniques, la déformation est obtenue par frottement. En revanche, une telle contrainte hydrostatique n'est pas nécessaire dans l'ECAP, car le matériau est poussé directement à travers la matrice, le frottement ne faisant qu'entraver le processus. L'application d'une contre-pression augmentant la pression hydrostatique dans l'ECAP ce qui a pour effet la diminution de la taille des grains. Les tailles de grain plus petites sous une pression hydrostatique élevée peuvent être attribuées à l'énergie d'activation plus élevée des lacunes. Ces défauts ponctuels sont sensibles aux contraintes hydrostatiques ajoutées en raison de leur propre contrainte hydrostatique générée, ainsi l'ajout d'une contrainte de compression augmente l'énergie nécessaire à leur diffusion. Les défauts ponctuels sont importants dans les processus d'annihilation des dislocations ; leur mobilité réduite conduit à des densités de dislocation plus élevées. Ceci étant la base du processus de fragmentation du grain.

Lors des travaux doctoraux d'Arnaud Pougis, on s'est également intéressé au comportement mécanique de l'acier IF hyperdéformé par HPTT. Tout d'abord, les courbes contrainte-déformation moyenne en cisaillement (Fig. 26) ont pu être déterminées au cours du test. Pour les trois échantillons, les essais sont reproductibles et identiques jusqu'à $\bar{\gamma} = 4$ (30° de rotation). On remarque que la contrainte d'écoulement moyenne est moins élevée, pour l'échantillon déformé à $\pm 30^\circ$, lorsque le sens de rotation est inversé même si l'écrouissage est conservé par rapport à l'échantillon déformé à 60° .

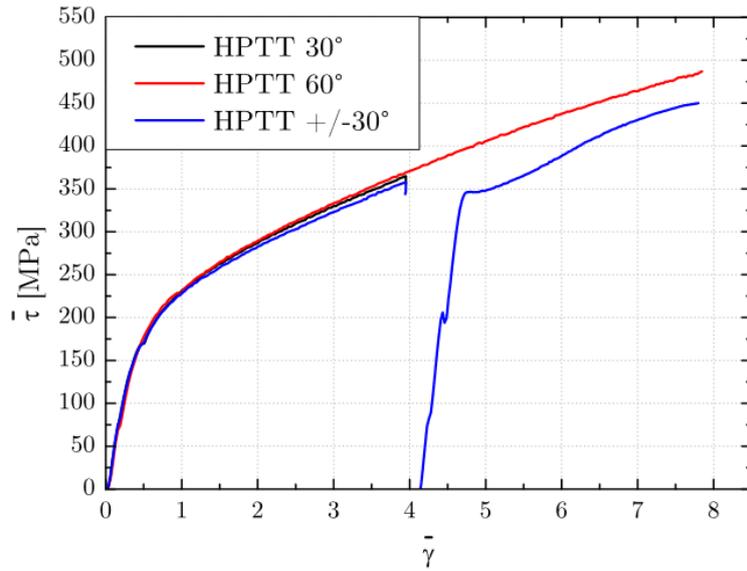


Figure 26 : Courbes contrainte-déformation moyennes de trois échantillons d'acier IF déformés par HPTT (30°, 60° et +/- 30° de rotation)

Des mesures de dureté Vickers ont été réalisées pour évaluer l'amélioration des propriétés mécaniques dans les échantillons d'acier IF déformés par HPTT (Fig.27). Les échantillons déformés ont une dureté largement supérieure à l'échantillon initial (plus de deux fois). Un gradient dans l'épaisseur est observé pour les trois échantillons. La dureté sur le côté intérieur est plus importante que sur le côté extérieur. Il a été vu précédemment que la microstructure est plus fragmentée sur le côté intérieur qu'extérieur. Les grains sont ainsi plus écrouis et plus durs. On a pu donc en conclure que la taille de grains influe sur la dureté locale du matériau.

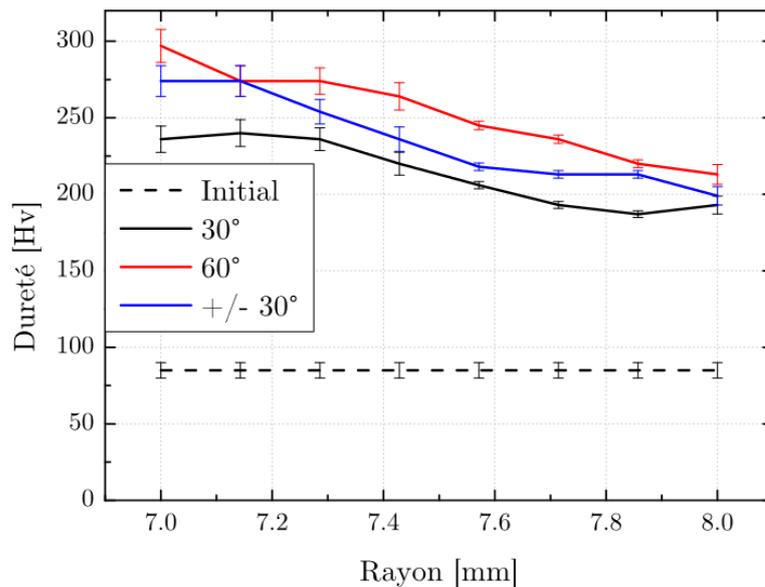


Figure 27 : Courbes de dureté pour les trois échantillons d'acier IF déformés par HPTT (30°, 60° et +/- 30° de rotation)

On peut donc conclure que la technique HP^{TT} a été développée avec succès au sein de notre équipe et qu'elle est le fruit de travail de deux thèses de doctorat (Mandan Arzaghi 2010 et Arnaud Pougis 2012). Dans cette deuxième partie de mon thème 1 intitulé « hyperdéformations des matériaux massifs », j'ai détaillé l'évolution des différents prototypes ayant permis d'aboutir au dispositif final actuel utilisé au LEM3 pour l'HP^{TT} (et aussi pour l'HPT). J'ai présenté et discuté les évolutions microstructurales de deux matériaux pendant le procédé HP^{TT}. Une attention particulière a été accordée au gradient de déformation qui apparaît toujours beaucoup plus important à l'intérieur de la paroi du tube. Il a également été démontré que le gradient de déformation dépend linéairement de l'importance de la rotation appliquée lors du procédé. L'analyse du processus de fragmentation des grains pendant le HP^{TT} a révélé que ce procédé est aussi efficace que le HPT, et plus efficace que les autres procédés SPD. Par exemple, la taille des grains après le HP^{TT} est environ la moitié de la taille des grains obtenue après l'ECAP pour l'acier IF. L'évolution de la distribution de la désorientation peut également être utilisée pour l'estimation de la déformation, si elle n'est pas connue autrement. L'évolution de la texture dans le procédé HP^{TT} correspond à des textures de cisaillement simples. Le HP^{TT} est un procédé très approprié pour étudier les textures de cisaillement jusqu'à des déformations extrêmement importantes. La texture s'affaiblit à de très grandes déformations mais ne devient pas aléatoire. La présence de la texture entraîne une déviation de la distribution idéale de type Mackenzie dans les distributions d'angle de désorientation mesurées, même en régime permanent.

Les résultats obtenus pour ces études dans le cas du HP^{TT} concordent avec les phénomènes de base généralement observés dans les procédés SPD. Par exemple, l'apparition d'un fort processus de fragmentation du grain qui conduit à une structure de grain équiaxe dans l'état d'équilibre par les effets simultanés de la fragmentation du grain et de la migration des joints de grain par recristallisation dynamique induite par la contrainte.

Le seul petit bémol remarquable pour ce procédé reste la taille des échantillons, trop petits pour être réellement appelés des tubes, ils peuvent être plutôt assimilés à de petits cylindres creux, limitant quelque peu les possibilités d'une éventuelle industrialisation du procédé.

Ce thème 1 retrace deux décennies de mes recherches sur les matériaux massifs en hyperdéformations. Plusieurs procédés novateurs ont été décrits, leur étude a permis la compréhension de leurs propriétés mécaniques et microstructurales. Les analyses globales des résultats indiquent clairement que tous ces procédés peuvent être considérés comme des techniques SPD efficaces pour fabriquer des matériaux à haute résistance avec des structures de grains ultrafins. Je peux affirmer que ce thème 1 a été le fil conducteur de mes recherches depuis mon doctorat.

2.4 Thème 2 : Hyperdéformations pour les poudres

Après m'être intéressée aux matériaux massifs pendant mes travaux doctoraux et au début de ma carrière, je me suis ensuite orientée vers l'hyperdéformation appliquée aux poudres. Cette thématique est née d'une étroite collaboration avec Jianxin Zou (ancien doctorant du Professeur Thierry Grosdidier), enseignant-chercheur à l'Université Jiao Tong de Shanghai et professeur invité à plusieurs reprises au LEM3. J'ai rapidement été intégrée à ce groupe de travail lors de l'encadrement du projet de master de Cristian Perez-Brokate. Puis cette thématique a ensuite été largement développée lors de la thèse de Yajun Zhao, que j'ai co-encadrée avec le Professeur Laszlo Toth. Ces deux études ont fait appel au procédé d'hyperdéformations : High Pressure Torsion (HPT), décrit en détail au paragraphe 2.4.2.

2.4.1 Consolidation par hyperdéformations de poudres nanométriques de magnésium pour le stockage d'hydrogène

L'hydrogène est certainement l'énergie du futur. Son stockage a été le cœur de nombreuses études depuis les années 70 quand les premières économies de l'hydrogène ont été envisagées, notamment en France, après les chocs pétroliers. Cependant le nucléaire a rapidement été préféré à l'hydrogène. Depuis quelques années, il refait son apparition comme un vecteur d'énergie décarbonée pour le futur dans le domaine du transport ou de l'énergie, par exemple. Les problèmes majeurs sont la production de l'hydrogène mais également le stockage, très difficile car volumineux et inflammable. Une nouvelle forme de stockage utilise les propriétés de certains matériaux, notamment le magnésium capable de former des liaisons réversibles avec les atomes d'hydrogène. Longtemps considéré comme peu efficace, ce principe de stockage connaît de nos jours un regain d'intérêt grâce à l'utilisation de très fines nanostructures accélérant l'absorption et la restitution du gaz. L'intérêt du magnésium (matière verte du XXI^{ème} siècle) c'est qu'il peut absorber l'hydrogène comme une éponge car il est stable et compact. Mais ce processus peut s'avérer très long et nécessite une chauffe à 400°C pour sa libération. Pour améliorer le stockage, il est judicieux de jouer sur la structure du matériau. De ce fait, reprenant l'idée des chercheurs du CNRS de Grenoble qui depuis 2008 savent stocker l'hydrogène à l'état solide dans des galettes d'hydrure de magnésium, nous avons tenté d'appliquer le procédé d'hyperdéformation HPT, qui est reconnu par ses propriétés de compaction et de raffinement de la microstructure, sur des poudres de magnésium.

En effet, le magnésium fait l'objet d'une attention croissante pour le stockage de l'hydrogène en raison de sa grande capacité à le stocker jusqu'à 7,6 % en poids. Cependant, la cinétique lente de l'hydruration/déhydruration et les températures de fonctionnement élevées limitent les applications pratiques du magnésium. Plusieurs tentatives ont été faites pour surmonter ces problèmes. L'introduction massive de défauts dans le réseau et la réduction de la taille des particules ou des grains à l'échelle nanométrique améliorent également la migration de l'hydrogène et réduisent les temps de charge et de décharge. Ainsi, les voies de traitement non conventionnelles impliquant une hyperdéformation (SPD) pour produire des matériaux à grains ultrafins (UFG) sont de plus en plus utilisées. Il a également été suggéré, à partir d'hyperdéformations sur du magnésium

pur, que la taille des grains fins (quantité de joints de grains) jouait un rôle plus efficace que la quantité de dislocations pour améliorer les propriétés de stockage de l'hydrogène. En raison de ces considérations, une nouvelle méthode - combinant la SPD par la HPT appliquée sur des particules de poudre à grains ultrafins évaporées par plasma d'arc – a été testée pour produire un matériau massif de magnésium pour le stockage de l'hydrogène. Ces travaux ont été développés lors du stage de master de Cristian Perez-Brokate en 2012. L'intérêt de la méthode d'évaporation par plasma d'arc est qu'elle peut produire des particules de poudre métallique ultrafines (50-900 nm) sans défaut. Ces particules de poudre sont ensuite passivées afin de créer une dispersion d'oxydes fins dans un matériau à grains ultrafins sous la consolidation HPT. Pour tester l'efficacité de cette voie de traitement, nous nous sommes concentrés sur la fabrication de poudres de magnésium pur pour créer un composite Mg-MgO après traitement.

Nous avons obtenu un échantillon composite massif de Mg+MgO présentant, après analyse, une enthalpie d'hydrogénation et une énergie d'activation apparente d'absorption d'hydrogène améliorées. Par rapport à la poudre de magnésium initiale, l'amélioration des propriétés thermodynamiques et cinétiques de stockage de l'hydrogène est attribuée au raffinement de la structure du magnésium et à la dispersion de l'oxyde de magnésium fine induite par le traitement HTP.

Ces résultats ont fait l'objet d'un article à comité de lecture¹ publié en 2014.

2.4.2 Consolidation de métaux par hyperdéformations à l'aide du procédé High Pressure Torsion

Ce deuxième thème est centré sur les travaux de doctorat de Yajun Zhao qui ont débuté en 2013. Les illustrations de cette section sont extraites de son manuscrit de thèse.

Comme je l'ai décrit dans le paragraphe précédent pour le thème 1, la taille des grains est l'une des propriétés les plus importantes de polycristaux, jouant un rôle majeur dans les matériaux. Généralement, les matériaux avec une microstructure raffinée possèdent une meilleure uniformité de structure et des propriétés mécaniques améliorées, d'où l'amélioration de la performance du produit. Les procédés de fabrication pour les matériaux avec des microstructures raffinées peuvent être généralement classés en deux catégories : les procédés « bottom-up » et « top-down ». L'approche par « bottom-up » se réfère aux techniques qui fabriquent des produits finis compacts avec assemblage d'atomes ou de particules initiales individuelles, tandis que les méthodes « top-down » commencent avec les solides initiaux compacts possédant une taille de grains relativement grande puis les transforment pour en affiner la microstructure.

¹ Publication n°7 de l'annexe du chapitre 1

L'approche « bottom-up » la plus importante et la plus largement utilisée est la technique de la métallurgie des poudres (PM), tandis que la méthode « top-down » la plus efficace et la plus représentative est l'hyperdéformation (SPD). Bien que les procédés PM et SPD possèdent des avantages significatifs et que ce sont les techniques les plus largement utilisées dans le domaine du raffinement de la microstructure, les deux présentent tout de même certaines limites. Pour la technique PM conventionnelle, afin d'aboutir à la pleine densité du produit final, une étape de frittage à haute température est toujours nécessaire, ce qui doit habituellement être fait en appliquant une atmosphère inerte, provoquant ainsi un coût supplémentaire. De plus, cette étape à haute température provoque la croissance des grains et introduit même des transformations de phase inattendues dans le matériau. D'autre part, quant à eux, les procédés SPD évitent l'introduction de contaminants et une étape de traitement à haute température, mais par contre, il est souvent difficile de déformer des matériaux très durs et de fabriquer des produits de formes complexes.

Pour combler les lacunes des procédés SPD et PM et afin d'améliorer le raffinement de la microstructure, une technique très prometteuse a été proposée : la consolidation des poudres par hyperdéformation. En appliquant l'effet de l'affinement du grain en hyperdéformations aux poudres, cette nouvelle technique est une combinaison de la PM classique et des procédés SPD, possédant les avantages des deux mais en évitant les inconvénients. Dans le travail de thèse de Yajun Zhao, la méthode de torsion sous haute pression (HPT) a été appliquée pour consolider des poudres métalliques de différentes tailles initiales de particules. Le mécanisme de densification des poudres et le raffinement de la microstructure, l'évolution de la microstructure et de la texture ainsi que les propriétés mécaniques des procédés ont été étudiés et feront l'objet de cette partie. Il sera également question d'étudier le rôle du glissement des joints de grain dans l'évolution des textures et de présenter des simulations par éléments finis pour comprendre les mécanismes liés au procédé de consolidation.

Résultats expérimentaux de consolidation des poudres par HPT

Dans cette partie, la configuration des essais et le procédé de consolidation HPT seront présentés. Les résultats expérimentaux seront analysés ; en particulier, le rôle de la déformation en cisaillement permettant d'affiner la microstructure et de réduire la porosité résiduelle sera examiné en détail. Ensuite, la répartition des contraintes et la microstructure, la texture et des propriétés mécaniques seront détaillés.

Différentes poudres ont été consolidées avec succès par torsion sous haute pression (HPT) à température ambiante. Le procédé de consolidation a été réalisé en deux étapes : d'abord une compression axiale, puis une déformation en cisaillement par rotation de la matrice inférieure du dispositif en maintenant une force axiale constante. La géométrie finale des échantillons est illustrée schématiquement sur la figure 28, où le système de référence est également défini et τ indique le cisaillement.

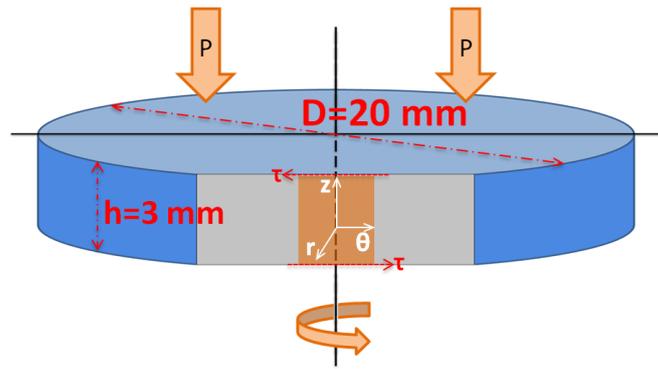


Figure 28 : géométrie de l'échantillon déformé en HPT et système de référence local

L'avantage le plus important du procédé HPT par rapport à la technique ECAP est la continuité du processus. Pendant l'essai HPT, en raison de l'application d'une pression de compression, les échantillons supportent beaucoup plus de déformation de torsion sans rupture du matériau, ce qui fait de HPT une technique très efficace pour l'affinement du grain. Par contre, le principal inconvénient du procédé est la taille limitée des échantillons, dont le diamètre est généralement de l'ordre de 10 à 20 mm et l'épaisseur d'environ 3 mm. Malgré tout, HPT permet d'obtenir un raffinement exceptionnel de la taille des grains et une résistance élevée significative. Très largement utilisé par les chercheurs avides d'hyperdéformations, il n'est pas adapté aux applications industrielles en raison de la limitation des dimensions de ses échantillons.

Il faut remarquer que lorsqu'un échantillon en forme de disque est déformé en torsion par HPT, il existe une hétérogénéité inhérente de la déformation de cisaillement imposée dans la direction radiale du disque. En supposant que l'épaisseur du disque (h) est indépendante de l'angle de rotation θ , la déformation de cisaillement γ dépend linéairement de la position radiale, comme illustré dans la figure 29. Elle est donnée par la formule suivante :

$$\gamma = \frac{\theta r}{h} = \frac{2\pi n r}{h} \quad [6]$$

Ici, n est le nombre de révolutions, r représente la distance radiale à partir du centre du disque et h est la hauteur (ou l'épaisseur) du disque.

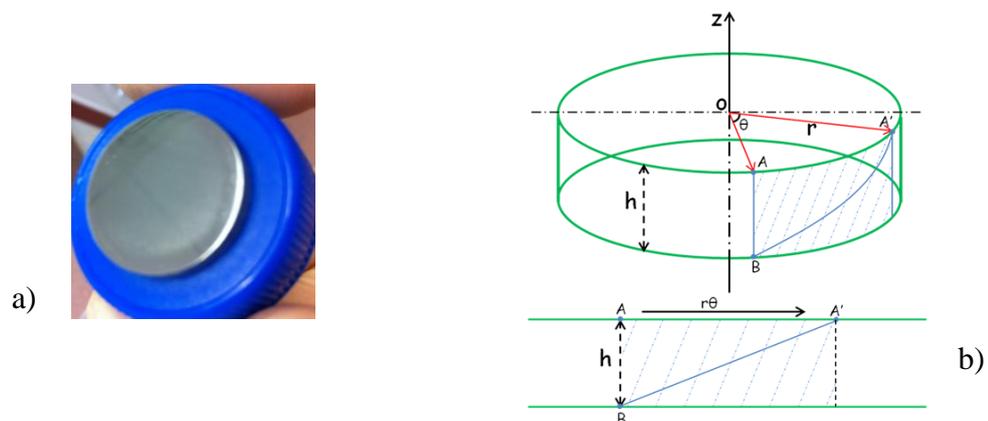


Figure 29 : a) Poudre de fer pur consolidée en HPT, b) Schéma de principe du HPT

En appliquant les techniques d'hyperdéformation sur les poudres, un faible niveau de la porosité résiduelle et un affinement significatif de la taille des grains ont été constatés grâce à la très grande déformation en cisaillement et la pression hydrostatique appliquée en HPT. Dans la première étape de compression axiale, la porosité a montré une réduction linéaire au départ de 30% jusqu'à un niveau de saturation d'environ 3%. Une réduction supplémentaire a été obtenue dans la deuxième étape de torsion par l'application d'une déformation en cisaillement. L'évolution de la porosité résiduelle moyenne en fonction du cisaillement imposé est tracée sur la figure 30, où le cisaillement est converti sous forme de rotation angulaire en appliquant la formule [6].

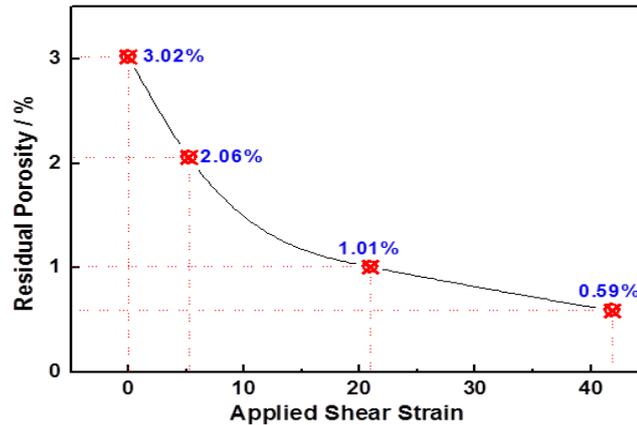


Figure 30 : Réduction de la porosité résiduelle en fonction du cisaillement imposé en HPT

Le rôle de la déformation en cisaillement au cours du procédé de consolidation HPT a été évalué en comparant les microstructures avec différentes déformations en cisaillement (voir figure 31). On peut observer que la zone au centre, où $\gamma=0$, affiche de grands grains équiaxes. Cependant, dans la zone périphérique (où $\gamma = 4,25$), les grains sont extrêmement affinés en raison de la déformation en cisaillement. On note que la zone sans déformation en cisaillement montre les joints des particules apparentes, qui sont inexistantes lorsque la déformation en cisaillement est introduite. Les résultats indiquent que la déformation en cisaillement joue un rôle dominant dans la réduction de la porosité et dans l'affinement de la microstructure.

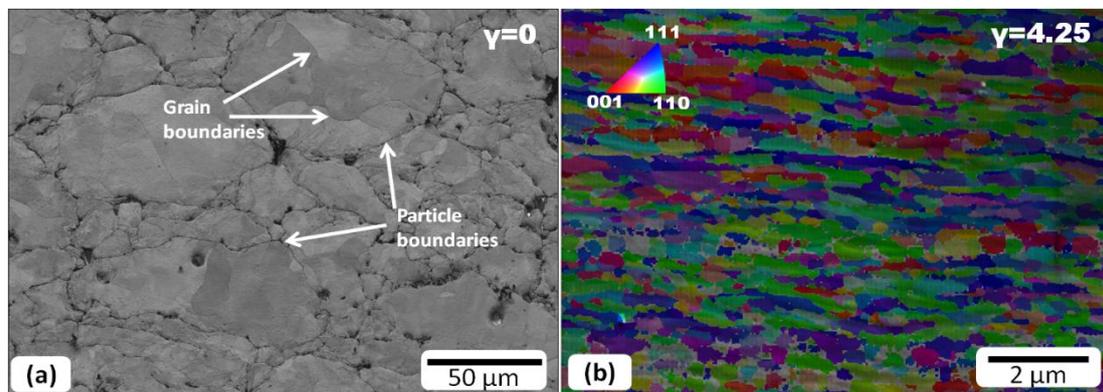


Figure 31 : Microstructure d'échantillon déformé par HPT obtenue en SEM et EBSD, dans la zone centrale où la déformation en cisaillement est égale à zéro (a) et dans la région périphérique où $\gamma=4.25$ (b).

La carte des figures de pôles inversées pour une zone sélectionnée d'un échantillon de poudre de fer consolidé en HPT à une déformation en cisaillement de $\gamma = 1,88$ est présentée en figure 32. La structure des grains de la zone de cisaillement déformée montre nettement des grains allongés dans une direction inclinée.

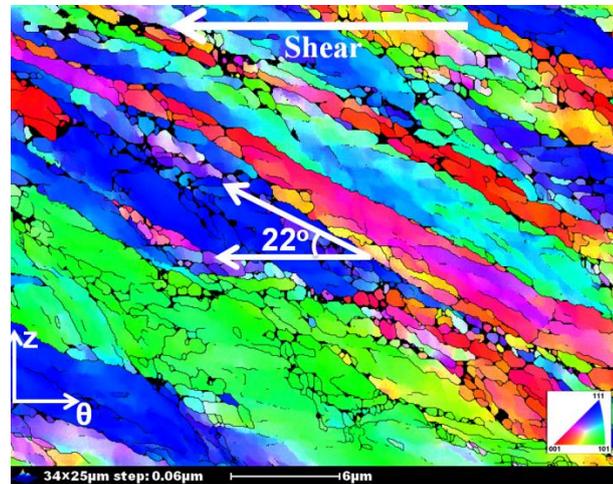


Figure 32 : Carte des figures de pôles inversées pour un échantillon de poudre de fer consolidé en HPT, déformé par un cisaillement de $\gamma=1.88$

La figure de pôles $\{110\}$ a été calculée à partir d'une carte d'EBSID comme le montre la figure 32 et présentée sur la figure 33a. En comparaison avec la figure de pôle des orientations idéales (Fig. 33b), il est clairement montré que le matériau déformé a développé une texture typique en cisaillement simple des matériaux b.c.c.

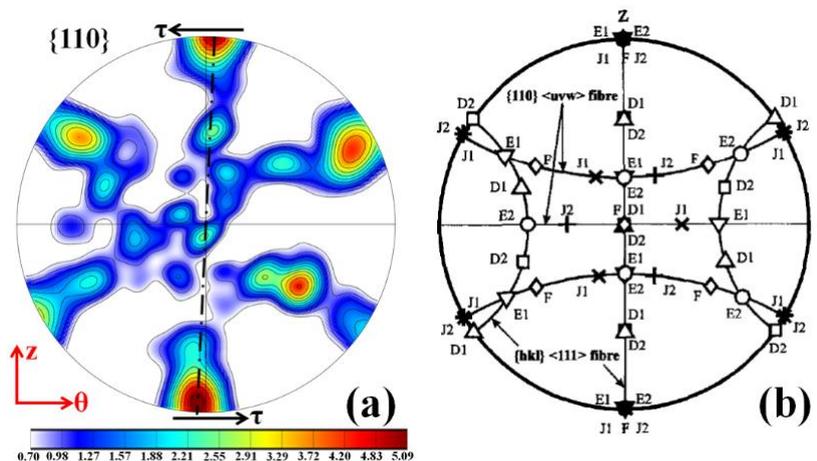


Figure 33 : a) Figure de pôle $\{110\}$ de cisaillement pour un échantillon déformé en HPT, à $\gamma=1.88$ (les flèches indiquent la direction de cisaillement)
 b) Orientations idéales des textures de cisaillement simple des matériaux b.c.c.

La répartition de la déformation en cisaillement dans l'échantillon consolidé en HPT a été étudiée par mesure de la déformation locale, à la fois dans la direction radiale et dans la direction axiale. On a observé une augmentation de façon monotone de la déformation en cisaillement du centre de l'échantillon à la périphérie, ce qui entraîne des hétérogénéités correspondantes au niveau de la dureté et de la microstructure dans la direction radiale, comme représenté sur la figure 34. Les mesures ont été effectuées sur la face supérieure des disques.

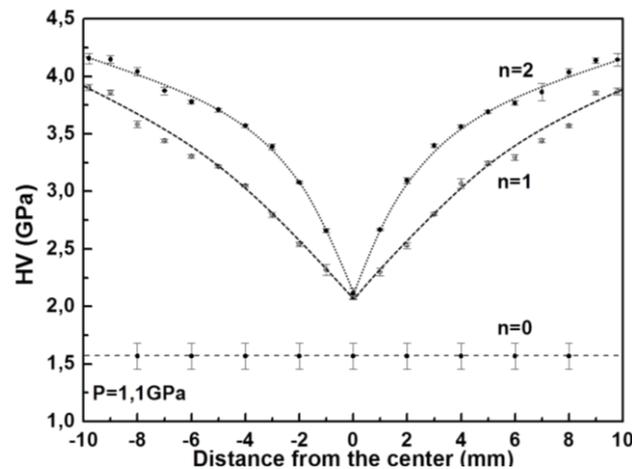


Figure 34 : Dureté Vickers d'une poudre de Fe consolidée en HPT en fonction de la position radiale (pression axiale de 1.1 GPa pour tous les échantillons pour $n=1$ et $n=2$)

Dans le sens de l'épaisseur, la déformation en cisaillement a montré une distribution du gradient (représenté sur la figure 35), conduisant à la formation de trois zones distinctes sur toute l'épaisseur de l'échantillon : la zone U (« Undeformed », non déformé en torsion), la zone T (Transition ou zone intermédiaire) et la zone S (« Severe », déformée en cisaillement). La microstructure et la dureté dans les trois zones (représentées sur la Fig. 36) affichent une distribution non uniforme, ce qui correspond au gradient de déformation.

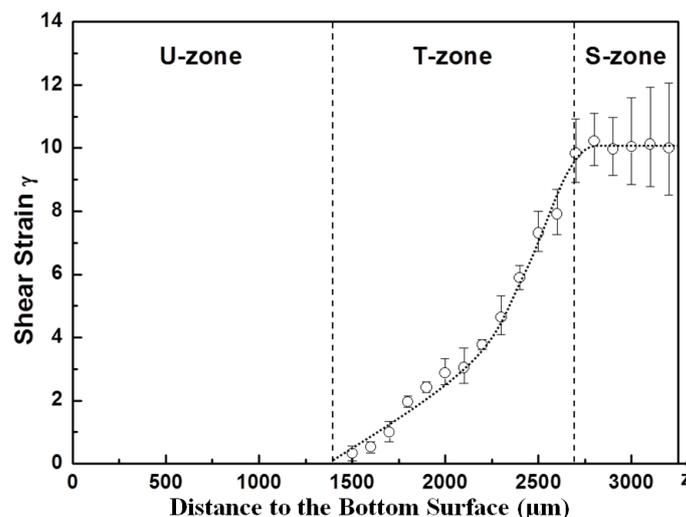


Figure 35 : Variation de la déformation en cisaillement à travers l'épaisseur du disque consolidé en HPT

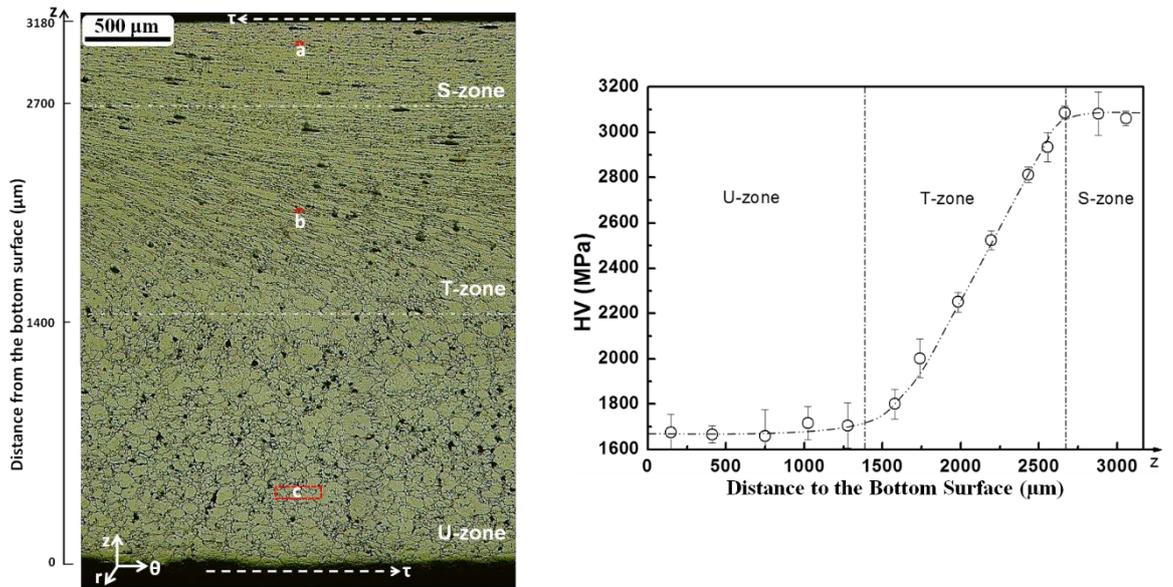


Figure 36 : a) Image de microscopie optique à travers l'épaisseur du disque consolidé en HPT
 b) Dureté Vickers en fonction de la distance de la surface inférieure présentée

Conformément à la répartition du gradient de la déformation en cisaillement tracée sur la figure 35, les textures cristallographiques développées dans les trois zones diffèrent de manière significative, comme le montre la figure 37. La texture dans la zone U est faible, proche de la texture aléatoire. Avec l'augmentation de la déformation en cisaillement dans la zone T, la formation d'une texture typique de cisaillement peut être vérifiée. Dans la zone S, la texture présente une forte texture de cisaillement avec toutes les composantes idéales bien développées.

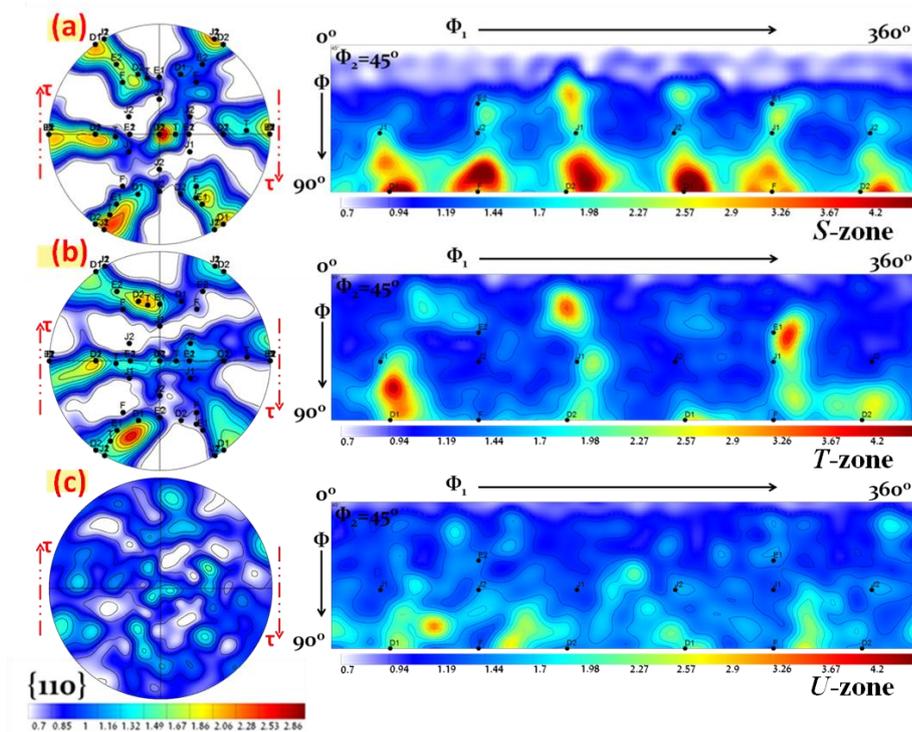


Figure 37 : Textures cristallographiques obtenues dans les différentes zones
 (sous-parties (a), (b) and (c) correspondant aux positions a, b and c de la figure 36, respectivement)

Le résultat pour la distribution de déformation en cisaillement représenté sur la figure 35 peut être intégré pour obtenir l'angle de rotation correspondant Φ_s nécessaire pour réaliser tous les cisaillements présents dans le disque à une distance radiale r donnée depuis son centre :

$$\Phi_s = \frac{1}{r} \int_0^h \gamma(z) dz \quad [7]$$

Ici h est l'épaisseur du disque. Calculée pour $r = 9.61$ mm (près du bord du disque) et $h = 3.18$ mm, cette intégration aboutit à $\Phi_s = 57.7^\circ$. De ce fait, la rotation de la matrice était de 90° , si bien que seulement environ les 2/3 de la rotation imposée étaient convertis en déformation en cisaillement. Cette contradiction signifie qu'un glissement significatif apparaît durant le test sans produire de cisaillement plastique à travers l'échantillon.

Rôle du glissement des joints de grains dans l'évolution des textures

Dans cette partie, afin de simuler le procédé de glissement aux joints de grain (Grain Boundaries Sliding) pendant la déformation plastique, une nouvelle approche de modélisation a été développée et mise en œuvre dans le modèle polycristallin viscoplastique de Taylor. Le rôle du GBS dans l'évolution de la texture en cisaillement simple a été simulé.

Il a été montré dans les résultats expérimentaux que pendant le procédé de consolidation des poudres, il existait un effet de glissement important, qui peut avoir lieu entre les joints de particules et également entre les joints de grains. En fait, le glissement aux joints de grains correspond à une importante contribution de la déformation plastique, non seulement dans le procédé des poudres, mais aussi dans les procédés de mise en forme superplastique et dans les matériaux nanocristallins.

Les glissements aux joints de grain avec l'aide du transfert de masse par diffusion peuvent entraîner de très grandes déformations sans accumulation de dislocation et de distorsion du réseau à l'intérieur des grains, donc cela ne provoque pas d'écrouissage, ni d'anisotropie cristallographique de la matière. Toutefois, le processus de GBS a une influence significative sur l'évolution de la texture cristallographique du matériau car une partie de la déformation plastique imposée est localisée dans les GBS, l'évolution de la texture produite en déformation par glissement des dislocations à l'intérieur du grain est réduite lorsque les glissements aux joints de grain ont lieu.

Dans ce paragraphe, une synthèse de la modélisation sera proposée pour mieux appréhender le rôle des glissements aux joints de grain dans l'évolution de texture, basée sur l'interaction et la compétition entre la plasticité des dislocations et celle de joints de grains. Les données ont été introduites dans le modèle viscoplastique polycristallin de Taylor (déjà utilisé lors de ma thèse), en tenant compte de la topologie du matériau comme un massif cristallin entouré de couches externes de zones des joints de grain avec les différentes réponses constitutives. Dans cette approche, le GBS est simulé quantitativement en attribuant un joint de grain plat aux grains qui peuvent glisser sous l'effet de la contrainte macroscopique. Les joints de grain ont été construits dans l'espace cartésien 3-D comme un polyèdre, qui enveloppe l'intérieur du grain. Considérant l'état initial

équiaxe, un polyèdre régulier convient pour définir le grain. Par conséquent, nous avons pris des dodécaèdres réguliers pour représenter les surfaces de grains initiaux. Un dodécaèdre régulier est composé de 20 sommets et 12 plans, chaque plan étant un pentagone régulier et identique, comme illustré sur la figure 38.

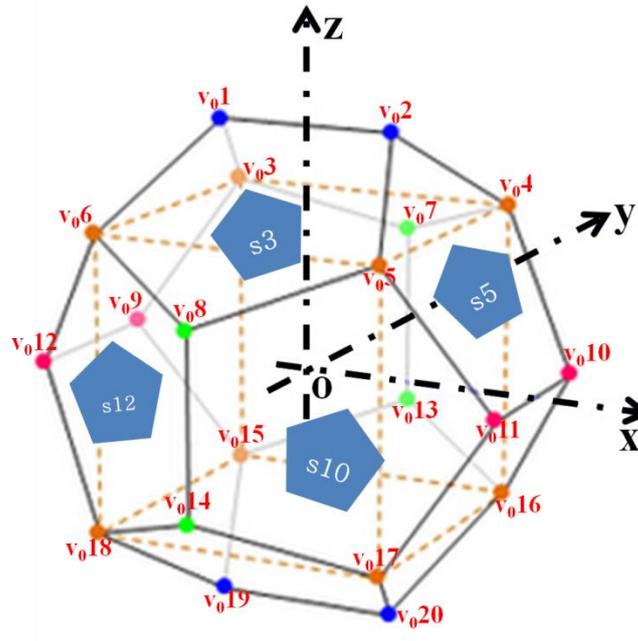


Figure 38 : Structure de dodécaèdre régulier défini dans le référentiel cartésien 3-D

La structure des joints de grain est d'abord définie dans un système initial commun de référence cartésien, à partir duquel il est tourné dans différentes orientations qui définissent la distribution de grains répartis aléatoirement pour la construction du polycristal. Au cours de la déformation, les orientations des grains changent, provoquant la rotation des joints de grain.

En outre, le procédé de l'affinement du grain en raison de la déformation plastique a été prise en compte en reliant la taille des grains à la déformation plastique. L'étape de saturation obtenue en hyperdéformations est un effet bien connu des procédés de SPD, à savoir l'état d'équilibre dans la contrainte d'écoulement et dans la microstructure. La modélisation présentée a pris en compte cet effet de saturation sur l'affinement du grain en fixant une limitation de la taille des grains correspondant à un niveau de déformation donné.

Il a été supposé dans le modèle que le joint de grain glisse sous une contrainte de cisaillement parallèle à son plan. Il était également plausible d'approuver que le glissement ait lieu dans la direction de la contrainte de cisaillement maximale. La viscoplasticité a été appliquée pour la déformation des joints de grains.

Le cadre de la modélisation actuelle a été créé d'abord pour le modèle de Taylor de plasticité polycristalline. L'hypothèse de base de l'approche de Taylor est que tous les cristaux (grains) qui constituent le polycristal se déforment la même manière que l'échantillon. Avec cette hypothèse, la condition de compatibilité de déformation entre les grains est assurée.

Tous les détails de calculs de la modélisation se trouvent dans la thèse de Yajun Zhao¹ et dans un article publié en 2018².

Le mode de déformation pour les échantillons transformés en torsion à haute pression est le cisaillement simple en prenant le cadre de référence de l'échantillon dans le test HPT (Fig. 28), le simple cisaillement agit sur le plan θ - z avec la direction du cisaillement étant dans l'axe θ . Le tenseur du gradient de vitesse de déformation imposé lors du test HPT est :

$$\underline{\underline{L}} = \begin{bmatrix} 0 & -\dot{\gamma} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad [8]$$

où $\dot{\gamma}$ est la vitesse de cisaillement.

Les simulations ont été réalisées sur 50 000 grains uniformément répartis, avec une texture initiale aléatoire. Tout d'abord, les effets de la déformation imposée sur l'évolution de la texture des polycristaux b.c.c déformés sous cisaillement simple ont été simulés. Les figures de pôles $\{110\}$ simulées avec l'augmentation de déformation en cisaillement γ sont présentées sur la figure 39, où (a) $\gamma = 0.5$, (b) $\gamma = 1$, (c) $\gamma = 2$, and (d) $\gamma = 4$, respectivement.

Il est visible que les intensités des composantes de texture de simple de cisaillement pour des b.c.c augmentent progressivement avec une déformation croissante. Une forte texture de simple cisaillement pour b.c.c a été obtenue sur la figure 39d) pour une déformation en cisaillement $\gamma = 4$. Pour $\gamma = 0.5, 1$, and 2 , les composantes idéales des textures sont décalées par rapport à leurs positions symétriques (en comparant à la figure de pôle idéale $\{110\}$ présentée en figure 31b) dans la direction du contre-cisaillement par un angle de décalage β . Ces angles d'inclinaison diminuent progressivement avec l'augmentation de la déformation de cisaillement : pour le cas (a) où $\gamma = 0.5$, alors $\beta \approx 7^\circ$, pour le cas (b) $\beta \approx 5^\circ$ et le cas (c) $\beta \approx 2^\circ$. Quand la déformation en cisaillement croît jusqu'à 4 en (d), une telle inclinaison disparaît avec $\beta = 0^\circ$. Le phénomène que l'angle d'inclinaison dans la direction du contre cisaillement décroît avec l'augmentation de la déformation jusqu'à devenir nulle à très grandes déformations, puis change de signe pour former un décalage positif dans le sens de la direction du cisaillement, a été largement observé pour des études sur la torsion dans les années 80. La raison de ce phénomène est que, avec l'augmentation de la déformation de cisaillement, les composants idéales dérivent lentement dans le sens de la rotation rigide et finalement se déplacent dans une zone de divergence.

¹ Thèse intitulée « Consolidation des poudres métalliques par des déformations plastiques extrêmes – Torsion sous haute pression – Expériences et modélisations » soutenue le 29 février 2016

² Publication n°6 de l'annexe du chapitre 1

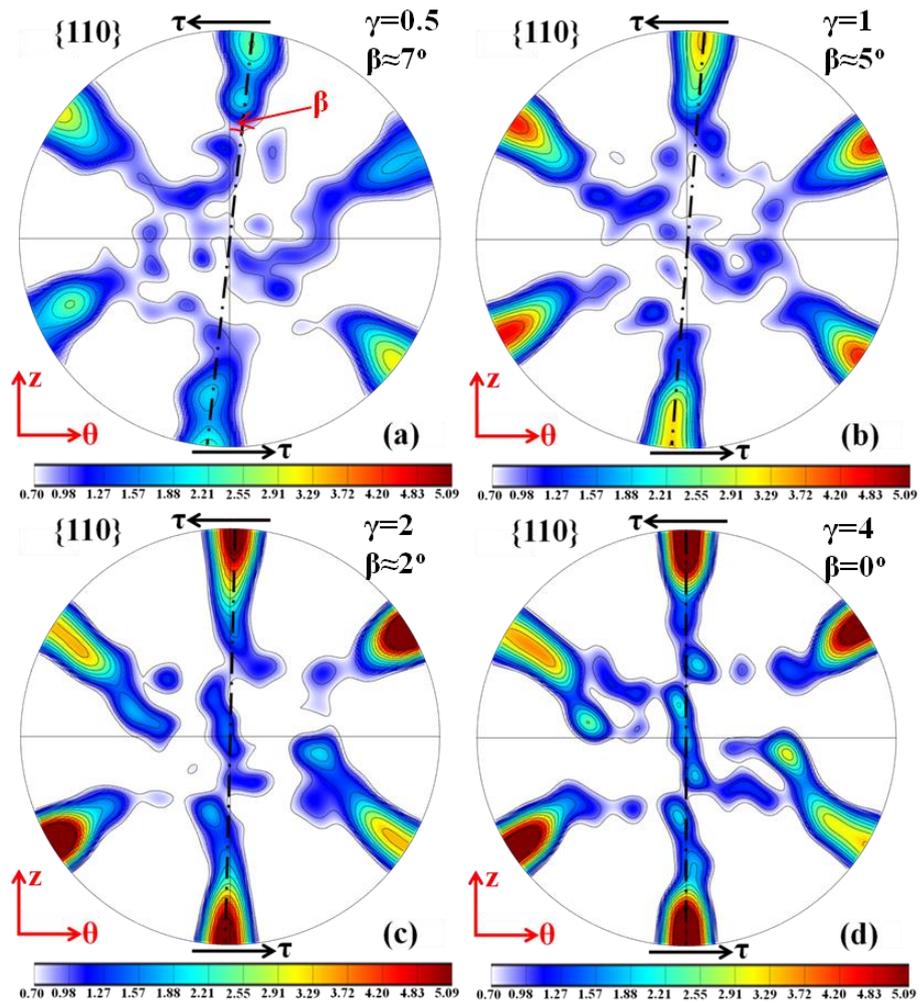


Figure 39 : Simulation de figures de pôle $\{110\}$ d'un polycristal b.c.c. déformé sous cisaillement simple
(a) $\gamma = 0.5$, (b) $\gamma = 1$, (c) $\gamma = 2$, et (d) $\gamma = 4$

Pour la simulation des effets de GBS, un facteur important est la surface des joints de grains, qui détermine la proportion de la déformation produite en GBS par rapport à la déformation totale. Le changement de surface des joints de grain peut être induit par deux façons au cours de la déformation plastique :

- le changement de la forme des grains,
- l'effet de la subdivision des grains, ce qui augmente le nombre de grains produit ainsi que les joints de grain supplémentaires affectant le procédé des GBS.

La modification de surface de la zone des joints de grains lors de la déformation en cisaillement simple a été simulée et tracée sur la figure 40. Il peut être observé, lorsque l'effet de la subdivision de grain a été considéré, les surfaces des joints de grain ont montré une augmentation beaucoup plus rapide que la condition sans subdivision de grain.

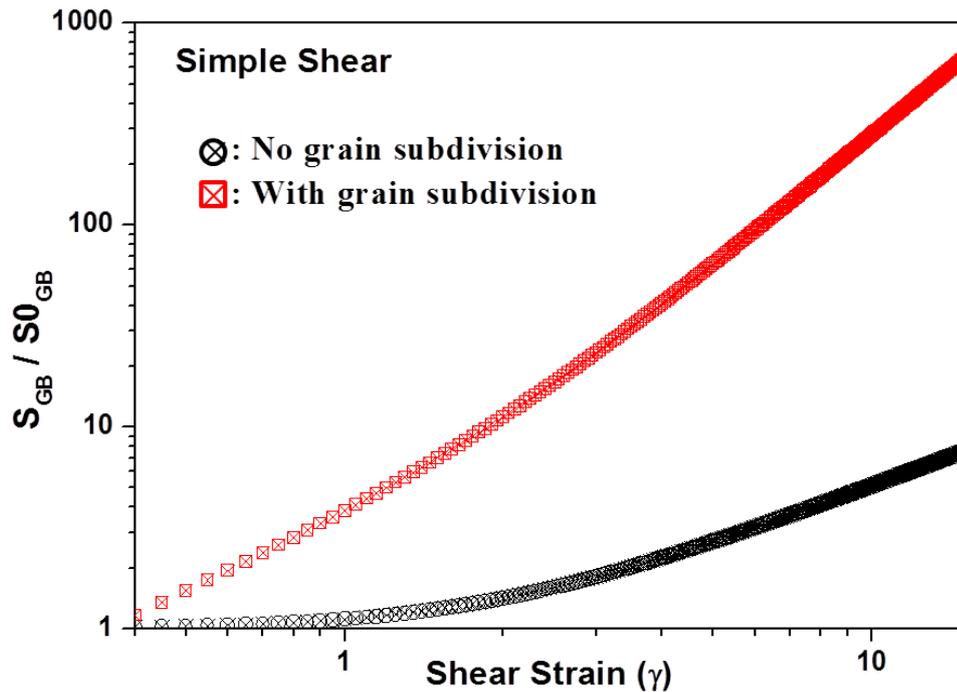


Figure 40 : Changement de zone des joints de grain pendant le cisaillement simple
 S_{GB} and $S0_{GB}$ représentent respectivement la surface totale de joints de grain correspondant à la déformation en cisaillement en cours et l'état initial.

Le rôle du glissement des joints de grain dans le développement des textures est de produire une certaine partie de la déformation qui ne contribue pas au réseau de rotation. Le pourcentage de la déformation produite par GBS par rapport à la déformation totale détermine l'effet des GBS sur l'évolution de la texture. Par conséquent, les effets des GBS sur les simulations ont été effectués avec différents pourcentages de déformation des GBS.

Une caractéristique importante des textures avec une certaine partie de la déformation produite par le glissement des joints de grain est le décalage des orientations idéales dans le sens de ϕ_1 dans l'espace Euler. Ce décalage des positions des composantes de texture dû au glissement des joints de grain a été observé dans les simulations réalisées. Comme l'orientation des systèmes de GBS est répartie au hasard, le glissement des joints de grain produit une rotation supplémentaire rigide pour les grains de façon arbitraire, ce qui provoque un changement aléatoire des positions des composantes de texture dans l'espace Euler. Comme le glissement des joints de grain ne provoque pas le développement de la texture, dans les simulations lorsque la quasi-totalité de la déformation est accumulée par GBS une faible texture aléatoire a été obtenue. Ce qui est cohérent avec l'absence de développement de texture en superplasticité où le glissement des joints de grain est le mécanisme de déformation principale.

Simulation en éléments finis du procédé de consolidation HPT

Cette partie introduit la simulation par éléments finis du procédé de consolidation HPT pour de la poudre de fer pur. Au cours du procédé de consolidation par HPT, le matériau en poudre permet d'obtenir une faible porosité résiduelle et peut être considéré comme un matériau poreux constitué d'un ensemble d'éléments structuraux reliés entre eux ; la plasticité de la matière poreuse est réalisée par la déformation coordonnée des éléments structuraux. Basé sur des conditions physiques, un modèle analytique proposé par l'ukrainien Beygelzimer (professeur invité par le LabEx Damas pendant plus d'un an pendant la crise politique dans son pays) a été introduit pour simuler le procédé de consolidation HPT. Ce modèle analytique a été construit dans le logiciel commercial DEFORM - 2D / 3D, V11.0 (2014) et a été mené pour simuler le procédé de consolidation HPT.

Le travail de simulation a été effectué à la fois pour la première étape de compression axiale et pour l'étape suivante de torsion du procédé de consolidation par HPT. La première étape de consolidation par HPT est une compression uniaxiale uniforme. La condition aux limites sur les matrices a été considérée comme une parfaite adhérence de la poudre à la surface de contact plate et la loi de frottements de type Tresca a été utilisée sur la surface latérale.

Comme mentionné dans le paragraphe des résultats expérimentaux, la déformation de la matière poreuse est obtenue à la fois par glissement et par une déformation plastique des particules. Avec l'augmentation de la porosité, le glissement entre les particules est bloqué, de sorte que la déformation plastique de la matière commence à jouer un rôle dominant. En raison de l'écroutissage, la consolidation suivante de la matière dans des conditions de compression uniaxiale sans torsion nécessite beaucoup plus de pression que celle obtenue dans l'expérience. Par conséquent, on peut en déduire que la porosité a un niveau de saturation.

La deuxième étape de consolidation en HPT introduit une déformation en cisaillement de l'échantillon en faisant tourner la matrice-support du socle du dispositif HPT, tout en maintenant la pression axiale constante. La rotation de la matrice augmente la contrainte de cisaillement dans la poudre compactée. Au niveau de la faible porosité résiduelle, la contrainte de cisaillement peut atteindre une valeur proche de la contrainte d'écoulement en cisaillement du matériau non poreux. La contrainte de cisaillement croissante initie en outre une déformation plastique du matériau de base et provoque ainsi une diminution brusque du paramètre de frottement interne jusqu'à une valeur correspondant pratiquement au matériau non poreux, ce qui est couramment de l'ordre de 0,01 à 0,001, selon Beygelzimer¹. Cela conduit à une réduction supplémentaire de la porosité résiduelle.

¹ « Continuum model of the structural inhomogeneous porous body and its application for the study of stability and viscous fracture of materials deformed under pressure », Y. Beygelzimer, B. Efros, V. Varyukhin, A. Khokhlov, Eng. Fract. Mech., volume 48, pp 629-640, 1994

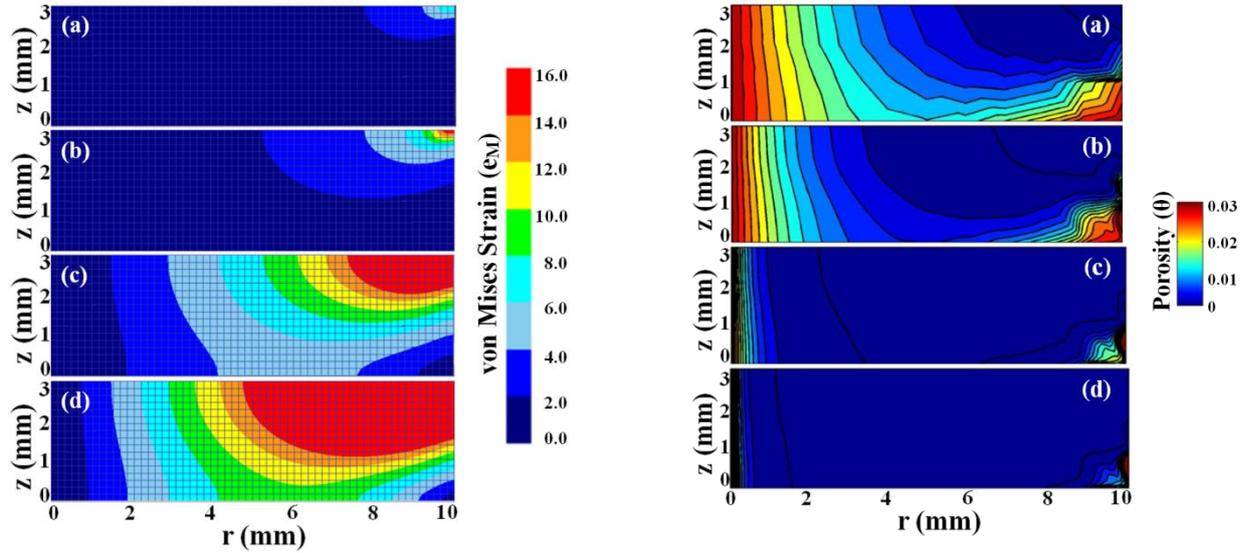


Figure 41 : distribution des déformations de von Mises et distribution de la porosité dans la section axiale d'un échantillon de fer pur sous une pression de 1.1 GPa et pour une rotation d'angles du support où (a): $\pi/4$, (b): $\pi/2$, (c): 2π , and (d): 4π .

Les simulations ont été réalisées en utilisant le logiciel DEFORM, avec un nombre de mailles initiales de 10 000 pour la pièce. La distribution de la porosité a été calculée en 1000 nœuds des mailles carrées uniformément réparties. La distribution de déformation de von Mises simulée et la distribution de porosité dans la coupe axiale de l'échantillon de fer pur sont représentées respectivement en figure 41 a) et b), où l'essai a été effectué sous une pression de compression constante de 1,1 GPa pour différents angles de rotation de la matrice-support : $\pi/4$, $\pi/2$, 2π et 4π . Il est observable sur la figure 41 a) que la déformation de von Mises introduite par le procédé de compression des poudres en HPT montre de fortes hétérogénéités, non seulement dans la direction radiale, mais aussi dans celle axiale. Une zone de haute déformation se développe dans une couche externe de l'échantillon adjacent à la matrice en se déplaçant pendant le procédé et le bord de cette zone très déformée se déplace comme un front d'onde dans le sens radial et axial avec l'augmentation de la rotation de la matrice. Sur la figure 41 b), la répartition de la porosité montre que la limite de la zone à faible porosité se déplace à la fois dans les directions radiale et axiale avec l'augmentation de la rotation de la matrice, conformément à la répartition de déformation. La simulation prévoit également une diminution de la porosité moyenne avec saturation à un niveau supérieur à zéro, ce qui est en très bon accord avec l'observation expérimentale.

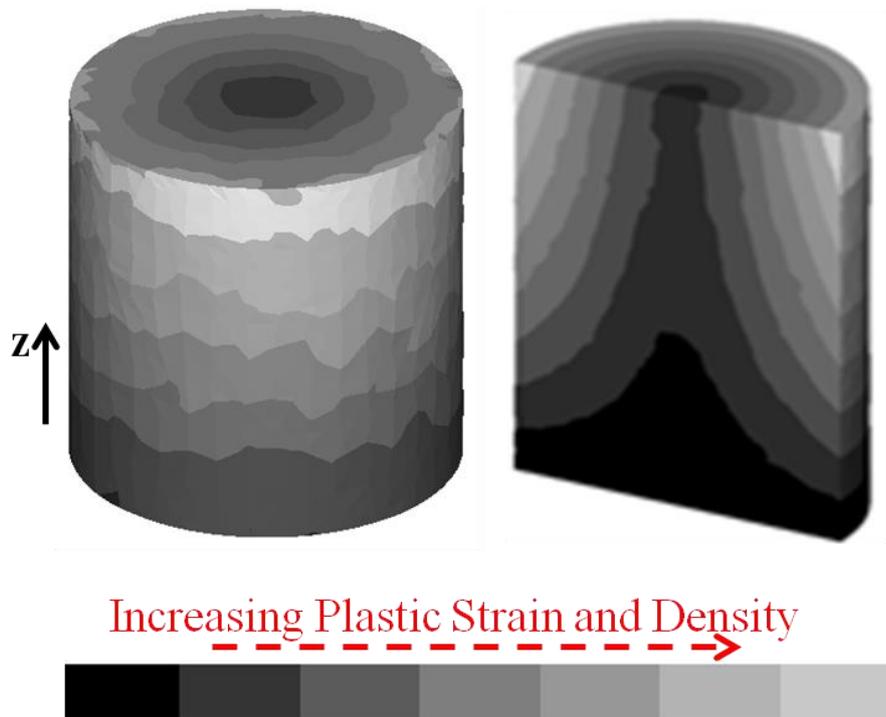


Figure 42 : Illustration en 3-D de la distribution de la déformation (densité) dans le volume de l'échantillon consolidé en HPT

La simulation basée sur le modèle Beygelzimer prédit bien les distributions de gradient de déformation et de porosité de l'échantillon de fer pur consolidée par HPT. Au cours du procédé de consolidation en HPT, une zone d'hyperdéformations se développe d'abord dans une couche adjacente de la matrice en rotation. En outre, la déformation plastique conduit au durcissement du matériau dans la couche déformée, puis la contrainte d'écoulement du matériau sature à grandes déformations, de sorte qu'à l'intérieur de la couche très déformée la contrainte d'écoulement devient presque uniforme. Quand une déformation supplémentaire est introduite, cette couche mince reste à l'état de saturation et conduit à la propagation de la déformation plastique progressivement dans les zones relativement faiblement déformées, provoquant le déplacement de la zone frontière intensément déformée à la fois dans la direction radiale et axiale de l'échantillon. Par conséquent, une structure de gradient se développe dans tout le volume. Pour visualiser cette structure de gradient formée au cours de la consolidation des poudres en HPT, la distribution des déformations (densité) dans le volume de l'échantillon en 3-D est représentée sur la Figure 42.

La comparaison des résultats de la simulation et des résultats expérimentaux a été réalisée, montrant de bons accords.

2.5 Thème 3 : Tribologie en hyperdéformations

La tribologie est la science du frottement. Point de convergence de plusieurs disciplines, elle est un champ d'étude important au niveau de ce qui se passe à la surface de contact de deux matériaux. Loin d'être trivial, le frottement est un phénomène particulièrement complexe et requiert une grande expertise pour maîtriser sa compréhension.

Pour ce troisième thème, je souhaite donc aborder son approche différemment en mettant en avant mes capacités fédératrices et managériales autour de cette nouvelle thématique afin de démontrer mon habilité à diriger des recherches qui ont permis la naissance d'un groupe de travail transversal au sein du LEM3.

Enoncé du besoin

Cette thématique s'est immiscée dans mes activités de recherche et est devenue au fil du temps un de mes domaines d'expertise toute proportion gardée bien évidemment. Au départ, une évidence, un manque ; la modélisation des procédés d'hyperdéformation souffrait d'une absence de connaissance aux interfaces de glissement, que ce soit pour le procédé ECAP, HPT ou HPTT. Pour le premier procédé, le frottement représentait plutôt un frein au mouvement de l'échantillon contre les matrices tandis qu'il devenait un allié pour les deux autres, voir figures 1, 3, 18 et 28. Dans tous les cas, un manque certain de connaissances qui se traduisait souvent par un paramètre de recalage n'ayant pas toujours de sens physique. Le co-encadrement de la thèse d'Arnaud Pougis fut un élément déclencheur du projet de recherche portant sur le frottement sec aux interfaces pour des pressions normales apparentes très élevées (de 500 MPa à 2 GPa). Afin de modéliser les procédés d'hyperdéformation, le besoin de qualifier ce qui se passait entre l'échantillon et les matrices devenait capital. On constatait également que la configuration de frottement pouvait être qualifiée d'extrême. Le confinement de l'échantillon conduisait à une pression hydrostatique très élevée, de l'ordre du GigaPascal voire plus encore. La littérature n'offrant pas de données suffisantes, la détermination expérimentale des propriétés du contact semblait être la seule voie envisageable. Le laboratoire d'étude des microstructures et de mécanique des matériaux (LEM3) est structuré en trois départements dont un département dédié à la Thermomécanique des Procédés et des Interfaces Outil-Matière (T-PRIOM). Avec ses trois axes de recherche, les problèmes multi-échelle et multi-physique sont abordés de manière équilibrée soit de manière appliquée soit de manière fondamentale. L'axe « contact rapide » étudie les aspects tribologiques d'une large gamme de procédés (micro et macro-usinage, abrasion, ...). En 2011, un rapprochement avec l'équipe dirigée par Sylvain Philippon a permis d'initier, par la suite, une thématique transversale pour nos départements respectifs.

Nouveau domaine de recherche

Une thématique transversale apporte de nouvelles connaissances mais elle vous fait aussi sortir de votre zone de confort, vous met face à vos propres limites et à de nouveaux challenges à relever. La tribologie, science du frottement, était donc un nouveau challenge à relever. Des premiers travaux de Léonard de Vinci à ceux de Maurice Godet au début des années 70, cinq siècles les séparent. Il ne s'agissait pas d'acquérir toutes ces connaissances mais de s'appuyer sur des spécialistes du domaine pour collaborer sur ce nouveau projet. La voie d'étude a été de considérer le procédé de frottement de manière macroscopique, une approche à deux corps. Cette approche répondait aux lois d'Amontons-Coulomb. On cherchait donc à mesurer le coefficient de frottement moyen entre deux solides en mouvement relatif l'un par rapport à l'autre en imposant les conditions de chargement (pression normale apparente, vitesse et longueur de glissement) et des conditions d'interface (rugosité). La température n'était pas pour l'instant prise en compte. Cette première approche ne considère que deux corps et n'offre donc qu'un rapport de frottement (coefficient de frottement) entre des grandeurs macroscopiques, à savoir les efforts normal et tangentiels apparent. On les qualifie d'apparents car ne s'appliquent pas sur les surfaces réelles de contact mais sur les surfaces dont les contours apparents limitent les surfaces. L'idée est donc d'utiliser des échantillons de géométrie simple et de les faire frotter ensemble dans des conditions aussi proches que possible des conditions existantes dans les procédés d'hyperdéformation. La vitesse de glissement est de l'ordre de quelques cm/min tandis que la pression normale peut atteindre plus d'un GigaPascal.

Premier tribomètre, premiers résultats

Nous avons développé un tribomètre qui permettait d'obtenir l'évolution du coefficient de frottement pour 1 mm de glissement (voir figure 43). Si l'appareil est simple dans sa conception et son utilisation l'est peut-être moins. Un échantillon cylindrique de révolution (corps 1) dont le matériau est représentatif du matériau constituant l'échantillon destiné au procédé d'hyperdéformation est introduit dans un trou calibré d'un piston mobile. Deux matrices (corps 2) sont en contact avec les deux extrémités dudit pion alors confiné. L'ensemble est pressé par un ensemble mécanique pouvant être assimilé à un étai. La mise en œuvre est relativement aisée ; la traverse mobile d'une machine de traction-compression applique sur le piston (et son échantillon) une charge qui provoque le glissement entre les deux matrices. On relève les efforts de poussée (effort de frottement) et le déplacement de la traverse en fonction de l'effort de serrage (effort normal apparent). Les géométries des échantillons des deux corps sont simples et autorisent une grande variabilité pour les rugosités de l'interface qui peuvent être orientées par rapport au sens de glissement. Le déplacement est malheureusement limité à 1 voire 2 mm ; malheureusement un peu loin de la longueur réelle de frottement pour les procédés étudiés. Cette limite en déplacement est due au comportement cinématique du tribomètre. En effet, les matrices peuvent rotuler si l'axe du pion s'éloigne du plan de chargement entraînant de possibles contacts parasites entre les matrices et le piston. Néanmoins, les travaux portant sur des pressions normales élevées sont rares dans la

littérature car appliquer des pressions apparentes uniformes importantes est très compliqué si la surface est large (cf. théorie de Hertz). De plus, cela conduit à des déformations plastiques dans la zone de contact qui limitent vite la valeur de la pression applicable. Dans tous les cas, les résultats seraient riches d'enseignement.

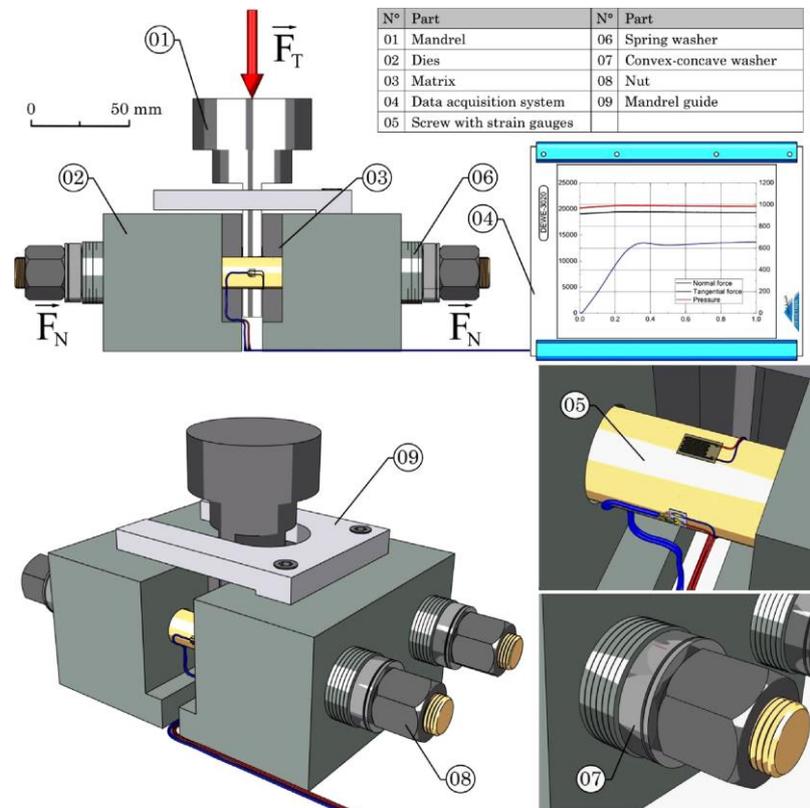


Figure 43 : Schéma de principe du premier prototype de tribomètre

Nous avons porté notre intérêt dans un premier temps sur le couple de matériaux composé d'un acier IF et d'un acier 45NiCrMi16. Le premier endossant le rôle de pion tandis que le deuxième celui de matrice. Cela correspondait à l'étude menée par Arnaud Pougis dans le cas de sa thèse que je co-encadrais (déjà présentée dans le thème 1 de ce chapitre). Une campagne d'essais a donc été réalisée en considérant des pressions normales variant de 230 à 1100 MPa pour une vitesse de glissement de 0,5 mm/min. L'influence de la rugosité de l'interface a également été considérée en proposant des matrices avec des surfaces rectifiées ou sablées. La recherche du coefficient de frottement au sens d'Amontons-Coulomb conduit à considérer deux types d'essais. Le premier correspond à la recherche du coefficient de frottement de glissement lorsqu'on impose une vitesse de glissement à un solide. Il correspond à la définition du frottement cinématique bien qu'ici la vitesse imposée ne soit pas très élevée. Le deuxième type d'essais ambitionne de mesurer le coefficient de frottement statique ou d'adhérence. Il s'agit d'appliquer une charge au solide jusqu'à provoquer son glissement, jusqu'à la perte d'adhérence. Il s'agit ici du coefficient de frottement statique. Ces essais confirmèrent les influences de la pression normale apparente et de la rugosité sur la valeur moyenne du coefficient de frottement. La rugosité augmente le rapport entre l'effort

tangentiel et l'effort normal tandis que la pression normale apparente le diminue. Les résultats ont été intégrés aux travaux de thèse d'Arnaud Pougis (voir chapitre 2 de son manuscrit de thèse). Ils ont fait l'objet d'une première publication¹ dans *Tribology International* en 2013.

Ce premier travail était très enrichissant et m'a apporté quelques satisfactions. Il y a bien évidemment l'aspect scientifique qui a drainé son lot de nouveaux résultats exploitables pour la simulation des procédés d'hyperdéformation confortant ainsi mon idée initiale d'explorer le domaine de la tribologie. Ce projet m'a permis d'être à l'initiative d'une collaboration de chercheurs de domaines différents pour un projet scientifique multi-physique et certainement multi-échelle comme nous le verrons un peu plus loin. Il y a néanmoins quelques frustrations dans cette première approche. Si le dispositif expérimental est simple, il offre des résultats très limités. Sa seule instrumentation reste la mesure des charges normales imposées par les systèmes de serrage. Ces systèmes de serrage réclament eux-mêmes une certaine dextérité des deux opérateurs pour appliquer en même temps les charges convenues sous peine d'engendrer des contacts parasites. De plus, le déplacement reste de l'ordre du millimètre et même si les résultats sont encourageants, ils ne permettent pas d'extrapoler avec certitude le comportement tribologique à des longueurs plus importantes. Enfin, l'approche du problème de frottement a retenu une hypothèse de frottement sec à deux corps. Cette hypothèse est certainement à reconsidérer en s'appuyant sur une analyse plus fine de l'interface obtenue après des tests où le frottement a été le plus intense. En effet, des analyses microstructurales ont fait apparaître sur une coupe transverse (figure 44) une zone fortement cisailée avec l'apparition d'une bavure issue du processus de friction. La matière qui la compose, provient du pion qui alimente donc d'un troisième corps. L'aspect macroscopique à deux corps peut satisfaire la recherche d'un paramètre utile à la simulation du procédé ECAP par exemple, mais ne suffit pas à la compréhension des mécanismes tribologiques qui ont conduit à l'ensemble des résultats obtenus. Il faut donc poursuivre ces travaux en considérant maintenant un processus de frottement à trois corps.

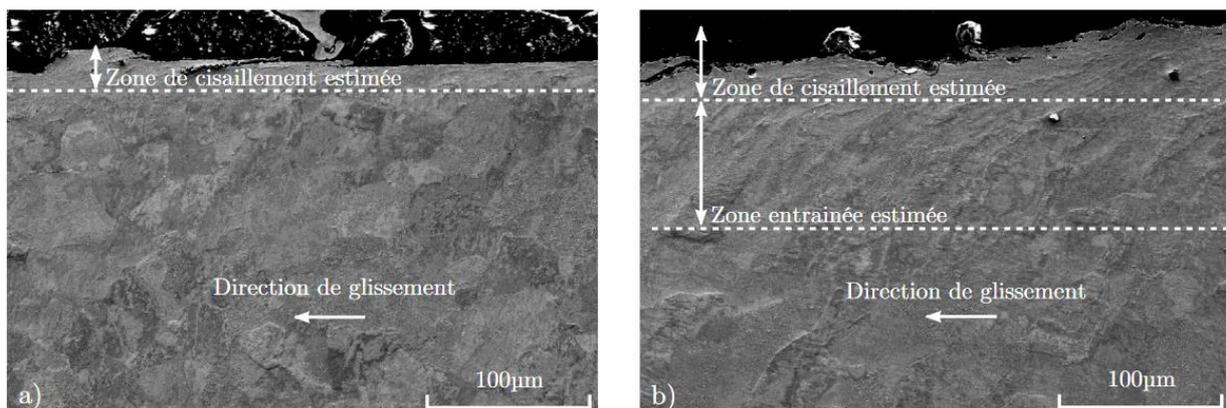


Figure 44 : Micrographies MEB pour deux échantillons frottés sur des surfaces sablées
a) pour une pression de 230 MPa ; b) pour une pression de 1150 MPa

¹ Publication n°8 de l'annexe du chapitre 1

Vers un nouveau dispositif plus performant

Dans cette perspective, il fallait corriger un certain nombre de défauts et offrir de nouveaux résultats. Un autre outil expérimental s'imposait. Le cahier des charges reprenait celui du premier dispositif en termes de gamme de pression normale à imposer mais ajoutait un glissement de plusieurs millimètres. Le principe de l'étau apparaissait après une analyse fonctionnelle comme être la meilleure solution. Les solutions technologiques devaient néanmoins être revues afin d'offrir des rigidités bien meilleures. Trouver du temps à ce nouveau développement n'est réellement pas concevable quand on est enseignant-chercheur. Je me suis donc tournée vers l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Metz et plus particulièrement vers le service des Relations Industrielles en proposant un sujet pour un projet de Fin d'Etudes. Un binôme d'étudiants-ingénieurs devait réaliser cette étude et proposer un projet complet afin de le soumettre à des sous-traitants pour réalisation.

Une solution intégrant de nombreux guidages rigides rendant l'ensemble hyperstatique voyait donc le jour en juin 2013. Les coûts de l'étude et la fabrication s'élevèrent à un montant de 50 000€ que j'ai financé grâce à un reliquat de projet ANR et des fonds du PM² (détails dans la partie « contrats publics » du chapitre 1). Le dispositif offre quelques garanties sérieuses dans la possibilité de glisser sur plus de trente millimètres. Il permet également de conserver les géométries simples des échantillons précédents. L'application de l'effort normal n'est plus directement musculaire mais assistée par un système hydraulique autorisant des efforts très importants avec un contrôle permanent. L'effort normal est mesuré par un capteur piézoélectrique proche du mors mobile tandis que l'effort de frottement reste mesuré par la cellule de la machine qui impose le déplacement. Comme on peut le constater sur la figure 45, l'ensemble est beaucoup plus massif que le précédent.

Tout cela semble prometteur avec néanmoins un petit regret sur la possibilité de mesurer la température de l'interface. La mise en évidence dans les travaux précédents d'une zone fortement cisailée avait suscité un réel intérêt pour la mesure de la température proche de cette zone. Celle-ci étant très confinée, la mise en œuvre d'un tel dispositif (thermocouple) n'apparaissait pas vraiment si simple. De plus, la lenteur du processus de déformation ne permettait pas d'envisager des mesures de température fiables.

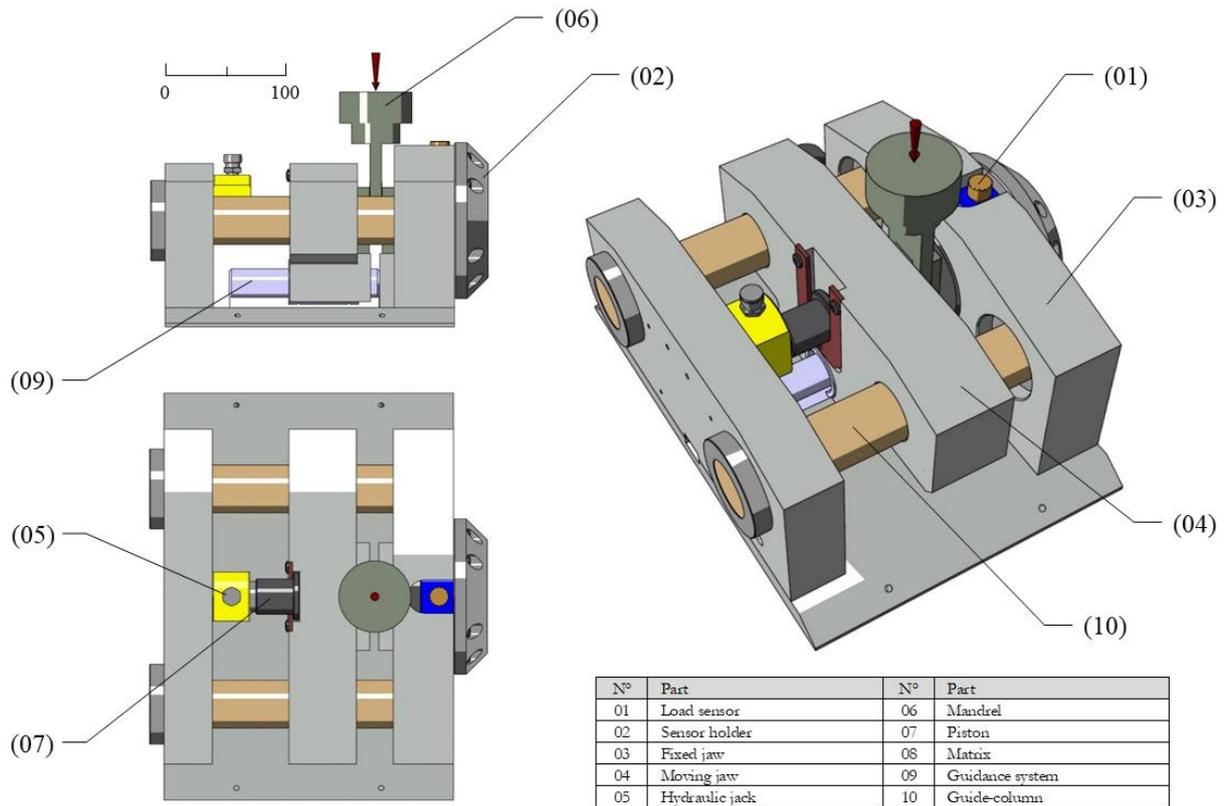


Figure 45 : deuxième version du tribomètre

Ce tribomètre de deuxième génération a été le support des travaux de Master 2 /PFE de Clément Dureau, étudiant de cinquième année de l'ENIM de l'option Recherche, Développement et Innovation (RD&I) au sein de notre équipe. Il devait mettre en œuvre ce nouveau dispositif expérimental et réaliser des essais de frottement sec pour différents couples de matériaux en imposant des longueurs de glissement (de l'ordre de 20 mm). Les tribo-couples étaient les combinaisons suivantes (Al 1050 – 45NiCrMi16 et Al 1370 – 45NiCrMi16). Les figures 46 illustrent les résultats obtenus pour les différentes campagnes d'essais. On y distingue l'évolution du coefficient de frottement sec pour des longueurs de glissement de 20 mm. La reproductibilité des résultats est bien meilleure que pour le précédent dispositif expérimental ; certainement à cause de la rigidité globale du montage largement augmentée. Le choix de développer un nouveau tribomètre était donc bien fondé. On notera que nous considérons encore une fois une approche à deux corps dans cette étude bien que le processus de friction ait mis en évidence la présence un troisième corps issu du pion. Ce troisième corps est la conséquence de l'écoulement plastique du pion entre l'espace (le jeu mécanique) créé par la matrice et le piston. Sa longueur correspond peu ou prou à la longueur de glissement pour les interfaces les plus rugueuses. Il semblerait donc que le comportement macroscopique du frottement serait piloté par la rugosité entre la matrice et le pion qui engendrerait un écoulement plastique localisé dans une bande où un cisaillement extrême serait observé. Ce travail a fait l'objet de deux communications orales dans un congrès international (Nortrib2018 en Suède) et dans un congrès national (JIFT 2018 à Nice).

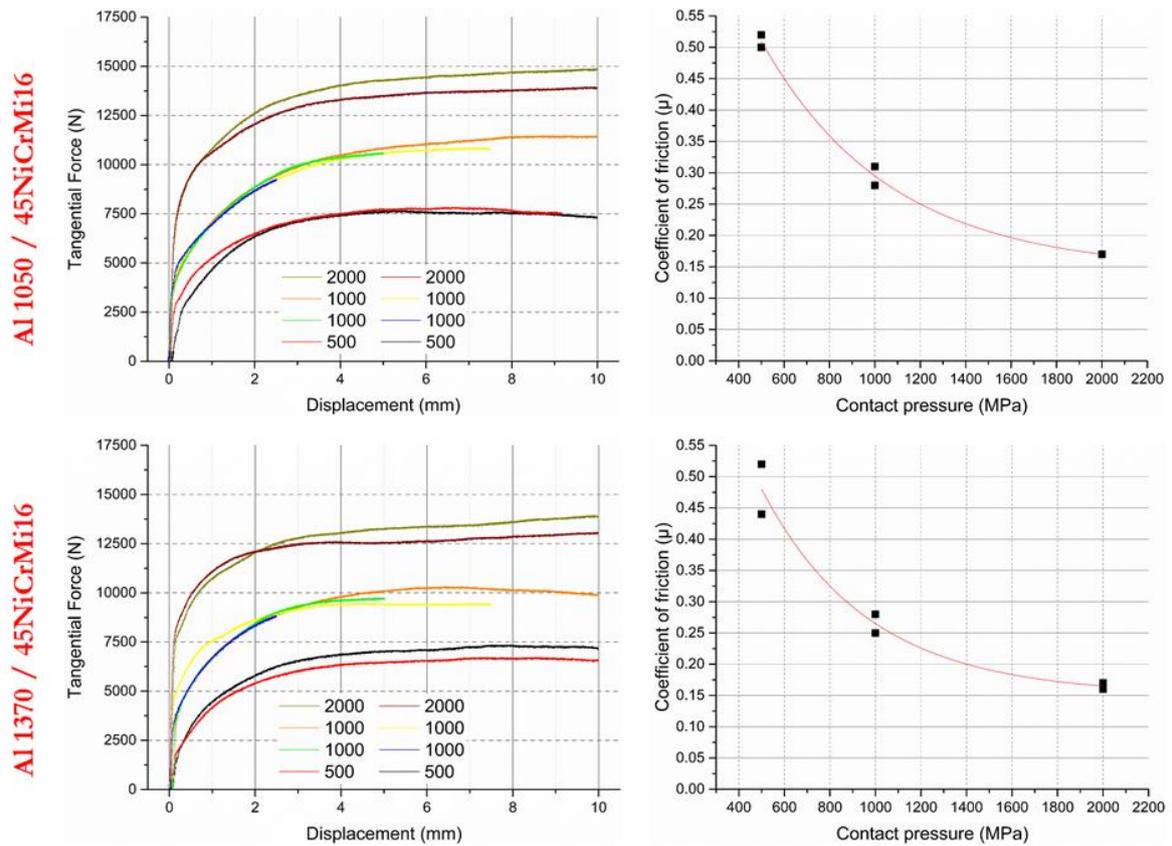


Figure 46 : Evolution de l'effort tangentiel en fonction du déplacement et évolution du coefficient de frottement sec pour une pression normale apparente variant de 500MPa à 2GPa

Le dispositif expérimental a également montré une belle adaptabilité à un autre domaine d'étude. Il a été utilisé dans le cadre d'une collaboration entre l'équipe du Professeur Sylvain Philippon et un enseignant-chercheur exerçant dans le domaine de la Science de la Terre (Laboratoire Georessources de Nancy). L'étude portait sur le glissement des roches dans les failles de la Terre à plusieurs kilomètres de profondeur sous la surface de la mer. Les conditions de contact sont à l'étude pour améliorer les modèles de simulation de glissement rapide. Une première étude soutenue financièrement par le CNRS (PEPS Mirabelle 2015) a permis d'étudier des glissements quasi-instantanés entre deux échantillons de gabbro pour des pressions faibles (10, 80 et 150 MPa) comparées à celles imposées dans nos précédentes études. Le glissement devait atteindre les trois mètres par seconde pour les essais les plus rapides. Le dispositif a donc été utilisé sous une tour de chute où l'énergie cinétique de l'impacteur a offert les vitesses de glissement atténuées. Une publication est en cours de rédaction. La mutualisation de ce nouvel équipement est une nouvelle raison de satisfaction.

2.5.1 Un contrat doctoral pour mieux comprendre

Pour poursuivre les travaux initiés sur le tribomètre de nouvelle génération, la proposition d'une thèse apparaissait évidente. Dans le cadre de la stratégie des projets transversaux du laboratoire, un sujet commun aux départements IMPACT et T-PRIOM a été proposé pour un contrat doctoral. Ce projet, en cours de réalisation, ambitionne de proposer une loi de frottement basée sur les mécanismes d'endommagement observés. La thèse de Chloé Franoux a débuté en octobre 2018. Son travail porte sur le couple cuivre (commerciallement pur) et l'acier. Un tribocouple présent dans les procédés d'hyperdéformation et dont le comportement mécanique est maîtrisé. Les échantillons de cuivre à destination du pion sont extraits de trois barres ayant été obtenues par procédés ECAP (0, 1 et 4 passes, voir figure 47).

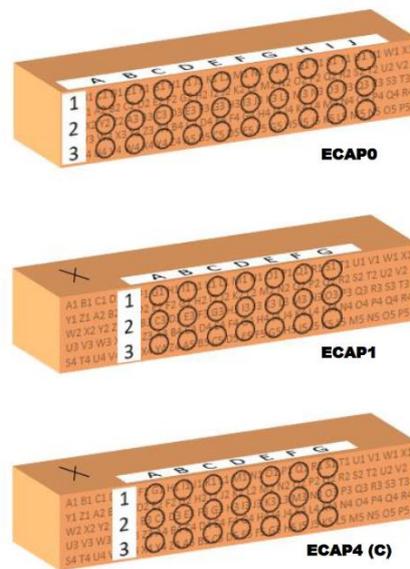


Figure 47 : Evolution de l'effort tangentiel en fonction du déplacement et évolution du coefficient de frottement sec pour une pression normale apparente variant de 500MPa à 2GPa

Dans un premier temps, des essais complémentaires avec le couple (IF – 45NiCrMi16) ont été réalisés. Ils avaient double vocation : compléter ceux obtenus pendant le stage de Master 2 de Clément Dureau en vue d'une publication et améliorer les protocoles expérimentaux qui sont toujours perfectibles. En effet, la solution pour extraire après essai le pion du piston a toujours été problématique, condamnant certainement fois l'analyse microstructurale des extrémités frottées. Le piston a donc été repensé dans le but de récupérer aisément le pion du dispositif. Une pièce intermédiaire a été ajoutée. Cette pièce supporte le pion dans le piston et est changée à chaque essai puisque découpée pour les besoins de récupération de l'échantillon. Nous avons contacté la cellule de Valorisation de la Recherche de l'Université de Lorraine. Une nouvelle version du tribomètre et ses solutions fait l'objet actuellement d'un dépôt d'invention (référéncée dans la partie brevet du chapitre 1).

CHAPITRE 3

***CONCLUSIONS
PROJETS EN COURS ET À VENIR***

3.1 Conclusions

Mes travaux de recherche ont été synthétisés dans ce mémoire. Ils s'organisent autour de la thématique des hyperdéformations, pendant ma thèse puis en tant que Maître de Conférence depuis 15 ans. Ils s'articulent autour de trois thèmes :

- Hyperdéformations des matériaux métalliques massifs
- Hyperdéformations des poudres
- Tribologie en hyperdéformations

dans lesquels trois thèses co-dirigées ont été soutenues et deux sont en cours. J'ai également co-encadré huit étudiants lors leur stage de Master 2 Recherche.

Je ne reprendrai pas, dans cette conclusion, la description précédemment détaillée des différentes problématiques et des développements de chacun de ces thèmes. Je souhaiterais juste prendre un peu de recul sur le travail de recherche effectué depuis une vingtaine d'année (mon doctorat ayant débuté le 1^{er} octobre 2021, quasiment 20 ans jour pour jour !). Le monde des « hyperdéformations » n'a pas cessé d'évoluer. De nombreux procédés en SPD sont apparus. Je suis fier d'écrire que j'ai un peu contribué avec l'équipe du LEM3 à cette évolution. Le procédé HPIT en est le parfait exemple. Une certaine reconnaissance de la communauté des chercheurs en SPD a été l'attribution de l'organisation du congrès phare dans le domaine, NanoSPD6, sur Metz en 2014 sous la houlette du Professeur Laszlo Toth. Le plus grand rassemblement mondial des spécialistes des SPD !

De plus, forte de compétences acquises depuis le début de ma carrière, j'ai tissé des liens étroits avec un bon nombre de chercheurs en France et à l'étranger afin de développer des procédés, des produits ou d'étudier la caractérisation de matériaux hyperdéformés. Ces partenariats concernent autant des projets courts (étude ponctuelle, suivi de master ...) que des projets à long terme (thèses, développements technologiques ...). Les collaborations nées par le biais de ces travaux de recherche avec des membres ou des invités du Labex DAMAS ou lors des deux ANR auxquelles j'ai participé, m'ont énormément apporté. Les approches scientifiques qui en ont découlées sont le fruit d'enrichissantes discussions de recherche. Sur le plan national, je citerai principalement celles avec Xavier Sauvage du GPM de Rouen et celles avec Mandana Arzaghi et Yves Nadot de l'Institut PPrime à Poitiers. Sur le plan international, celles avec le Professeur Skrotzki de l'Institut für Strukturphysik du Technische Universität de Dresden et le Professeur Satyam Suwas du Department of Materials Engineering de l'Indian Institut of Science de Bangalore (anciennement post-doctorant dans notre laboratoire de 2002 à 2003) auront été les plus fructueuses, puisqu'on peut dénombrer plus d'une douzaine de publications et contributions à des congrès en commun en 15 ans. Je souhaite que l'Habilitation à Diriger des Recherches puisse me permettre de renforcer ces collaborations ou en créer de nouvelles, par le biais éventuellement d'encadrements de thèses et le développement de nouveaux projets. Je pense avoir montré mes capacités à collaborer au sein d'une équipe, d'un axe de département, d'un laboratoire mais également lors de projet collectif de recherche. Sans oublier mon appétence pour les responsabilités administratives qui m'ont permis de développer mes aptitudes au travail de groupe.

3.2 Projet scientifique

La rédaction de ce mémoire d'Habilitation à Diriger des Recherches a été l'occasion pour moi d'identifier clairement les futures perspectives que je souhaiterais donner à mon travail d'enseignant-chercheur. Mes objectifs scientifiques à court et à moyen termes sont évoqués dans cette partie. J'aimerais orienter mes futures recherches dans les directions suivantes et approfondir certaines thématiques en cours de développement.

Depuis 2017, une collaboration avec l'Institut PPrime à Poitiers a débuté. Damien Touret, étudiant de master 2, avait initié des travaux communs en observant les mécanismes de base de propagation de fissure par fatigue dans les matériaux hyperdéformés. Cette première collaboration a abouti au financement d'une thèse dirigée par le Professeur Thierry Grosdidier au Lem3 et le Dr Mandana Arzaghi de l'Institut PPrime sur laquelle je suis co-encadrante (la législation française n'autorisant qu'un directeur et un codirecteur). Le sujet de ce travail s'oriente vers la compréhension des mécanismes de micro-propagation de fissures dans des aciers à gradients de microstructure obtenus par grenailage ultra-sévère. Notre expertise en hyperdéformation est associée à celle en fatigue de nos collègues poitevins. Le but est l'amélioration des propriétés des matériaux fortement liées aux performances de leurs surfaces qui peuvent être soumises à des chargements thermomécaniques particulièrement sévères. La fonctionnalisation de surface par des traitements d'hyperdéformation mécanique par projection de billes, tels que les "Surface Mechanical Attrition Treatment" (SMAT) ou "Ultrasonic Shot Peening" (USP), permet d'améliorer de manière significative les propriétés mécaniques. Ceci est principalement dû à la formation d'une microstructure à gradient où la présence de joints de grains et des joints de macles (nanométriques) contribue à une augmentation notable de la résistance mécanique tout en gardant une bonne ductilité. En termes de fatigue, des essais en flexion rotative sur des aciers ont confirmé le potentiel d'amélioration des propriétés sous charges cycliques. Des analyses post-rupture ont aussi pointé l'importance de l'état de surface sur l'amorce des fissures ainsi que sur leur propagation, comme en témoignait la présence de nombreuses fissures secondaires à la surface des éprouvettes sollicitées. L'objectif de cette thèse est de mieux comprendre les mécanismes de micro-propagation de fissures dans des aciers à gradient de microstructure possédant des natures de joints de grains/phases différents. Pour cela, trois aciers possédant des énergies de faute d'empilement différentes ont été traités par grenailage USP et la taille des structures, l'amplitude des gradients de micro-contraintes ainsi que la nature des joints de grains seront caractérisées par MET, DRX et EBSD. Des essais de fatigue uni-axiale sous air, à température ambiante et à force imposée sont en cours de finalisation sur des éprouvettes macroscopiques, avec ou sans traitement de USP, dans le but de tracer et d'interpréter les courbes S-N (une attention particulière sera portée sur les mécanismes d'amorçage). Ensuite, afin de déterminer les mécanismes qui gouvernent la propagation d'une fissure courte au sein des microstructures, des essais cycliques in-situ sous microscope optique et sous MEB sont en cours de réalisation. L'avantage premier de cette collaboration réside dans la complémentarité des deux équipes impliquées. Cette thèse et les travaux à venir sont l'occasion pour moi de développements en hyperdéformation de surface et d'approfondir mes modestes connaissances en fatigue. En 2022, d'autres travaux devraient prendre la suite de ceux développés par Damien Touret sur les matériaux hyperdéformés par ECAP.

D'autre part, les travaux initiés en 2012 entre les aspects "hyperdéformation" et "tribologie" en partenariat avec l'équipe « thermomécanique du contact rapide » de l'ex- laboratoire LaBPS de Metz (intégré au LEM3 à présent) concernaient la caractérisation du comportement en frottement sous haute pression normale apparente à l'interface matrice-échantillon des outils d'hyperdéformation. Comme décrit dans le chapitre précédent, un premier dispositif a été développé afin de reproduire les conditions de frottement observées dans les procédés d'hyperdéformation sous haute pression apparente (jusqu'à 1 GPa) pour des très faibles vitesses de glissement et différentes rugosités de surface. L'échantillon était confiné pour assurer une similitude avec les procédés étudiés tels que l'ECAP ou HPTT. Cette première étude complète avait permis d'évaluer les coefficients de frottement sec pour un acier IF glissant contre un acier 45NiCrMo16 (poli ou sablé) lors de la thèse d'Arnaud Pougis en 2013. De nombreuses améliorations ont ensuite été apportées au montage initial et la conception d'un nouveau dispositif a été réalisée. Ce dernier est aujourd'hui opérationnel et des tests sur d'autres couples de matériaux ont été réalisés. L'objectif de cette étude était donc de déterminer les coefficients de frottement statique et cinématique afin de les introduire en simulation numérique où ils sont trop souvent sous-estimés ou considérés comme des paramètres de recalage. Ce travail a été complété par des observations microstructurales des interfaces frottées afin de les comparer à celles observées dans les procédés d'hyperdéformation et de valider ainsi la complémentarité des approches. Un brevet est en cours de dépôt avec la SATT SAYENS. Une nouvelle thèse, dont je suis co-directrice, a débuté dans ce domaine fin 2019 et je souhaite m'investir particulièrement dans cette thématique à l'avenir prometteur. La doctorante, Chloé Franoux, a d'ailleurs obtenu de l'Université de Lorraine une bourse de mobilité internationale « DrEAM » de deux mois pour se rendre au département de Sciences des Matériaux du Technische Universität de Chemnitz en Allemagne afin de débiter une collaboration avec l'équipe du Dr Frint travaillant dans les mêmes domaines.

Je m'intéresse également depuis peu aux matériaux architecturés. Ces derniers, composés de deux matériaux ou plus, ouvrent de nouvelles possibilités de développer des propriétés de matériaux et peuvent offrir des performances multifonctionnelles en raison de la variété des combinaisons possibles entre les matériaux. La production de matériaux architecturés par déformations plastiques sévères est un nouveau domaine de recherche dans la communauté des chercheurs en hyperdéformations. Au LEM3, notre plateforme expérimentale unique dans ce domaine en France a un fort potentiel pour produire ces matériaux architecturés. Pour ce faire, nous utilisons essentiellement le procédé HPTT. L'objectif de ces travaux en cours (débuté au premier semestre 2019 lors de l'encadrement de l'étudiant de master 2 recherche, Saeid Biriaie) est de fabriquer des tubes constitués d'aluminium et de cuivre pour obtenir une nouvelle structure avec de nouvelles propriétés mécaniques. Le laminage a également été testé, avec succès, afin de lier les deux métaux à température ambiante. Nous sommes en train de démontrer expérimentalement qu'il est possible d'obtenir une excellente adhérence entre l'aluminium et le cuivre simplement en les déformant à température ambiante. L'écoulement plastique et la liaison d'interface entre les deux matériaux dans des conditions d'hyperdéformation ont été étudiés expérimentalement par métallographie, tomographie, microscopie électronique à balayage et EBSD. Nous menons également une étude théorique pour déterminer le gradient de déformation à l'intérieur de la paroi du tube, en se concentrant sur le gradient de la déformation en cisaillement à l'interface. Cette étude

analytique permet de comprendre les résultats de nos expériences. Une publication est en cours de rédaction. Ce travail est la porte ouverte à de nouvelles pistes de recherche que je souhaiterais développer à moyen terme. De plus, lors d'une pré-étude avec le Professeur Bouaziz (collègue du LEM3) et sa doctorante, il avait été montré qu'il était possible de fabriquer rapidement, par des procédés simples, des matériaux sandwichs architecturés à cœur froissé. Comme toutes les structures sandwichs optimisées, elles présentent d'excellentes performances mécaniques, qui ont été notamment étudiées en flexion. En s'inspirant de cette technique pour le cœur froissé, nous avons débuté en 2017, de nouvelles expérimentations en hyperdéformations, plus précisément en HPT. En effet, des feuilles d'aluminium et de cuivre ont été froissées puis déformées par torsion. Les premières microstructures donnent des résultats novateurs (qui viennent d'être publiés¹) et m'encouragent à vouloir approfondir mes recherches dans ce domaine. Des discussions sont en cours avec le Professeur Bouaziz pour monter un projet ANR à court terme.

A l'instar des travaux de développement de procédés menés par l'équipe « hyperdéformations » dirigée Professeur Toth et à laquelle je contribue depuis le début des années 2000, je souhaiterais également poursuivre dans cette voie mes futures investigations en recherche. De nouveaux procédés viennent d'être brevetés pour la plateforme hyperdéformations, ce qui ouvre de belles perspectives comme pour le « High Pressure Compressive Shearing » (HPCS), le « Friction Assist Lateral Extrusion Process » (FALEP) ou le « Plastic Flow Machining ». De plus, je souhaiterais poursuivre mes recherches avec Yajun Zhao, assistant-professeur à JiaoTong University à Dalian en Chine. Il est actuellement en train d'organiser une collaboration à long terme, soutenue et déjà approuvée par le gouvernement chinois, entre le LEM3, le Labex DAMAS et son université.

La responsabilité du projet scientifique d'une équipe incombe principalement aux Professeurs des Universités et aux personnes Habilités à Diriger des Recherches ; c'est dans cette voie que je souhaite m'inscrire pour les années à venir.

¹ Publication n° 1 de l'annexe du chapitre 1