

Chapitre 2. MATÉRIAUX ET MÉTHODES DE CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE

Ce chapitre présente les différentes nuances analysées dans cette étude, leurs conditions d’élaboration et les techniques de caractérisation employées pour analyser les microstructures de déformation.

2.1 Matériaux de l’étude

2.1.1 Composition chimique

De nombreux matériaux ont été élaborés et caractérisés dans cette étude. Ils sont tous issus d’une matrice ferritique contenant 14% de Cr et 1% de W en pourcentage massique. La principale différence résulte dans la quantité et la nature des renforts introduits dans la matrice. Ainsi, le rôle des précipités sur les mécanismes de déformation à chaud et les évolutions microstructurales sous-jacentes seront particulièrement mis en évidence. Quatre nuances ont été ainsi obtenues dont les compositions chimiques, en éléments majeurs, sont indiquées dans le Tableau I-2.

Tableau I-2 : Composition chimique des nuances étudiées, exprimée en pourcentage massique, des éléments majeurs.

Nuance	Fe	Cr	W	Ti	Y ₂ O ₃
ODS fortement renforcée	Bal.	14	1	0.4	0.3
ODS de référence	Bal.	14	1	0.3	0.25
Renforcée en Ti	Bal.	14	1	0.4	-
Non renforcée	Bal	14	1	-	-

À partir de la nuance ODS de référence, une cinquième nuance dite « surcuite » a été élaborée. La poudre a subi un traitement thermique à 1350°C pendant 3h avant consolidation afin d’induire une croissance des nano-précipités par murissement d’Ostwald [Williams, Ceri A., *et al.* - 2012]. Au total, nous avons donc étudié 5 nuances d’aciers inoxydables ferritiques.

Pour rappel, chaque élément d’alliage remplit une fonction distincte :

Le chrome : pour assurer une bonne résistance à la corrosion. Il donne aux aciers ODS leur caractère inoxydable par formation d’une couche de passivation constituée d’oxyde de chrome. C’est un élément α -gène qui rétrécit le domaine γ .

Le tungstène : pour durcir le matériau par effet de solution solide.

Le titane : pour améliorer la résistance mécanique à haute température, grâce à une homogénéisation et à un affinement de la dispersion d’oxydes [Ukai, S., *et al.* - 1993].

L’oxyde d’yttrium : pour former avec le titane des précipités très fins, de type Y-Ti-O, améliorant la résistance au fluage.

2.1.2 *Processus d'élaboration*

2.1.2.1 *Nuances ODS*

Les matériaux ODS utilisés dans cette étude ont été préparés selon le protocole standard du CEA. La poudre pré-alliée, atomisée au gaz (Ar) par la société *Aubert&Duval* et cobroyée avec de l'yttrine par la société *Plansee*, a été introduite dans une billette en acier doux (nuance C22) d'un diamètre extérieur de 72 mm et de 240 mm de longueur. La billette est fermée à l'aide d'un bouchon inséré sous une presse de 30 tonnes, puis soudé afin d'assurer l'étanchéité de la billette avant un dégazage à 400°C pendant 2h sous un vide secondaire de l'ordre de 2.10^{-5} mbar. Cette opération permet de limiter la présence des porosités dans le matériau final [Couvrat, M. - 2011]. La billette a ensuite subi un pré-frittage à 1100°C pendant 1h dans un four rayonnant sous air, avant d'être filée à chaud à l'aide d'une presse hydraulique (effort maximum 575 tonnes). Le filage est réalisé à une vitesse de fouloir de 25 mm/s et dure quelques secondes seulement. Le diamètre de sortie de la filière est de 21 mm, ce qui correspond à un rapport de filage de 13. La barre ainsi filée mesure plus d'un mètre de longueur et présente un cœur ODS de 17.5 mm de diamètre recouvert de 1.75 mm de gaine en acier doux. Le produit filé est ensuite refroidi à l'air.

Afin de pouvoir suivre l'évolution de la microstructure à différents instants du procédé de filage, des filages interrompus sont nécessaires. Ces essais interrompus sont conduits de la même manière que les filages de référence à l'exception de la course du fouloir, qui est limitée par une cale de 70 mm. Ainsi, on obtient un culot de filage constitué d'une partie complètement filée et d'une partie encore en amont de la filière (Figure I-41-a). Cette matière, appelé « état 0 », est entièrement consolidée [Sornin, D., *et al.* - 2013a], mais n'a pas subi les déformations liées au passage dans la filière. Elle est également utilisée pour usiner les éprouvettes d'essais thermomécaniques (torsion et compression) réalisés dans cette étude. De plus, l'analyse d'une coupe longitudinale du culot de filage (Figure I-41-b) permet de retracer l'histoire thermomécanique subie par la matière pendant son passage dans la filière. Ceci est possible via des observations microstructurales à différentes positions le long des lignes de courant.

2.1.2.2 *Nuance renforcée au Ti*

Cette nuance a été atomisée par *Aubert&Duval* et broyée, sans addition d' Y_2O_3 , au LTME_x-CEA. Le broyage a été effectué dans un attriteur vertical pendant 10h sous atmosphère d'argon, avec un rapport $V_{billes}/V_{poudre}=15/1$, et une vitesse de rotation nominale de 400 rpm. La poudre broyée, obtenue en deux lots, présente une granulométrie moyenne de 300 μm . Elle a été ensuite mise en gaine, dégazée et consolidée par filage interrompu dans les mêmes conditions que les nuances ODS précédentes.

2.1.2.3 *Nuance non renforcée*

Cette nuance sans renfort a été élaborée dans l'objectif d'analyser le comportement de la matrice seule, et par conséquent d'identifier l'effet des nano-renforts sur les mécanismes de déformation des nuances ODS. Atomisée par *Aubert&Duval*, la poudre présente un diamètre moyen de l'ordre de 250 μm . Elle est ensuite filée directement sans broyage. L'étape de filage est réalisée dans les mêmes conditions que les nuances précédentes.

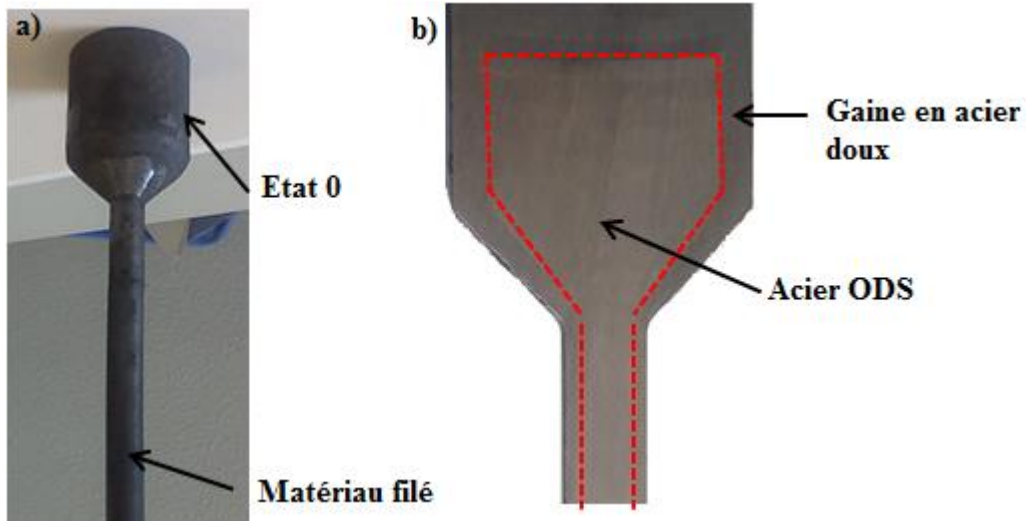


Figure I-41 : Matière obtenue par filage interrompu : a) culot de filage, et b) coupe longitudinale, par électroérosion, suivant le plan médian d'un culot de filage.

2.2 Caractérisation de la microstructure par EBSD

L'EBSD (Electron BackScattering Diffraction) est une technique basée sur la diffraction des électrons rétrodiffusés par un matériau cristallin placé sous le faisceau électronique d'un microscope électronique à balayage (MEB). Elle permet d'acquérir une multitude de données sur la microstructure analysée : la morphologie des grains, la distribution des joints de grains, les gradients d'orientations intragranulaires, la texture cristallographique... Contrairement aux autres techniques de diffraction (Rayons X ou Neutrons), l'EBSD permet de corréler texture morphologique et cristallographique, c'est-à-dire la taille et la forme des grains, et la distribution des orientations cristallographiques associée.

Dans cette étude, nous avons utilisé un MEB-FEG (*Field Emission Gun*) équipé d'un système EBSD Brücker. Le post-traitement des données acquises est effectué par le logiciel HKL Channel 5.

2.2.1 Principe de l'EBSD

Après diverses interactions élastiques et inélastiques entre le faisceau électronique et l'échantillon, une partie des électrons est diffusée et une autre rétrodiffusée en dehors de l'échantillon. Parmi ces électrons rétrodiffusés, certains sont nécessairement en condition de diffraction de Bragg avec les différentes familles de plans cristallographiques. Ces électrons rétrodiffusés et diffractés par certaines familles de plans forment des cônes de diffraction. L'intersection des cônes de diffraction avec un écran phosphorescent, placé face à l'échantillon, forme des bandes appelées **bandes de Kikuchi**, dont la largeur est inversement proportionnelle à la distance inter-réticulaire des plans diffractant. Pour augmenter la qualité des diagrammes de Kikuchi, l'échantillon est incliné à 70° (Figure I-42).

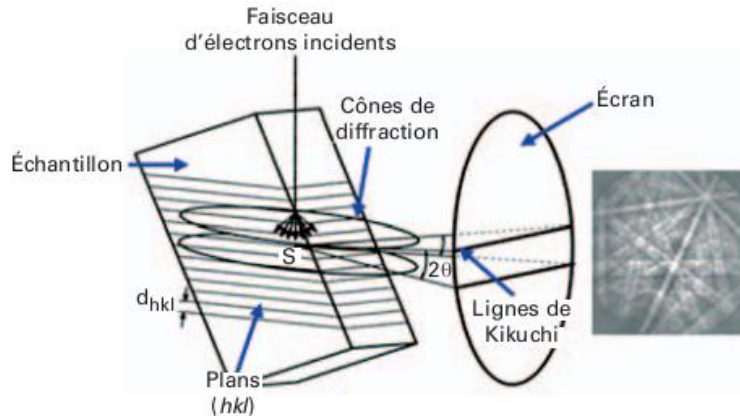


Figure I-42 : Principe de formation des lignes de kikuchi en EBSD [Baudin, T - 2010].

2.2.2 Indexation des diagrammes

Les diagrammes de Kikuchi étant formés, il convient alors de les indexer afin de caractériser l'orientation cristallographique correspondante. L'indexation se fait automatiquement grâce à des algorithmes de détection des bandes dans le diagramme numérisé. Elle peut se faire :

- *Online* quand les points sont indexés au fur et à mesure que l'échantillon est balayé,
- *Offline* quand l'indexation est effectuée après l'enregistrement de l'ensemble des clichés.

Dans la présente étude, le diagramme de Kikuchi est défini par la détection de 7 bandes minimum. L'indexation se fait *online* avec un temps d'indexation d'environ 7ms par point.

2.2.3 Traitement des données EBSD

Après acquisition, les données sont enregistrées dans un fichier « *.bcf » (codage spécifique au système Brüker). Ce fichier est converti par la suite en un fichier texte « *.ctf » contenant la liste de tous les points mesurés sous forme de tableau. Chaque point est défini par :

- La phase : si l'échantillon est multi-phasé, chaque phase correspond à un numéro (1 paramètre)
- Sa position (x,y) (2 paramètres)
- Son orientation cristallographique, si le point est indexé, donnée par les trois angles d'Euler (3 paramètres)
- L'indice de confiance évaluant la fiabilité de la mesure (1 paramètre)
- La qualité d'image (1 paramètre)

La première étape de traitement des données EBSD consiste à nettoyer les cartographies, c'est-à-dire remplacer les points non indexés par l'orientation des pixels voisins. Ces points non indexés, appelés aussi « zero solution », correspondent aux pixels auxquels le logiciel ne peut pas attribuer une orientation. Il s'agit généralement des zones fortement écrouies, des rayures sur la surface de l'échantillon, ou encore des joints de grains. Une fois la cartographie nettoyée, l'exploitation des mesures peut alors commencer.

2.2.4 Exploitation des données EBSD

Les aciers ODS présentent des microstructures fines et très hétérogènes, ce qui rend leur caractérisation complexe. En effet, la microstructure très fine nécessite un pas de mesure faible (50 nm), tandis que l'hétérogénéité mésoscopique nécessite d'étudier des zones suffisamment étendues pour être représentative de la microstructure. De plus, l'hétérogénéité de taille et de morphologie des grains rend difficile la

quantification des données microstructurales. Etant donné ces difficultés, divers paramètres caractéristiques ont été introduits afin de permettre une meilleure description des microstructures obtenues après déformation à chaud.

2.2.4.1 Distribution de la taille des grains

Deux méthodes sont utilisées pour estimer la taille des grains :

- **Diamètre de cercle équivalent** : diamètre du cercle formé avec une aire équivalente à l'aire de la section du grain, donné par : $D_{circle} = \sqrt{\frac{4 * A}{\pi}}$ où A est l'aire du grain.
- **Intersection linéaire ou méthode des intercepts** : elle consiste à mesurer la distance entre les points d'intersection entre des joints de grains et un segment de droite qui traverse le grain (Figure I-43). Cette mesure renseigne sur l'espacement entre tous les (sous) joints de grains présents dans la microstructure. Elle constitue un autre moyen de caractérisation de la taille des (sous) grains.

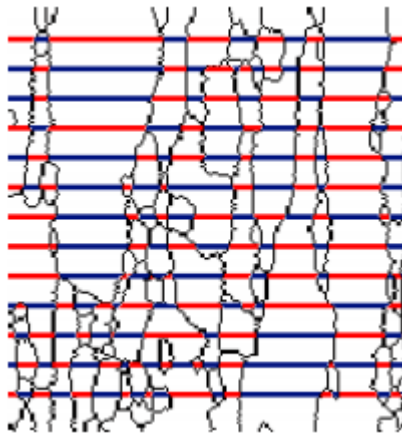


Figure I-43 : Illustration de la méthode des intercepts. Un changement de couleur indique la rencontre d'un (sous) joint de grains.

2.2.4.2 Facteur de forme des grains

Sa valeur est déterminée en ajustant une ellipse autour du grain, et en mesurant le rapport de la longueur du grand axe à la longueur du petit axe. Il permet de révéler l'anisotropie morphologique d'une microstructure. Un grain équiaxe possède un facteur de forme proche de 1, alors qu'un grain allongé présente un facteur de forme beaucoup plus élevé. Ainsi, la valeur du facteur de forme est toujours supérieure ou égale à l'unité.

2.2.4.3 Distribution des angles de désorientation

Il s'agit de la distribution en fréquence de la désorientation cristallographique entre deux pixels. Cette distribution peut être corrélée ou non corrélée.

- La distribution **corrélée** est la plus souvent utilisée. Les angles de désorientation sont mesurés entre pixels voisins. Elle permet de déterminer les proportions de parois de forte (%HAB pour *High Angle Boundaries*) et de faible (%LAB pour *Low Angle Boundaries*) désorientation, et par conséquent de suivre la transformation éventuelle des sous joints de grains en joints.

- La distribution **non corrélée** contient, quant à elle, des informations concernant la désorientation entre points sélectionnés d'une manière aléatoire, et qui ne sont donc pas forcément voisins. Cette distribution, comparée à la distribution de *Mackenzie*, renseigne sur le degré d'isotropie de l'échantillon analysé. Pour cette étude, seule la distribution corrélée est employée.

2.2.4.4 Distribution des désorientations intragranulaires

Les désorientations au sein des grains peuvent être quantifiées grâce au KAM (Kernel Average Misorientation). Ce paramètre permet de mesurer la désorientation moyenne entre le pixel considéré et ses voisins (Figure I-44), en excluant du calcul toutes les désorientations supérieures à la valeur de l'angle critique (Θ_{JdG}), choisi pour définir un joint de grain. Il est égal à 10° dans notre cas. Le KAM s'exprime en degrés, et est associé à un pixel.

$$KAM = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \theta_i$$

Avec N le nombre de pixel voisins, définissant le rayon du kernel, et θ_i l'angle de désorientation entre le pixel considéré et son voisin i ($\theta_i < \Theta_{JdG}$). Le KAM peut être directement corrélé à la densité de *dislocations géométriquement nécessaires* (GND) présentes dans le matériau déformé [Kubin, L. P., *et al.* - 2003], [Gao, H., *et al.* - 1999].

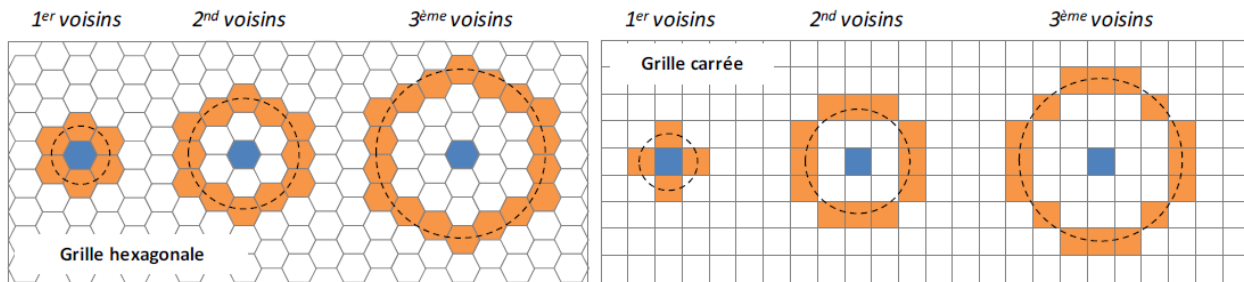


Figure I-44 : Représentation du KAM, suivant le nombre de voisins choisi, en fonction du type de grille de la cartographie EBSD.

2.3 Diffraction des rayons X

Les analyses DRX présentées dans cette étude sont réalisées au SRMA/LA2M par S. Bosonnet sur un diffractomètre Bruker D8-Discover équipé d'un berceau d'Euler $\frac{1}{4}$ de cercle, au centre duquel se trouve une platine porte-échantillon mobile selon 3 axes de directions orthogonales. Le collimateur de diamètre 1 mm est mis en place pour limiter l'analyse aux zones d'intérêt. Les analyses de texture ont été réalisées par mesure des plans $\{110\}$, $\{200\}$ et $\{211\}$. Ici, nous ne présentons que les plans $\{110\}$.

Pour mesurer la texture des échantillons issus du filage, le repère lié à l'échantillon est défini selon la direction d'extrusion (ED), la direction transversale (TD) et la direction normale (ND). ND est au centre des figures de pôles. La position $\chi=0^\circ$ correspond au centre de la figure et $\chi = 90^\circ$ est à la périphérie. La position $\varphi=0^\circ$ est donnée par la direction axiale (ED) et la direction transverse (TD) coïncide avec $\varphi=90^\circ$.

Rappel sur les angles du goniomètre :

Le générateur de RX est fixe. En plus de la rotation de l'échantillon d'un angle θ autour de l'axe X, et de la rotation du détecteur d'un angle 2θ par rapport au faisceau incident (montage θ - 2θ), la configuration du goniomètre permet deux autres rotations : la rotation φ autour de l'axe Z et la rotation χ autour de l'axe Y (Figure I-45).

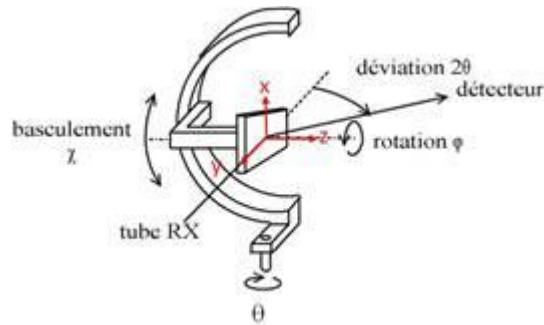


Figure I-45 : Schéma du montage de diffraction des rayons X utilisé pour mesurer la texture.

2.4 Moyens de caractérisation complémentaires

En plus de techniques de l'EBSD et de la DRX, d'autres moyens de caractérisation microstructurale sont également utilisés dans cette étude afin de compléter et enrichir les analyses. Ces moyens sont :

- La diffraction des neutrons : pour mesurer la texture cristallographique d'un volume important, de l'ordre du cm^3 .
- La microscopie électronique en transmission : pour caractériser les précipités fins présents dans les matériaux étudiés.
- Les mesures de dureté. Il s'agit de dureté Vickers généralement réalisée avec des charges de 1 à 5 Kg.

2.5 Préparation des échantillons

Afin de réaliser des observations microstructurales, les échantillons prélevés ont été polis. Le polissage mécanique s'effectue sur des papiers abrasifs au carbure de silicium jusqu'au grade 1200, puis grâce à des pâtes diamantées d'une granulométrie allant de 9 à $1 \mu\text{m}$. Une solution de silice colloïdale (OPS) permet ensuite d'éliminer les fines rayures résiduelles. Cet état de surface est suffisant pour faire des observations au MEB ou des analyses de texture par DRX.

En revanche, compte tenu du caractère superficiel de l'analyse EBSD, il est important d'apporter des soins supplémentaires à la surface d'observation. Une étape de finition à l'OPS sur un plateau vibrant pendant plusieurs heures (6 à 8 h) est donc réalisée.

PARTIE II.

ÉTUDE DU PROCÉDÉ DE FILAGE À CHAUD

Chapitre 1. DÉTERMINATION DU CHARGEMENT THERMOMÉCANIQUE LIÉ AU PROCÉDÉ DE FILAGE PAR LA SIMULATION NUMÉRIQUE

Ce chapitre a pour but d'étudier les évolutions des paramètres thermomécaniques durant le procédé de filage. Compte-tenu de la complexité du chargement, la simulation numérique reste le moyen adéquat pour le déterminer. Pour cela, une loi de comportement a été identifiée avec des essais de torsion à chaud, et utilisée pour simuler le procédé par la méthode des éléments finis. Avant d'aborder cette partie numérique, une présentation du procédé de filage des aciers d'une manière générale suivi d'un focus détaillé sur le procédé de filage à chaud du CEA est faite.

1.1 Généralités

Le filage (« extrusion » en anglais) est un procédé de transformation appliqué notamment aux matériaux métalliques. Il consiste à exercer une pression sur un bloc métallique pour qu'il traverse une filière dont l'orifice définit la géométrie du produit obtenu. Le procédé permet d'obtenir en pratique des taux de déformation très élevés.

À l'origine, ce procédé a été développé pour la transformation du cuivre mais il fut très vite appliqué à la plupart des métaux dits "mous" dès la fin du XIX siècle. Le filage des aciers est quant à lui relativement récent (milieu du XX^{ème} siècle) [Evans, G. - 1938] ; le procédé est pourtant identique à celui utilisé pour les métaux « mous ». Son développement fut ralenti en raison des températures beaucoup plus hautes à atteindre (autour de 1200°C) pour que la déformabilité de l'acier soit meilleure. Ces conditions ont soulevé deux défis technologiques :

- Le filage doit être réalisé en un temps très bref ; d'une part pour ne pas faire chuter la température au contact des outils qui ne peuvent pas être chauffés à de telles températures, et surtout pour ne pas dégrader ces mêmes outils par un contact prolongé. Les presses hydrauliques modernes permettent des filages extrêmement rapides (quelques secondes) et lèvent donc cette difficulté.

- Le deuxième point déterminant était d'obtenir une lubrification efficace à ces températures. Celle-ci doit réduire au maximum les frottements entre la billette et les outils mais aussi jouer le rôle d'isolant thermique pour protéger davantage les outils. Ceci a été rendu possible par la mise au point du filage lubrifié par le verre (procédé Ugine-Séjournet vers 1945) [Sejournet, J. - 1975].

Le procédé de filage de poudre est tout à fait similaire à celui du filage des métaux massifs. Dans ce cas, la poudre est soit pré-compactée par des techniques telles que la compaction isostatique à chaud ou Spark Plasma Sintering (SPS), soit chargée directement à l'état pulvérulent dans une gaine en métal. La problématique se rapproche alors du cofilage de deux métaux massifs.

Les principaux paramètres décrivant le procédé de filage sont :

- Rapport de filage ou de réduction de section qui est le rapport entre l'aire des sections de la billette et du produit sortant de la filière,
- Angle et géométrie de la filière,
- Vitesse de filage,
- Température et durée de préchauffage de la billette,
- Lubrification et tribologie,
- Propriétés mécaniques et thermiques du matériau filé.

La majeure partie de ces paramètres influe sur la nature du chargement thermomécanique subi par la matière lors de son filage, et par conséquent sur la microstructure qui en résulte. Habituellement, des rapports de réduction de section de 10 à 25 sont utilisés. Pour le filage des poudres, il est important de filer avec un rapport de filage et une température suffisante afin d'obtenir un matériau parfaitement dense.

Les principaux outillages dans un procédé de filage sont :

- Le conteneur qui constitue l'enceinte dans laquelle la billette est mise en pression,
- La filière qui définit la géométrie du produit obtenu après déformation,
- Le fouloir, qui vient appliquer les efforts de presse sur la billette et assurer l'écoulement de la matière à travers la filière,
- Le grain de poussée, qui sert simultanément de tête d'étanchéité et de barrière thermique entre le fouloir et la billette,
- L'aiguille, généralement montée sur le fouloir pour les alliages durs, dont la section droite correspond au profil intérieur souhaité pour le produit. Elle est utilisée dans le cas de filage de tubes.

Par ailleurs, l'écoulement pendant le filage lubrifié se divise en trois régimes :

- Un premier régime transitoire dit « *de soie* » est observé, durant lequel les déformations ne sont pas homogènes, et ce jusqu'à ce que toute la face avant de la billette soit filée (Figure II-1).
- Un deuxième régime dit « *permanent* » pendant lequel la déformation est régulière. Une droite initialement perpendiculaire à l'axe de la billette est transformée en une courbe de forme parabolique. Ceci signifie simplement que le centre de la billette file avant l'extérieur à cause du frottement (Figure II-1).

Sur le rayon du produit filé, la déformation n'est pas réellement homogène. En effet, la partie extérieure suit un chemin de déformation plus long pour passer dans la filière et subit une déformation plastique plus importante. Cette hétérogénéité de déformation implique une hétérogénéité de propriétés mécaniques avec des variations qui restent cependant limitées pour un filage ayant une lubrification et une température maîtrisés.

- Enfin, le régime « *transitoire* » du culot, au cours duquel ce dernier doit rattraper le retard pris par l'extérieur sur le centre de la billette.

La déformation plastique lors du filage est associée à un échauffement du matériau qui n'est pas négligeable vis-à-vis de la température de mise en forme. Par exemple, pour un acier conventionnel filé à 1200°C, l'échauffement est estimé à l'aide de la formule suivante : $\Delta T \sim 2p$, avec p : la pression dans le conteneur en kgf/mm² [Jacob, G. - 1976]. Pour un filage qui nécessite une pression de l'ordre de 50 kgf/mm², l'échauffement est alors de l'ordre de 100°C. Les phénomènes observés en pratique confirment l'ordre de grandeur de l'échauffement trouvé par la formule précédente.

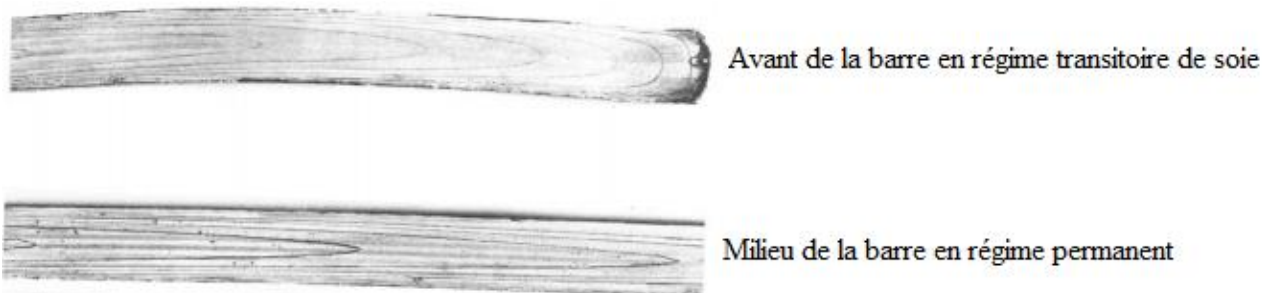


Figure II-1 : Écoulement du métal pendant le filage [Jacob, G. - 1976].

1.2 Procédé de filage au CEA

1.2.1 Introduction

La Figure II-2 présente un schéma du filage de poudre tel qu'il est réalisé sur les installations du SRMA/LTME_x. Sur la Figure II-2-a, la poudre (ici en bleu) est contenue dans un gainage (orange) initialement cylindrique constitué d'acier doux (C22).

La filière est fixe, et maintenue hydrauliquement par le conteneur (jaune). La portée conique permet d'assurer la transmission des efforts radiaux de filage vers le conteneur plus massif. Lors du filage, un fouloir cylindrique solidaire de la traverse de la presse vient déplacer le grain de poussée vers le bas. La présence d'un joint torique en cuivre permet d'éviter que le gainage ne soit extrudé dans le jeu entre le grain et le conteneur. La billette (gainage + poudre) préalablement chauffée à 1100°C est ainsi filée sous la pression appliquée (Figure II-2-b). Une lubrification à base de graphite adaptée aux hautes températures est interposée entre le gainage et les outillages. Le conteneur est équipé de résistors qui permettent de le préchauffer à 380°C environ. Par conduction, la filière est portée à la même température. Par contre, le grain de poussée positionné dans le conteneur après la billette est à température plus basse (200°C environ). Le filage standard au CEA se fait à 1100°C avec un rapport de filage de 13, et une vitesse de presse de l'ordre de 25 mm/s.

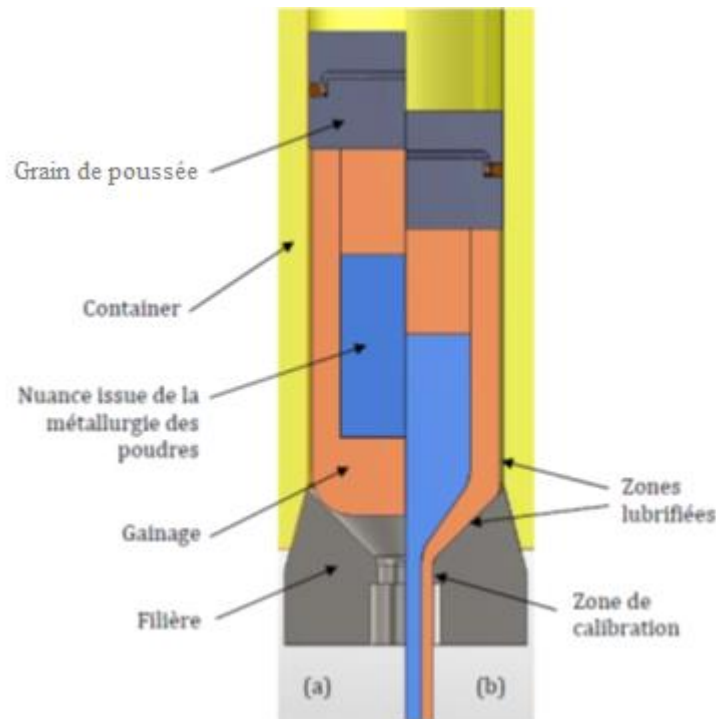


Figure II-2 : Schéma du filage réalisé au CEA Saclay (SRMA-LTME_x).

1.2.2 Déroulement du filage

1.2.2.1 Remplissage

Les gaines de filage standards mises en œuvre au laboratoire contiennent de 1 à 3 kg de poudre. De géométrie cylindrique, la gaine a un diamètre extérieur de 72 mm et un diamètre intérieur de 64 mm avec une hauteur de 180 à 240 mm. La gaine est usinée en acier doux (C22) pour différentes raisons

technologiques, notamment la possibilité de l'éliminer par attaque chimique après filage. Elle est munie d'un « queusot », tube de petit diamètre, permettant le dégazage de la billette (Figure II-3).

Pour préparer une billette, la poudre d'acier ODS est chargée dans une gaine. Le bouchon est inséré sous une presse de 30 tonnes qui soumet la poudre à une première compaction à froid, et lui confère une densité relative d'environ 60 %. Le bouchon est ensuite soudé afin d'assurer l'étanchéité de la billette. La billette est ainsi prête pour être dégazée.

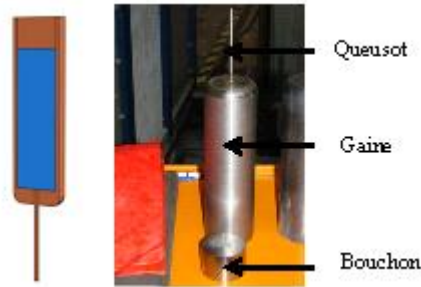


Figure II-3 : Gaine de filage en acier doux (diamètre 72 mm), munie d'un queusot ; tube de petit diamètre permettant un dégazage de la billette.

1.2.2.2 Dégazage

Cette opération permet d'évacuer les gaz et l'humidité de la billette afin que ceux-ci ne se retrouvent pas occlus pendant le filage, ce qui pourrait engendrer des porosités et une contamination de la poudre par l'oxygène ou l'azote. Le dégazage est habituellement réalisé à 400°C pendant deux heures, avec un pompage sous vide secondaire par le queusot. Après cette étape, le queusot est pincé et soudé. La réelle nécessité du dégazage a cependant été remise en question par des analyses chimiques de matériaux filés avec et sans dégazage préalable [Couvrat, M. - 2011].

1.2.2.3 Préchauffage

Avant d'être filée, la billette est chauffée à la température de filage souhaitée, généralement 1100°C. Elle est introduite en four chaud sous air pour une heure, durée choisie pour s'assurer de l'homogénéité de la température dans le matériau. [Couvrat, M. - 2011] a suivi l'évolution de la température pendant ce traitement thermique via 3 thermocouples donnant la température à la gaine, à l'interface gaine/ODS, et au cœur de la billette (Figure II-4-a). La poudre atteint 1100°C après seulement 20 minutes de chauffe comme l'illustre la Figure II-4-b.

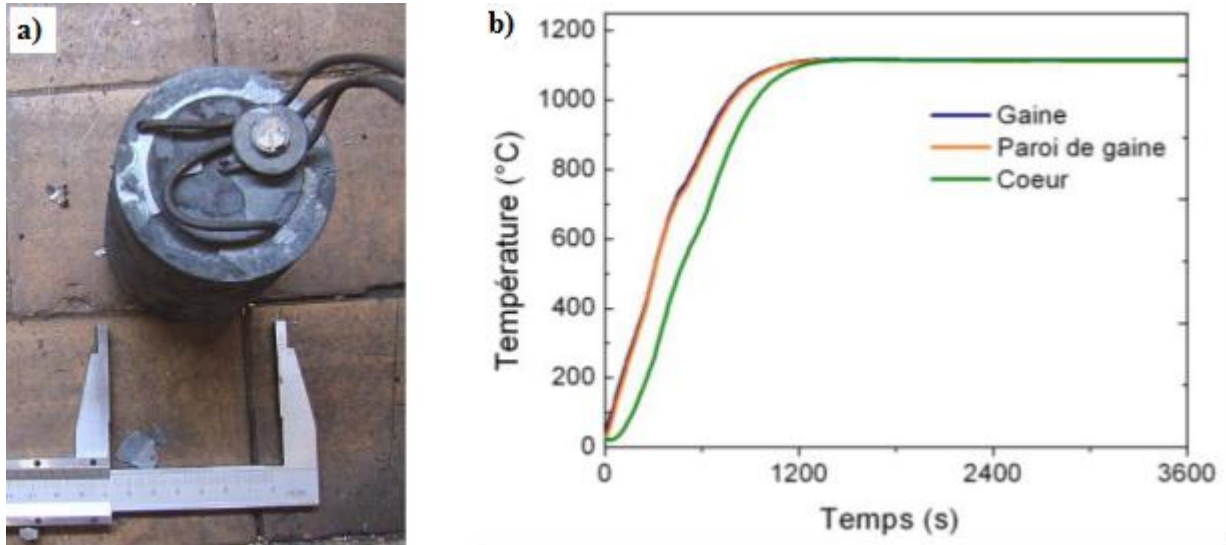


Figure II-4 : a) Billette de poudre avec 3 thermocouples, et b) Évolution de la température de la billette lors du traitement de réchauffage [Couvrat, M. - 2011].

Après une heure en four, la billette est sortie et immédiatement installée dans le conteneur de la presse à filer. Toute cette partie de la presse (conteneur et filière) est préchauffée à 380°C environ (température maximale atteignable par le matériau du conteneur) afin de limiter le refroidissement de la billette par conduction. L'opération chronométrée depuis l'ouverture du four jusqu'au moment où la presse peut être lancée correspond au maximum à 15 secondes. Lors de ce laps de temps, la perte de température relevée est nulle à cœur et inférieure à 5°C en paroi de gaine [Couvrat, M. - 2011]. Ce refroidissement assez lent de la billette s'explique, entre autres, par une couche de calamine de 0,4 mm qui se forme en surface de la gaine lors du préchauffage ; elle joue le rôle d'isolant thermique. Le refroidissement est donc négligeable et l'on peut considérer que la température au départ du filage est égale à la température de chauffage.

1.2.2.4 Filage

La billette réchauffée est transférée dans le conteneur de la presse et filée. Le filage se fait à l'aide d'une presse hydraulique verticale d'une capacité de 575 tonnes (Figure II-5). Les paramètres à prendre en compte sont alors d'une part le rapport de filage, égal à 13 pour la gamme standard ; il est obtenu avec une filière de diamètre 21 mm pour un conteneur de 75 mm de diamètre, et d'autre part la vitesse d'avance de la presse de 25 mm.s⁻¹.

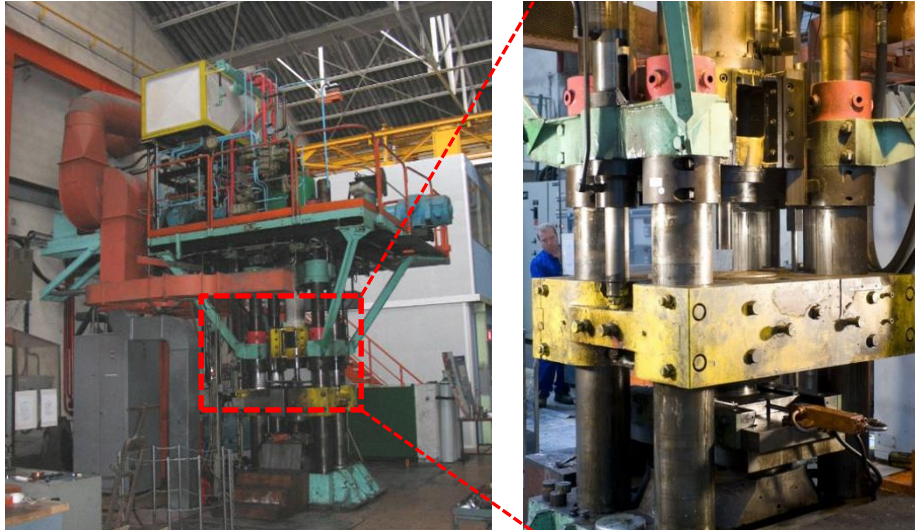


Figure II-5 : Presse hydraulique verticale de 575 tonnes du CEA Saclay (SRMA-LTMEx).

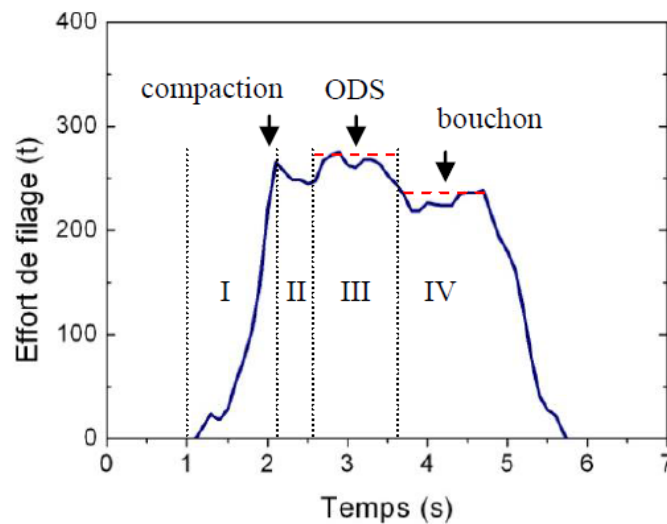


Figure II-6 : Effort de filage en fonction du temps [Couvrat, M. - 2011].

La Figure II-6 montre un exemple de courbe d'effort de filage ; plusieurs stades peuvent être identifiés :

I- Écrasement de la billette et compaction de la poudre, caractérisé par un pic d'effort. À ce stade, la poudre est très dense [Sornin, D., *et al.* - 2013a]. Pendant le filage, la poudre présente donc un comportement similaire à celui d'un matériau dense.

II- Filage de la partie avant de la gaine en acier doux.

III- Filage de l'acier ODS, plus résistant, qui nécessite donc un effort plus élevé.

IV- Filage du bouchon.

L'étude [Couvrat, M. - 2011] montre une croissance progressive de l'effort maximale pour une température décroissante selon l'équation :

$$\text{Effort (tonnes)} = -0.72 \times T (\text{°C}) + 1090.$$

L'effort maximal varie de la même manière avec le rapport de filage (R) en suivant l'équation :

$$\text{Effort (tonnes)} = 15 \times R + 105.$$

1.3 Simulation numérique du procédé par la méthode des éléments finis

1.3.1 Objectifs et modèle

La production d'un tube ou d'une barre se confronte toujours à la capacité des outillages et du matériel. La capacité maximale de la presse est un seuil technique à prendre en compte lors de la conception d'une billette de filage. En effet, l'effort nécessaire dépend des nuances mises en jeu, des températures respectives des outils et du lopin, du choix de la lubrification, ainsi que de la vitesse de sollicitation. La simulation numérique du filage permet d'évaluer la sensibilité de l'effort de filage aux paramètres de mise en forme. Elle permet également d'accéder au chargement thermomécanique vécu par la matière durant l'opération de filage.

La mise en forme de poudres requière l'utilisation d'un gainage afin d'éviter la pollution et la corrosion lors du filage. Cette particularité implique la prise en compte des deux matériaux dans la simulation numérique.

Dans cette étude, des simulations numériques ont été réalisées à l'aide du code de calcul par éléments finis MSC-Marc[®]. Il s'agit d'un modèle 2D axisymétrique avec 4 corps différents (Figure II-7) :

- Le lopin ODS (orange) : corps 2D déformable.
- Le gainage en acier doux (violet) : corps 2D déformable.
- L'outil (conteneur + filière) (jaune): corps 1D indéformable et fixe.
- Le poussoir (vert) : corps 1D indéformable et mobile, avec une vitesse de translation constante, et égale à la vitesse de filage (25 mm/s).

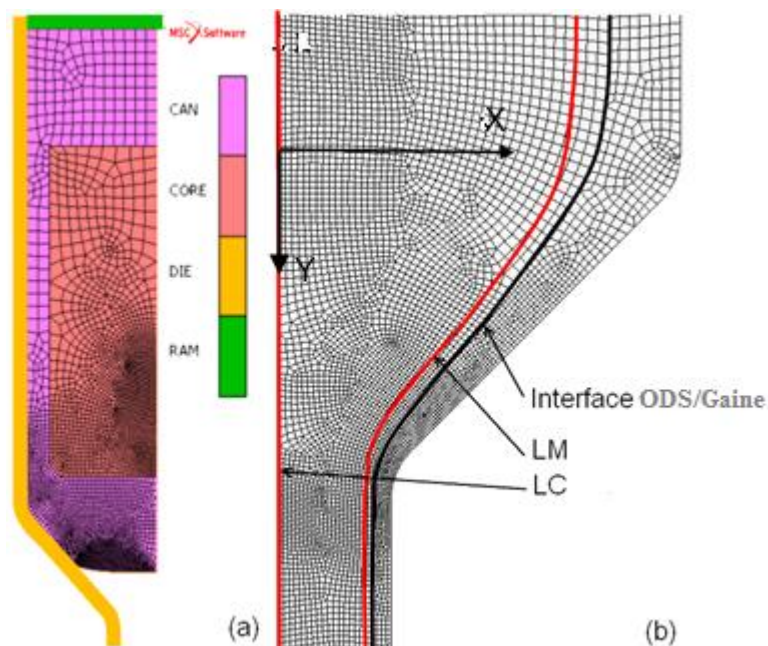


Figure II-7 : Modèle axisymétrique pour la simulation numérique du filage.

1.3.2 Hypothèse d'incompressibilité plastique

Le co-filage de poudre fait appel à une mécanique spécifique permettant de traduire le caractère compressif de la poudre. De nombreux critères intégrant la compressibilité plastique ont été développés [Shima, S., *et al.* - 1976], [Abouaf, M. - 1986], [Kim, S. I., *et al.* - 2003], et des simulations numériques ont

été menées dans des cas de consolidation simples et quasi statiques [Baccino, R., *et al.* - 2000], [Lasalmonie, D. - 1999]. Dans le cas du filage, le milieu pulvérulent initialement poreux est consolidé avant d’être fortement corroyé par le passage dans la filière. La modélisation simultanée par un même critère traduisant le caractère compressif et le comportement écrouissant lors de l’écoulement à chaud étant trop complexe, le problème a été simplifié. En effet, l’étude de culots de filage interrompu permet de qualifier la microstructure de l’état zéro. Ce dernier état est identifié comme parfaitement dense et isotrope [Sornin, D., *et al.* - 2013a]. À ce stade, le lopin ODS peut être considéré comme un milieu incompressible, et les critères de plasticité incompressible standard peuvent donc être exploités.

1.3.3 Identification de la loi de comportement

Pour réaliser la simulation numérique du filage, une loi de comportement doit être identifiée à haute température et à vitesse de déformation élevée pour être proche des conditions réelles du procédé. Dans cette étude, la loi de comportement a été identifiée via des essais de torsion à chaud pour l’acier ODS et pour l’acier doux formant la gaine. Ces essais sont détaillés dans la partie relative aux essais thermomécaniques (Partie III de ce manuscrit).

Le comportement des matériaux est décrit par une fonction de charge, de type Prandtl-Reuss, de la forme suivante :

$$f(\underline{\sigma}) = \|\underline{\sigma}\| - \sigma_0 \quad \text{Eq. 1}$$

Où $\|\underline{\sigma}\|$ est la contrainte équivalente de Von-Mises, et σ_0 le seuil d’écoulement défini par une loi viscoplastique, de type Hansel-Spittel, prenant en compte la température, la déformation, et la vitesse de déformation.

$$\sigma_0 = \left(\sigma_y + A \cdot e^{-\left(\frac{n1}{\bar{\epsilon}}\right)} \cdot \dot{\bar{\epsilon}}^{\frac{n2}{[Ts-T]}} \right) \cdot e^{\frac{-n3}{[Ts-T]}} \quad \text{Eq. 2}$$

Cette loi de comportement est implémentée via une routine utilisateur VKSPL, et interfacée avec le code. Un ensemble de 6 paramètres σ_y , A, n1, n2, n3 et Ts définit la rhéologie de chaque matériau.

Ces paramètres sont déterminés par des essais de torsion réalisés à 1000-1200°C et 0.05-5 s⁻¹ pour l’acier ODS, et 0.15-15 s⁻¹ pour l’acier doux de la gaine. Les paramètres identifiés sont regroupés dans le Tableau II-1 [Sornin, D., *et al.* - 2013b] (*voir aussi Annexe 1*).

Tableau II-1: Paramètres de la loi de comportement.

	σ_y	A	n1	n2	n3	Ts
Acier ODS	40	375	0.025	21	145	1310
Acier C22	85	180	0.075	130	600	1480

Dans ce domaine de températures, le module d’Young et le coefficient de poisson sont estimés à 120 GPa et 0.3, respectivement.

1.3.4 Conditions limites

Afin de conduire une simulation numérique avec un critère de plasticité incompressible, à l'état initial de la simulation, la billette est considérée comme consolidée mais entièrement placée en amont de la filière (Figure II-7-a). Ainsi, le gainage est supposé en contact avec le conteneur. La géométrie du gainage et du lopin sont définies à partir de mesures effectuées sur des essais interrompus. En raison de la compression de la poudre, le gainage se trouve comprimé et son épaisseur augmente dans cette première partie du processus. L'état initial du calcul est présenté en Figure II-7-a. La température du conteneur est fixée à 380°C, et celle du grain de poussée est estimée à 200°C. La température du lopin et du gainage est supposée homogène et égale à 1100°C. La vitesse du grain de poussée est constante, et égale à 25mm/s. Le conteneur et la filière sont fixes.

Le contact entre le gainage et les outils rigides est unilatéral glissant (c-à-d le décollement est possible) avec un frottement de type Coulomb, et un coefficient de friction choisi à 0.15. L'interface entre le lopin ODS et le gainage est supposée parfaite, c.à.d. qu'une même température est imposée aux deux matériaux sur l'interface. Un contact collant est appliqué à l'interface entre les deux matériaux. L'interaction thermique entre le gainage et les outils est une pure conduction définie par un coefficient de conduction de l'ordre de $0.5 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$. Il est estimé expérimentalement en suivant l'évolution du refroidissement d'une billette insérée dans le conteneur. Ce paramètre prend en compte l'effet de la lubrification et la présence de calamine à la surface de la billette. Un terme radiatif (émissivité $\xi=0.67$) est appliqué aux surfaces en contact avec l'air (partie filée) [Snape, Guy, *et al.* - 2002]. L'effet de ce dernier terme est limité compte tenu du temps de filage très bref (moins de 10 secondes). L'auto-échauffement lié à la dissipation du travail plastique est pris en compte via un paramètre supposé constant au cours de l'étude, et fixé conventionnellement, pour les deux matériaux, à 90% [Hsiang, Su-Hai, *et al.* - 1997], [Kang, C. G., *et al.* - 2002], [Cram, D.G. - 2009], ce qui signifie que 90% du travail de déformation est transformé en chaleur. La capacité calorifique du lopin ODS à 1100°C (température du filage) est estimée à $650 \text{ J.K}^{-1}.\text{Kg}^{-1}$. C'est la valeur souvent donnée pour les aciers dans ce domaine de températures [Bogaard, R. H., *et al.* - 1993]. La même valeur est retenue pour le gainage en acier doux. Par ailleurs, la conductivité thermique des deux matériaux est fixée à $25 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ [Bogaard, R. H., *et al.* - 1993].

1.3.5 Résultats de la simulation

1.3.5.1 Chargement thermomécaniques induit par le procédé

Les évolutions thermomécaniques accompagnant l'opération de filage sont présentées en Figure II-8.

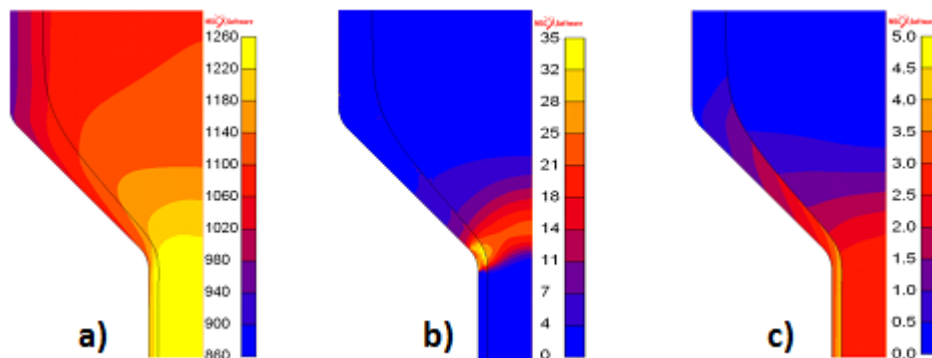


Figure II-8 : Iso-valeurs de la température (a), vitesse de déformation (b) et déformation plastique cumulée (c), en régime permanent lors du filage d'un acier ODS 14Cr mis en gaine dans les conditions standard CEA.

Pendant le filage, un important auto-échauffement dû à la déformation plastique est observé. À partir de la Figure II-8-a, il est estimé à 120°C. Ainsi, la température du lopin, initialement introduit dans la filière à 1100°C, dépasse 1220°C à la fin du filage. On trouve une valeur très similaire en utilisant la formule proposée par [Jacob, G. - 1976] ($\Delta T \sim 2p$). Dans notre cas, la pression dans le conteneur est estimée, par simulation numérique, à 550 MPa, équivalent à 56 kgf/mm², ce qui donne un auto-échauffement $\Delta T \sim 112$ °C.

On note également une intense localisation de la vitesse de déformation au niveau du 2^{ème} congé de la filière (Figure II-8-b). Dans l'acier ODS, elle dépasse 20 s⁻¹. Cette vitesse est très difficilement accessible par les essais mécaniques standards, et elle reste faible pour être prospectée par les machines à très grandes vitesses de sollicitation (type barre de Hopkinson). De plus, la simulation montre que le matériau subit une déformation maximale de l'ordre de 3 durant cette opération (Figure II-8-c).

Par ailleurs, la Figure II-9 présente l'évolution de la déformation plastique équivalente et de la déformation plastique cumulée suivant le rayon de la barre. Ces deux paramètres sont respectivement calculés par les expressions suivantes :

$$\begin{aligned} \|\underline{\varepsilon}_p\| &= \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\varepsilon}_p : \underline{\varepsilon}_p} \\ \bar{\varepsilon} &= \int_0^t \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\dot{\varepsilon}}_p : \underline{\dot{\varepsilon}}_p} \end{aligned} \quad \text{Eq. 3}$$

La position R=0 correspond au centre de la barre et R=8.7 mm à l'interface ODS/ Gaine. Au centre de la barre, les deux courbes se superposent. Ensuite, la déformation plastique équivalente reste pratiquement constante tout au long du rayon, ce qui montre une déformation normale homogène. La déformation cumulée en revanche croît légèrement à cause du cisaillement généré par les congés de la filière. Une forte discontinuité est observée au niveau de l'interface ODS/Gaine (R=8.7 mm) ; la gaine en acier doux se déformant beaucoup plus que le matériau de cœur. Ces résultats montrent que le chargement lié au passage dans la filière n'est pas homogène selon le rayon, un cisaillement cyclique se superpose à la déformation normale pour les lignes de courant les plus éloignées de l'axe de filage.

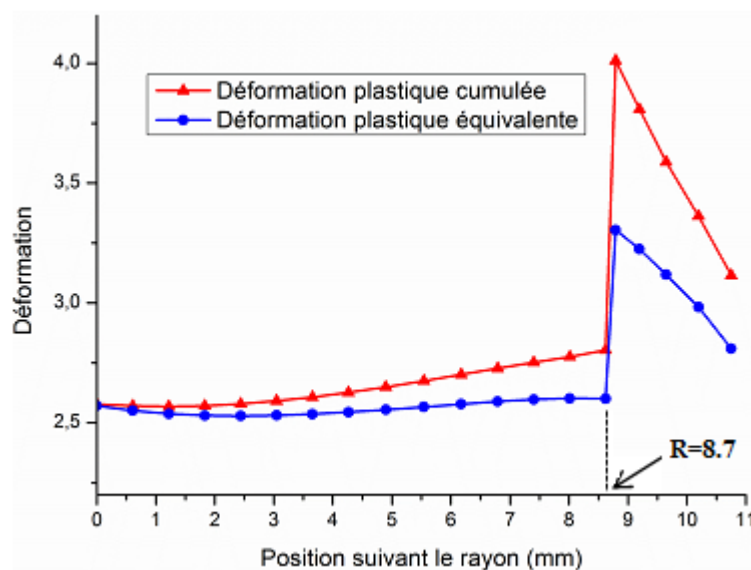


Figure II-9 : Évolution de la déformation plastique suivant le rayon de la barre. R=8.7 mm correspond à l'interface ODS/ Gaine.

De plus, la simulation montre également, Figure II-10, que la triaxialité des contraintes est inférieure à $-1/3$ dans l'ensemble du domaine déformé plastiquement (vitesse de déformation non nulle). Dans ces conditions, pour les matériaux ductiles, l'endommagement macroscopique est complètement inhibé [Bao, Yingbin, *et al.* - 2005]. Ceci explique la capacité du filage à induire une déformation plastique élevée sans apparition d'endommagement macroscopique.

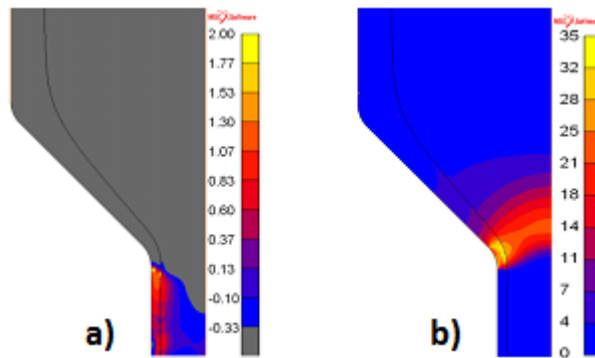
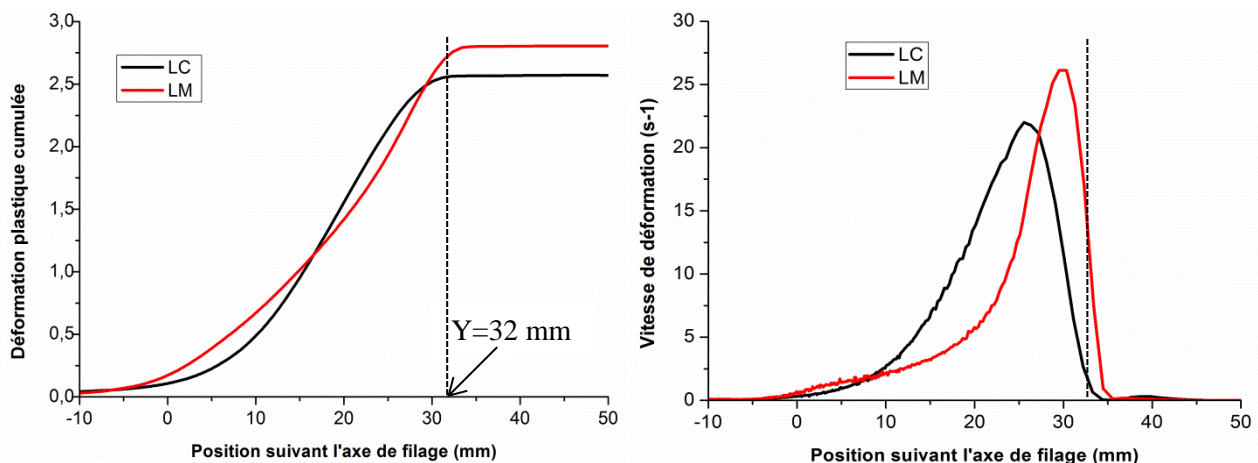


Figure II-10 : Iso-valeurs de la triaxialité des contraintes (a), vitesse de déformation (b).

1.3.5.2 Étude de deux lignes d'écoulement

L'hétérogénéité du chargement selon le rayon a été identifiée dans le paragraphe précédent. Afin d'étudier cette hétérogénéité, nous avons suivi l'histoire thermomécanique de deux lignes d'écoulement de matière ; la ligne centrale (LC) et une ligne médiane (LM) placée à 90% du rayon du cœur de lopin, soit à 7.8 mm du centre de la barre. La Figure II-11 présente l'évolution temporelle des conditions de déformation suivant ces deux lignes. La position 0 correspond à l'entrée de filière (Figure II-7-b). Avant ce point, le matériau subit très peu de déformation. Ensuite, la déformation cumulée augmente au fur et à mesure que la matière avance dans la filière pour atteindre son maximum à la sortie de filière (32 mm).

Comme observé à la Figure II-8-b, la vitesse de déformation présente un extremum plus élevée sur la ligne médiane que sur la ligne centrale.



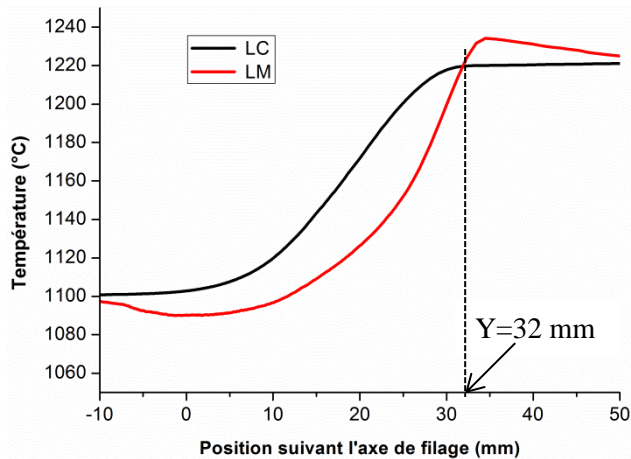


Figure II-11 : Évolution de la déformation plastique, la vitesse de déformation et la température suivant les deux lignes de courant étudiées. Y=32 mm correspond à la sortie de filière.

En outre, au début du procédé, la vitesse de déformation augmente très lentement. Ensuite, quand la matière s'approche de la sortie de filière (à partir de Y=25 mm, 2^{ème} congé), on observe un pic de vitesse dépassant 20 s⁻¹ pour la ligne centrale, et 25 s⁻¹ pour la ligne médiane. La majeure partie de la déformation se fait dans cette zone.

Par ailleurs, les courbes de température montrent un auto-échauffement de l'ordre de 120°C. Le transfert de chaleur par conduction entre la gaine (1100°C) et le conteneur (380°C) conduit à un léger refroidissement de la ligne médiane (plus proche de la gaine) en sortie de filière, et explique aussi le petit décalage en température enregistré entre les deux lignes.

1.4 Bilan du chapitre

La simulation numérique, à l'aide d'un code de calcul d'éléments finis, a permis d'accéder au chargement thermomécanique subi par la matière durant l'opération de filage réalisée dans les conditions standards du CEA, à savoir une température de 1100°C, un rapport de filage égal à 13 et une vitesse de fouloir de 25 mm/s. L'étude montre que cette opération est associée à une augmentation de température estimée à 120°C. L'énergie mécanique dissipée par le matériau couplée au frottement de la billette avec les outils sont à l'origine de cet auto-échauffement. De plus, la matière subit une déformation plastique de l'ordre de 3, et la vitesse de déformation peut dépasser 20 s⁻¹ avec un maximum situé juste avant la sortie de la filière (2^{ème} congé). Ceci montre l'hétérogénéité et la non-linéarité du chargement lié au filage. La simulation montre également que la triaxialité des contraintes est largement négative (<-1/3) sur l'ensemble du procédé, ce qui empêche le développement de l'endommagement macroscopique. Le chargement thermomécanique est déterminé pour deux lignes de courant, la ligne centrale et une ligne médiane située à proximité de l'interface gaine/ODS. En régime permanent, la connaissance du chargement appliqué aux points situés le long de ces lignes de courant permet de faire le lien entre conditions de déformation et microstructure. L'étude des évolutions de la microstructure accompagnant ce chargement le long de ces deux lignes de courant fait l'objet du chapitre suivant.