



NEWSLETTER 43



CENTRE DES MATERIAUX
P.M.FOURT



Editorial 1

Faits marquants 1

Soutenances de thèses 2

Conférence ICMM 2011 2

Conférence SEM 3

Conférence ITSC 3

Le point Presse 4-5

Visiteur 5

Stagiaire 5

Naissances 5

Conférence EUCOSS'11 6

Journées d'Automne SF2M 6

HDR M. H. BERGER 7-8

Editorial

L'été, saison des conférences, des voyages, mais toujours aussi des thèses, des articles, car ils sont nos productions de toutes saisons. C'est donc tout cela que vous retrouverez au fil de ces pages.

Il a parfois été noté (reproché?) chez les personnels du CdM un fort attachement à leur laboratoire, un esprit "famille" entre collègues, avec le bon et le mauvais qui s'y rattachent.

Alors, ne nous étonnons pas s'ils fêtent les naissances et pleurent leurs morts.

Des bébés sont nés cet été et font la joie de leurs parents.

Hélas, Marie-Hélène LAFITTE, ancienne doctorante, est décédée, et pour ceux qui l'ont connue, c'est vraiment une triste nouvelle. Mais elle restera dans l'histoire du laboratoire, comme chacun d'entre nous.

Bonne lecture à chacun,

Pour la Tribune
F. DI RIENZO

Faits marquants de juillet-août-septembre

- 31/08-02/09/2011 : conférence ICMM à l'Ecole des Mines

- 09/09/2011 : soutenance de thèse de Laetitia-Petroni; "Etude du comportement post-coulée de réfractaires électrofondus à Très haute teneur en Zircône (THTZ)."

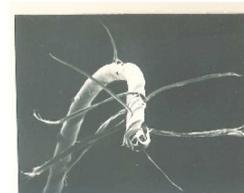
- 30/09/2011 : soutenance de thèse de Nicolas CORDERO, "Gradients de déformation en mécanique des micro et nanocristaux".

Faits marquants d'octobre

- 04/10/2011 : arrivée des nouveaux doctorants (contingent d'octobre)

Contact : semteam@mat.ensmp.fr

Image du mois



Cette photo est extraite de la thèse de Marie-Hélène LAFITTE. Elle représente une fibre Aramide Kevlar soumise à une torsion autour de sa génératrice. Marie-Hélène a soutenu sa thèse en juillet 1981, dans le groupe Composites, sous la direction d'Anthony BUNSELL.

Mais avant son sujet de thèse, c'est de sa constante bonne humeur et de ses boucles châtain dont nombre d'entre nous se souviendrons ...

Source : F. DI RIENZO

Soutenances de thèses

ICMM 2011

**Etude du comportement post-coulée
de réfractaires électrofondus
à très haute
teneur en Zircone (THTZ).**

Laetitia-Petroni
le 9 septembre 2011

Cette étude, inscrite dans le Programme National de Recherche NOREV (Nouveaux REfractaires Verriers), porte sur la simulation numérique par éléments finis du refroidissement post-coulée de réfractaires électrofondus à très haute teneur en zircone (THTZ). Un modèle numérique thermique du refroidissement d'une dalle a été développé, à partir de mesures thermiques réalisées dans un moule lors d'une coulée en usine. Ce calcul a permis de situer dans le temps, pour les différents points de la dalle, les phénomènes intervenant au cours du refroidissement : solidification, fluage et transformation de la zircone.

Des essais mécaniques isothermes et anisothermes ont permis de définir les équations constitutives du comportement en fluage (écrouissage isotrope) et lors de la transformation de phase de la zircone (modèle de plasticité de transformation de Leblond). A partir des chargements thermiques, les contraintes générées au cours du refroidissement ont été calculées, ainsi que les contraintes résiduelles après retour à température ambiante. La transformation de phase de la zircone, qui induit un gonflement volumique de 4%, semble s'avérer être le phénomène physique le plus critique pour ces deux types de contraintes. Les études paramétriques réalisées ont prouvé l'intérêt du modèle numérique en tant qu'outil d'aide à l'amélioration du procédé en jouant sur les propriétés de divers paramètres : propriétés du matériau coulé, géométrie du moule, propriétés de ses constituants,...

**Gradients de déformation en
mécanique des micro et nanocristaux.**

Nicolas CORDERO
le Vendredi 30 Septembre

L'influence de la taille de grain sur le comportement des matériaux à grains ultrafins et nanocristallins est l'objet de nombreuses études scientifiques. Cependant, malgré les progrès réalisés dans ce domaine, il n'est pas encore possible de prédire et de modéliser avec précision leur comportement en déformation. Peu de données fiables sont disponibles dans la littérature en raison de la complexité des expériences requises et de la forte densité de défauts que peuvent présenter ces matériaux. Par ailleurs, les techniques de modélisation discrètes telles que les approches atomistiques sont d'une utilité limitée. En effet, leurs échelles temporelle et spatiale sont souvent inadaptées pour simuler les phénomènes physiques réels intervenant dans ce travail.

Dans cette thèse, un cadre théorique est proposé pour étudier le comportement en déformation de matériaux polycristallins ayant des microstructures ultrafines ou nanométriques. Pour ce faire, des modèles continus capables de reproduire les effets de taille provenant de mécanismes apparaissant aux interfaces (joints de grains) ou près des surfaces sont proposés. Ces modèles permettent d'étudier des éléments de volume représentatifs. Ils sont formulés de manière à être calibrés en utilisant des résultats obtenus par des simulations atomistiques et de dynamique des dislocations discrètes ou par des travaux expérimentaux.

Sources : les doctorants concernés



La deuxième conférence internationale sur le thème de la modélisation des matériaux (International Conference on Material Modelling 2/ICMM2) s'est déroulée dans les locaux de Mines ParisTech (Paris, France) du 31 Août au 2 Septembre 2011. Cette manifestation incluait également le 12ème congrès EMMC (12th European Mechanics of Materials Conference). Cette conférence était organisée par le Centre des Matériaux (J. Besson et M. Mazière).

Elle a attiré environ 350 participants venant de 34 pays étrangers dont l'Allemagne, l'Angleterre, les Pays-Bas, la Belgique, les Etats-unis, l'Italie, le Japon, la Russie, la Pologne... Les participants ont particulièrement apprécié le cadre historique de l'Ecole avec des discussions fécondes sur les terrasses Vendôme dans la sérénité du Jardin du Luxembourg.

Cette participation importante, en forte augmentation par rapport au premier congrès de la série (ICMM1 tenu à Dortmund en 2009), marque bien l'intérêt pour le domaine de la modélisation et de la meilleure compréhension des matériaux. Cet axe est en effet fondamental dans le cadre des efforts actuels en vue d'un développement durable grâce à une efficacité énergétique accrue et à une plus grande durabilité et fiabilité des équipements...

La conférence était ainsi organisée dans le cadre de la chaire "Durabilité des matériaux et des structures pour l'énergie" financée par EdF et GdF-Suez. La troisième conférence de la série aura lieu à Varsovie en 2013.

Source : J. BESSON

Conférences SEM et ITSC

SEM 2011

La conférence organisée par la **Society for Experimental Mechanics (SEM)** a eu lieu à **Uncasville** (Connecticut) aux USA du 12 au 16 **juin 2011**. Cette conférence annuelle toujours sur terre américaine est dédiée, comme son nom l'indique, à la mécanique expérimentale avec les interprétations et théories afférentes.

Eric MAIRE, de l'INSA de Lyon, en année sabbatique à Harvard (Boston - MAS) avec qui nous avons travaillé pour les observations en tomographie-X à l'ESRF Grenoble, nous a invités à participer à sa session dédiée. Ainsi, nous avons présenté les résultats récents des observations en tomographie à l'ESRF pour les polymères, pour Lucien LAIARINANDRASANA et les résultats d'observation in-situ en laminographie sur l'aluminium pour Thilo MORGENEYER. Ces présentations ont été assez remarquées car singulières, du moins pour ce qui concerne cette technique moderne de la tomographie-X.

Le nombre de participants s'élevait à 400 personnes, venant des 5 continents. 7 sessions parallèles étaient prévues quotidiennement. Nous avons remarqué aussi dans la délégation française, François HILD du LMT Cachan, Jean José ORTEU Mines d'Alès, Michel GRÉDIAC LaMI. Université Blaise Pascal, André CHRYSOCHOS Université Montpellier 2, Bertrand WATTRISSE Université de Montpellier, Jean Yves BUFFIÈRE de l'INSA Lyon ...

Après la conférence, Agathe ROBISSON (ancienne thésarde du Cdm travaillant à Schlumberger Doll Research Centre à Boston, près du MIT) nous a invités dans son centre pour un séminaire. Il s'agissait de montrer l'intérêt de la technique de tomographie X pour caractériser l'endommagement dans les matériaux polymères. Le séminaire a duré près de deux heures, avec une demande spécifique : observer l'état de PEEK

endommagé en service. Le séjour à Boston s'est poursuivi par des rencontres avec les chercheurs de l'INSA de Lyon à Harvard Boston, en particulier chez Eric MAIRE.

Thilo MORGENEYER a également fait un exposé à l'Université de Harvard dans le groupe du Prof. Franz SPAEPEN. Il a aussi été invité par David PARKS (MIT) à présenter ses résultats de laminographie in-situ ainsi que des résultats de simulation de bifurcation plan-biseau de fissures ductiles.

Sources : T. MORGENEYER, L. LAIARINANDRASANA

ITSC 2011



DVS

TSS
ASST Thermal Spray Society



La conférence internationale annuelle sur la projection thermique, « **International Thermal Spray Conference - ITSC 2011** », avait lieu cette année en **Allemagne** à Hambourg du 27 au 29 **Septembre 2011**.

Laure-Line Descurninges et Vincent Guipont y présentaient oralement les travaux de l'équipe SIP/C2P sur des dépôts par cold spray (1) (2).

Cette mouture ITSC 2011 a regroupé 550 participants de la communauté de la projection thermique venus d'Europe, d'Amérique et d'Asie. Les auditeurs et conférenciers furent très assidus sur l'ensemble des trois jours de ce congrès qui était réparti sur cinq sessions menées en parallèle. Environ 190 présentations orales furent données. Une session «Young Professionals» ou de jeunes chercheurs doivent exposer oralement leurs travaux en un temps très limité était commune. Cette session spéciale,

rythmée par le dorénavant célèbre, bruyant et intransigent « coup de klaxon » pour annoncer la fin de chaque présentation (achevée ou non...) a eu un franc succès. Un exercice oral difficile et dont s'est fort bien acquitté le jeune lauréat de cette année W.Wong du NRC Canada pour sa communication « Optimization of cold sprayed pure titanium coatings ». Notons que le procédé cold spray a été largement représenté dans cette conférence avec un auditoire toujours nombreux et la communication de travaux très intéressants sur le dépôt de céramique ou composites à renforts céramiques par cold spray.

Une cérémonie a récompensé les "Best Paper" Award du Journal of Thermal Spray Technology qui ont été décernés pour les travaux suivants :

- "Microstructural Development and Deposition Behavior of Titanium Powder Particles in Warm Spraying Process: From Single Splat to Coating" par KeeHyun KIM, Seiji KURODA et Makoto WATANABE
- "Assessing Coating Reliability Through Pore Architecture Evaluation" par S. PAUL
- "Thermal Spray Applications in Electronics and Sensors: Past, Present, and Future" par Sanjay SAMPATH

La prochaine conférence ITSC reprendra son rythme normal au printemps prochain qui se tiendra du 21 au 24 mai 2012, à Houston, Texas, Etats-Unis.

Source : V. GUIPONT

(1) "Influence of powder particle oxidation on properties of cold sprayed tantalum", L. Descurninges*, M. Jeandin, A. Nifa, L. Berthe, M. Boustie, K. Ogawa, T. Laguionie, L. Bianchi

(2) "B4C/Ni composite coatings prepared by cold spray of blended or CVD coated powders", V. Guipont*, C.Feng, M. Jeandin, O. Amsellem, F. Pauchet, R. Saenger, S. Bucher, C. Lacob

Revue, congrès ... le point de juillet, août, septembre

Revue à comités de lecture

- ROLLAND Gilles, SALLAMAND P., GUIPONT Vincent, JEANDIN Michel, BOLLER E., BOURDA C., Laser-induced damage in cold-sprayed composite coatings, Surface and coatings technology, 2011, 205, p. 4915-4927
- TSUKIGASE H., SUZUKI Y., BERGER Marie Hélène, SAGAWA T., YOSHIKAWA S., Synthesis of SnS nanoparticles by SILAR method for quantum dot-sensitized solar cells, Journal of nanoscience and nanotechnology, 2011, 11, p. 1914-1922
- TSUKIGASE H., SUZUKI Y., BERGER Marie Hélène, SAGAWA T., YOSHIKAWA S., Wet chemical synthesis and self assembly of SnS2 nanoparticles on TiO2 for quantum dot-sensitized solar cells, Journal of nanoscience and nanotechnology, 2011, 11, p. 3215-3221
- OBERAIGNER E.R., FISCHLSCHWEIGER Michael, A statistical mechanics approach describing martensitic phase transformation, Mechanics of materials, 2011, 43, p. 467-475
- MARTIN Guillaume, NAZE Loic, CAILLETAUD Georges, Numerical multi-scale simulation of the mechanical behaviour of beta-metastable titanium alloys Ti 5553 and Ti17, Engineering procedia, 2011, 10, p. 1803-1808
- ASLAN Ozgur, QUILICI Stéphane, FOREST Samuel, Numerical modeling of fatigue crack growth in single crystals based on microdamage theory, International journal of damage mechanics, 2011, 20, p. 681-705
- FELD-PAYET Sylvia, BESSON Jacques, FEYEL F., Finite element analysis of damage in ductile structures using a nonlocal model combined with a three field formulation, International journal of damage mechanics, 2011, 20, p. 655-685
- LUBIN Sophie, GOURGUES-LORENZON Anne-Françoise, BACROIX B., REGLE H., Micromechanical modelling of microtexture formation in low alloy steel bainite, Solid state phenomena, 2011, 172-174, p. 1228-1233
- LUBIN Sophie, GOURGUES-LORENZON Anne-Françoise, BACROIX B., REGLE H., MONTHEILLET Frank, Effect of the metallurgical state of austenite on the microtexture properties of the bainitic transformation in a low alloy steel, Solid state phenomena, 2011, 172-174, p. 772-777
- FABRE Grégory, GUIPONT Vincent, JEANDIN Michel, BOUSTIE M., CUQ-LELANDAIS J.P., BERTHE L., PASQUET A., GUEDOU J.Y., Laser Shock Adhesion Test (LASAT) of electron beam physical vapor deposited thermal barrier coatings (EB-PVD TBCs), Advanced materials research, 2011, 278, p. 509-514
- BOISOT Guillaume, LAIARINANDRASANA Lucien, BESSON Jacques, FOND C., HOCHSTETTER G., Experimental investigations and modeling of volume change induced by void growth in polyamide 11, International journal of solids and structures, 2011, 48, p. 2642-2654
- HERENU S., SENNOUR Mohamed, BALBI M., ALVAREZ ARMAS I., THOREL Alain, ARMAS A.F., Influence of dislocation glide on the spinodal decomposition of fatigued duplex stainless steels, Materials science and engineering A, 2011, 528, p. 7636-7640
- YASTREBOV Vladislav A., DURAND Julian, PROUDHON Henry, CAILLETAUD Georges, Rough surface contact analysis by means of the Finite Element Methods and of a new reduced model, Comptes rendus mécanique, 2011, 339, p. 473-490
- LAIARINANDRASANA Lucien, JEAN Aurélie, JEULIN Dominique, FOREST Samuel, Modelling the effects of various contents of fillers on the relaxation rate of elastomers, Materials and design, 2012, 33, p. 75-82
- VILARO Thomas, COLIN Christophe, BARTOUT Jean Dominique, As-fabricated and heat-treated microstructures of the Ti-6Al-4V alloy processed by selective laser melting, Metallurgical and materials transactions A, 2011, 42, p. 3190-3199
- FOURNIER B., SAUZAY M., PINEAU André, Micromechanical of the high temperature cyclic behavior of 9-12%Cr martensitic steels, International journal of plasticity, 2011, 27, p. 1803-1816
- OUMAROU Mamane, JEULIN D., RENARD Jacques, Etude numérique et statistique du comportement d'un composite thermoplastique, Revue des composites et des matériaux avancés, 2011, 21, p. 221-254
- THONNET Alain, Conceptualisation et classification des problèmes de fatigue mécanique, Comptes rendus mécanique, 2011, 339, p. 573-590
- HOLLNER S., FOURNIER B., LE PENDU J., CAES C., TOURNIE I., PINEAU André, Influence de traitements thermo-mécaniques sur les performances en fluage et en fatigue d'aciers martensitiques à 9% Cr, Revue de métallurgie, 2011, 108, p. 75-81
- LEFAIX JEULAND H., MARCHETTI, L., PERRIN S., PIJOLAT M., SENNOUR Mohamed, MOLINS R., Oxidation kinetics and mechanisms of Ni-base alloys in pressurised water reactor primary conditions : influence of subsurface defects, Corrosion science, 2011, 53, p. 3914-3922

Chapitre de livres

CORDERO Nicolas, FOREST Samuel,

Revue, congrès ... le point de juillet, août, septembre

BUSSO Esteban, BERBENNI S., CHERKAOUI M., Grain size effects in generalized continuum crystal plasticity, in : Plasticity of crystalline materials, ed. by I.R. Ionescu, S. Bouvier, O. Cazacu, P. Franciosi, ISTE, Wiley, 2011, p. 101-121

YASTREBOV Vladislav, CAILLETAUD Georges, FEYEL F., A local contact detection technique for very large contact and self contact problems : sequential and parallel implementations, in : Trends in computational contact mechanics, ed. G. Zavarise, P. Wriggers, Springer, 2011, p. 227-251

Livre

THOREL Alain, Un certain regard sur les matériaux, Presses des Mines, 2011

Editeur

Corrosion et protection des matériaux à haute température, ed. F. Balbaud, C. Desgranges, Cécilie Duhamel, L. Marchetti, L. Martinelli, R. Molins, S. Perrin, F. Rouillard, Presses des mines, 2011

Visiteur

Kacem SAI, du 3 au 18 septembre 2011, professeur invité par L. LAIARINANDRASANA, pour le sujet « Modélisation micromécanique couplée à l'endommagement des polymères semi cristallins »

Stagiaire

Harry OLIVEIRA, du 10 au 21 octobre 2011 puis du 7 novembre au 16 décembre 2011, stagiaire à l'atelier avec R. CLUZET, dans le cadre d'un Baccalauréat Professionnel.

Actes de congrès

LE MILLIER Morgane, CALONNE O., CREPIN Jérôme, DUHAMEL Cécilie et al., Corrosion sous contrainte assistée par l'irradiation en milieu primaire d'un acier inoxydable austénitique, in : Hydrogène-matériaux, corrosion sous contrainte, fatigue corrosion, ed. E. Andrieu, C. Blanc, J. Chêne et al., Presses des mines, 2011, p. 97-102

BOSC Guilhem, VERDU C., MARY N. et al., Mise en place d'un test de fatigue-corrosion des ressorts de suspension automobile, in : Hydrogène-matériaux, corrosion sous contrainte, fatigue corrosion, ed. E. Andrieu, C. Blanc, J. Chêne et al., Presses des mines, 2011, p. 139-143

CHETRIOU Bogdan, GUERRE C., DUHAMEL Cécilie et al., Mécanismes de la corrosion sous contrainte de l'alliage 600 en milieu primaire REP : mise au point de dépôt du chrome, in : Hydrogène-matériaux, corrosion sous contrainte, fatigue corrosion, ed. E. Andrieu, C. Blanc, J. Chêne et al., Presses des mines, 2011, p. 157-161

LAIARINANDRASANA Lucien, MORGENEYER Thilo, PROUDHON

Henry, Multiaxial stress state assessed by 3D X-ray tomography on semi-crystalline polymers, in : Optical measurements, modeling and metrology, vol 5, conference proceedings of the society for experimental mechanics series, 2011, p. 47-54

MORGENEYER Thilo, HELFEN L., SINCLAIR I., HILD F., PROUDHON Henry, XU F., BAUMBACH, BESSON Jacques, In situ synchrotron-radiation computed laminography observation of ductile fracture, in : Optical measurements, modeling and metrology, vol 5, conference proceedings of the society for experimental mechanics series, 2011, p. 19-25

DUHAMEL Cécilie, MOLINS R., Phénomènes de couplages en oxidation à haute température, in : Corrosion et protection des matériaux à haute température, Ecole thématique, Porquerolles, 3.0 mai-4 juin 2010, ed. F. Balbaud, C. Desgranges, C. Duhamel et al., Presses des mines, 2011, p. 233-250

Source : O. ADAM

Naissances



Maëlle Vieillevine, fille de Karine, est née le 18 juin 2011

Gaëtan Delhomme, fils d'Olivier est né le 26 août 2011.



Nina Alexandre-Heurtel, fille de Julie, est née le 23 juillet 2011.

Manon Mazière, fille de Matthieu, est née le 31 août 2011

EUCOSS'11

Le Club Cold Spray, créé par MINES ParisTech en 2006, a organisé, le **16 septembre** 2011 à MINES ParisTech, Bd Saint-Michel, le premier symposium européen consacré au procédé de projection dynamique par gaz froid (« cold spray »), **EUCOSS'11** (European Cold Spray Symposium). EUCOSS succédait aux Journées Nationales des Procédés Laser pour l'Industrie (JNPLI) qui se tenaient dans le même lieu les 2 jours précédents. EUCOSS a ainsi bénéficié, pour son organisation, d'une coopération étroite avec les JNPLI.

La journée avait attiré 76 participants dont 16 venus de l'étranger (6 d'Allemagne, 3 du Japon, 2 d'Espagne, 2 d'Italie, 2 de Grande-Bretagne, et 1 du Canada).



Figure 1 : Auditoire d'EUCOSS dans le grand amphithéâtre de MINES ParisTech.

Le programme

(cf. www.mat.enscm.fr/clubcoldspray) présentait dans sa première partie, le matin, 6 communications au confluent des traitements de surfaces par laser et du cold spray, favorisées par le couplage d'EUCOSS avec les JNPLI. La combinaison directe du laser avec le cold spray s'est vu confirmée comme thème très porteur tant scientifiquement qu'industriellement.

Les communications de S. COSTIL (UTBM-LERMPS-Sévenans/France) et de W. KNAPP (C.L.F.A.-Paris/France) l'attestèrent. Le reste du symposium (9 communications) portait sur le procédé cold spray de base. L'ensemble du programme a démontré, s'il en était besoin encore, le développement croissant du cold spray pour de nombreuses applications industrielles. Ce développement doit sa vitalité à celle de l'activité de recherche associée. Des exemples remarquables en furent donnés, en particulier, par les communications de K. OGAWA et Y. ICHIKAWA (Université de Tohoku-Sendai/Japon) sur l'influence des

traitements thermiques sur différents types de dépôts obtenus par cold spray : base Ni et Cu. A la frontière de l'industrie et de la recherche, les travaux, très convaincants, de L. XUE (NRC-London/Canada) ont abouti à la production de buses cold spray par fabrication rapide par laser (procédé SLM). Les pièces que L. XUE a fait circuler (cf. photo) étaient probantes quant à l'intérêt du laser pour la réalisation de buses aux formes irréalisables (et avantageuses pour le procédé cold spray) par fabrication traditionnelle.



Figure 2 : Buses pour cold spray réalisées par fabrication rapide laser (SLM).

Compte tenu de l'accueil réservé à cette journée, le Club Cold Spray devrait renouveler l'expérience EUCOSSienne, vraisemblablement dans 2 ans.

D'ici là, la communauté de la projection thermique pourra se retrouver, en France, à l'occasion de la 26ème édition de la conférence internationale SMT (« Surface Modification Technologies »), à Lyon du 20 au 22 juin 2012 (cf. <http://smt26.ec-lyon.fr/>) dans l'organisation de laquelle MINES ParisTech est impliquée. Le cold spray y figurera en bonne place.

Sources : M. JEANDIN



JA 2011

Placées sous le signe de la métallurgie, Pôle Materialia et IRT M2P obligent, les **journées annuelles de la SF2M**, se sont déroulées du **4 au 6 juillet**, à l'école des Mines et à l'hôtel de Ville de **Nancy** pour la Séance Solennelle au cours de laquelle Gilles ROLLAND, notre jeune docteur a reçu la médaille BODYCOTE pour ses travaux de thèse. Parmi les

JA 2011 - CF2M

autres médaillés, Thierry CHARTIER pour ses nombreuses innovations dans la mise en forme des céramiques, Michel RAPPAZ qui a présenté les fondamentaux de la solidification à différentes échelles et Aziz ASPHAHANI, fondateur des ASM Materials Camps, pour sensibiliser les collégiens américains à la métallurgie, une expérience qui s'exporte à Clermont-Ferrand avec le soutien de AUBERT & DUVAL.



Une centaine de personnes, environ 1/3 de l'Industrie, 15% d'étrangers, se répartissait de façon non uniforme entre des thèmes qui reflètent l'activité des industriels et des académiques lorrains : 1) traitement des métaux liquides, 2) élaboration par réaction gaz – solide, 3) mise en forme et propriétés métallurgiques 4) innovations en soudage et brasage. MINES ParisTech était représentée par Elisabeth MASSONI au thème 2 et par Y BIENVENU aux thèmes 1 et 4. Nos travaux sur la désoxydation des bains de cuivre peu alliés par le couple fer - phosphore, associent des équilibres calculés et mesurés, la morphologie des oxydes et leur influence sur des modes d'endommagement lors de la mise en forme par GRISSET S.A. des substrats pour l'électronique de puissance. La présentation sur le soudage sans fusion (par diffusion et par colaminage) était centrée sur deux applications qui sont sur le point de démarrer dans l'Industrie. Les sessions ont été animées et l'organisation des JA était bonne. Ce fut aussi l'occasion de la passation de pouvoir entre le président sortant, Bruno DUBOST et J.H. SCHMITT et de la présentation de l'état des lieux avec une SF2M qui regagne en activité, organisant pas moins de 5 conférences cette année, seule ou en association.

Source : Y. Bienvenu et www.sf2m.asso.fr

Habilitation à Diriger des Recherches

A la recherche de la fibre céramique idéale

Évolution microstructurale et
Comportement local:
l'indispensable lien entre
Procédé de fabrication et Propriétés
macroscopiques.

Marie-Hélène Berger

vendredi 30 septembre 2011

Cette fibre céramique idéale que nous recherchons sera tissée pour former le squelette d'une matrice céramique. Le composite pseudo-ductile ainsi obtenu devra pouvoir résister à un chargement thermo-mécanique au-delà de 1400°C, sous atmosphère oxydante. Cette fibre devra donc être flexible, stable chimiquement, résistante à la traction et au fluage dans l'environnement visé, celui d'une turbine à gaz de combustion. Elle sera élaborée selon un procédé dérivé des techniques textiles qui induira des microstructures spécifiques donc des modes locaux de déformation et d'endommagement particuliers. La recherche de cette fibre aux propriétés macroscopiques requises ne peut se faire que par un lien étroit entre procédé, microstructure et comportement local.

Après une brève présentation du cahier des charges et des procédés de fabrication, nous exposons les méthodes d'analyses microstructurale et thermomécanique, développées pour ces fibres céramiques. Le diamètre des fibres, environ 10 μm , impose des protocoles expérimentaux spécifiques pour la préparation de lames minces MET, comme pour les essais de traction et de fluage. Afin d'éviter les biais fréquemment rencontrés dans l'analyse des fibres, nous montrons la nécessité d'effectuer des essais sur fibre unitaire et non sur mèche et de définir soigneusement les paramètres expérimentaux à prendre en compte. Cette méthode nous a permis, par exemple, de mettre en évidence des fluctuations statistiques de la densité de

défauts, liés aux procédés textiles. Nous pouvons également coupler l'évolution microstructurale et chimique observée (croissance de grain, de pores, de secondes phases, ...), aux caractéristiques macroscopiques de la fibre (vitesse de déformation, temps à la rupture...) pour établir son comportement local (glissement ou allongement des grains, cavitation, réaction chimique internes ...).

Nous traitons d'abord des fibres de carbure de silicium, premières fibres produites pour les applications envisagées. Le choix des précurseurs et des méthodes de réticulation impacte directement la stœchiométrie des fibres, leur microstructure et leur stabilité thermomécanique. Ainsi le

comportement des premières générations de fibres "SiC" est dominé par celui d'une phase oxycarbure de silicium métastable. Le modèle microstructural proposé dans la littérature est ici affiné. Les annonces de stabilisation de la phase oxycarbure par des atomes de titane sont démenties: le domaine de stabilité de la phase C-Si-O-Ti est restreint et la croissance des grains de TiC est plus rapide que celle de SiC. La deuxième génération voit son taux d'oxygène fortement réduit. La fibre est cependant encore mal cristallisée, une fraction importante du SiC peut être ordonnée par des post-traitements thermiques qui augmentent la résistance au fluage. Le carbone en excès, sous forme d'empilement de plans graphène, vient entourer les grains de SiC. Des relations d'épitaxie systématiques, couplées à une transformation progressive des plans $(002)_C$ en $\{111\}_{SiC}$ sont mises en évidence. Elles tendent à montrer que le carbone ne bloque pas la croissance du SiC mais qu'il y participe. Cependant, ces rubans carbonés facilitent le glissement des grains de SiC par des liaisons interfeuillettes faibles. Trois solutions ont été adoptées par les industriels, dans les fibres de dernière génération, pour diminuer le carbone libre et ainsi s'approcher d'une fibre stœchiométrique. Nous retiendrons celle

qui n'utilise pas d'aides de frittage (aluminium ou bore sont préjudiciables à la stabilité chimique et à la tenue en fluage). Toutefois, ce procédé repose sur une réticulation du précurseur par irradiation électronique qui augmente considérablement les coûts de production. La voie alternative "académique", permettant d'éliminer les aides de frittage une fois la densification effectuée, nous semble prometteuse. L'évolution des procédés a donc permis de s'approcher de la stœchiométrie et de la résistance au fluage d'un SiC massif. Mais l'oxydation de la fibre en tête de fissure matricielle reste fortement pénalisante pour les applications thermostructurales visées. Cette limitation a suscité l'émergence de programmes de recherche dédiés au développement de CMC tout oxyde. Leurs renforts fibreux font l'objet de la quatrième partie de ce mémoire.

Trois systèmes oxydes ont d'abord été sélectionnés, la mullite, le grenat d'aluminium et d'yttrium (YAG) et l'alumine alpha. Ces trois composés possèdent des liaisons fortes entre anion oxygène et cations métalliques, et une structure cristallographique complexe. Les fibres monocristallines correspondantes, obtenues par solidification dirigée, montrent des résistances au fluage parmi les plus élevées pour des oxydes. Dans la mullite, cette stabilité thermomécanique est renforcée par une mise en ordre des lacunes d'oxygène. Cet ordre est étudié dans une fibre de mullite 2:1. Les modèles de Moritomo (ordre bidimensionnel dans les plans (010) où les domaines ordonnés sont séparés par des parois d'anti-phase) et Rahman (ordre tridimensionnel à courte distance avec des vecteurs de corrélation lacune-lacune classés par leur fréquence) permettent de décrire l'arrangement des lacunes. L'absence de flexibilité des fibres monocristallines, liée à de forts diamètres, implique d'abandonner la solidification dirigée et de filer des sols ou polymères précurseurs. Le mémoire présente quelques précurseurs utilisés pour les trois composés sélectionnés en insistant

Habilitation à Diriger des Recherches (fin)

sur les difficultés multiples pendant leur filage (fragilité, viscosité, hygroscopie ...) et leur céramisation (porosité, transformation de phase, croissance de grains, phase parasites...). Les fibres sont polycristallines et leur taille de grain "d" doit à la fois conférer une résistance mécanique élevée (variant comme $1/\sqrt{d}$) et des vitesses de fluage faibles (variant comme $1/d^2$). Les microstructures requises sont antagonistes et les fibres résistantes à froid montrent un caractère superplastique en température par glissement aux joints de grains. L'ajout d'une seconde phase précipitant aux joints permet à la fois de diminuer les tailles de grains et d'abaisser les vitesses de fluage. Cependant les regroupements de cette seconde phase par diffusion lors d'un fluage à chaud limitent l'effet bénéfique de l'épinglage aux températures intermédiaires. Pour dépasser l'opposition entre résistance en traction et résistance au fluage à chaud, nous proposons des microstructures texturées biphasées, faites de grains allongés selon l'axe de la fibre. Leur largeur sera inférieure à la taille des défauts critiques et l'éclatement des grains selon l'axe allongera les chemins

de diffusion. Les méthodes d'élaboration sont suggérées. Le YAG ne se prête pas à la texturation de par sa structure cubique. L'alumine et la mullite peuvent être texturées mais leur couplage est fortement déconseillé dans les atmosphères considérées: en présence d'acalins ou d'alcalineux-terreux, la mullite est dissociée puis reprécipite en alumine à partir des germes existants et la silice est rejetée vers la surface de la fibre. Des vitesses de croissance de l'alumine de l'ordre du micromètre par seconde ont été relevées sous charge. Le système mullite zirconie semble posséder le plus fort potentiel si la viscosité des films intergranulaires peut être maîtrisée.

Face à la complexité d'élaboration d'un CMC (et nous n'avons traité que des fibres, les problématiques liées à l'interphase et la matrice n'ont pas été abordées), une ouverture sur les composites oxydes élaborés in-situ est proposée en fin de ce mémoire. La voie de la coextrusion a permis de développer des microstructures biphasées fortement orientées, mais les déflexions de fissures aux interfaces sont encore trop faibles et les défauts

engendrés par le process trop nombreux. La solidification dirigée à partir de liquide de la composition de l'eutectique YAG- Al_2O_3 fournit des microstructures biphasées où les plasticités inter- et intra- granulaire sont inhibées par des hétéro-interfaces cohésives  des largeurs de phases sub-microniques et sans joints de grains. Mais les interfaces fortes ne permettent pas de déflexion de fissures et les ténacités sont trop faibles. L'augmentation de la ténacité a été obtenue par le couplage de deux matériaux présentant de fortes différences de coefficients de dilatation thermique, Al_2O_3 et Al_2TiO_5 . Les phases solidifiées et les transformations eutectoïdes observées nous ont conduits à repenser les diagrammes de phases publiés.

Source : M. H. BERGER

La Newsletter du Centre des Matériaux

Mines Paristech - Centre des Matériaux P.M. FOURT
ARMINES - UMR CNRS 7633
B.P. 87
91003 Evry cedex
<http://www.mat.ensmp.fr>
Téléphone : (+ 33) 1 60 76 31 40
Télécopie : (+33) 1 60 76 31 50
Messagerie : francoise.di_rienzo@mines-paristech.fr

Equipe rédactionnelle

Rédactrice en Chef : Françoise DI RIENZO
Responsable de production : Yves BIENVENU
La Page du CdM...Le Point ! : Odile ADAM
Comité de relecture : Françoise DI RIENZO, Yves BIENVENU



<http://www.mat.ensmp.fr>

Envie de publier un article sur un sujet qui vous passionne, envie de présenter un point de votre thématique de recherche, d'informer, de vulgariser ?

Le CdM Tribune est là pour ça et vous écoute ! N'hésitez plus, écrivez.