



Conférence Métallurgie quel Avenir ! à Grenoble

Livret des résumés

5 - 9 Juin 2023

Comité d'organisation

(laboratoire SIMAP, Grenoble)
Annie Antoni-Zdziobek
Yannick Champion
Rémi Daudin
Rémy Dendievel
Alexis Deschamps
Arthur Després
Hugo Van Landeghem
Muriel Véron

(RNM / SF2M)
Bruno Chenal
Katarina Eliot
Anna Fraczekiewicz
Jean-Jacques Maillard
Alain Thorel

Comité scientifique

Sébastien Allain (IJL, Nancy)
Jean-Luc Béchade (CEA Saclay)
Michel Bellet (Mines Paris, Sofia Antipolis)
Jean-Yves Buffière (INSA Lyon)
Xavier Feugas (LaSIE La Rochelle)
Gildas Guillemot (Mines Paris, Sofia Antipolis)
Mathilde Laurent-Brocq (ICMPE, Thiais)
Bernard Normand (INSA Lyon)
Michel Perez (INSA Lyon)
Patrice Peyre (PIMM, Paris)
Thibault Quatravaux (IJL, Nancy)



Table des matières

Exploration de nouveaux Alliages Concentrés Complexes pour la fabrication par projection Laser de revêtements durs sans cobalt., Clément Vary [et al.]	10
Développement d'alliages concentrés complexes pour blindages légers, Diaa Mereib [et al.]	11
Conception numérique d'alliages concentrés complexes pour des applications nucléaires, Koutheir Riahi [et al.]	13
Evaluation quantitative et rapide de la tenue à l'oxydation à haute température pour le design de nouveaux alliages, Daniel Monceau [et al.]	15
Couplage de méthodes numériques et expérimentales pour la conception d'alliages de titane en vue d'applications à haute température, Edern Menou [et al.]	16
Caractérisation à haut débit d'alliages 6XXX à gradient de fer pour évaluer l'impact des impuretés de recyclage sur les propriétés de formage, Pierre Guerin [et al.]	18
Etude combinatoire des transformations de phases dans les aciers : synergies entre les méthodes expérimentales haut débits et l'intelligence artificielle., Amani Ksibi [et al.]	20
Outlines of a machine learning framework to predict thermodynamic properties and phase equilibria, Guillaume Deffrennes [et al.]	21
Convolutional Neural Networks applied to EBSD maps to improve phase discriminations in steels, Mykola Lavrskyi [et al.]	22
Conception assistée par ordinateur de superalliages base nickel monocristallins : évaluation critique des modèles prédictifs, Abel Rapetti [et al.]	23
Conception d'alliages à haute entropie austénitiques riches en azote, Mathieu Traversier [et al.]	24

Alliages à haute entropie chimiquement architecturés : simulation mécanique et optimisation de la microstructure, Mathilde Laurent-Brocq [et al.]	25
Design numérique et analyse d'Alliages à Composition Complexe (ACC) pour la conception d'échangeurs de chaleur, Loic Videau [et al.]	26
Utilisation de l'intelligence artificielle pour la conception d'alliages à mémoire de forme à haute entropie de type NiTi-like : application à des alliages sans Hafnium, Léo Thiercelin [et al.]	27
Interest of hybrid solutions coupling multi-physical models and data driven modelling, Frédéric Bonnet	29
Aspects de la thermodynamique des alliages par modélisations à l'échelle atomique, Rémy Besson	30
Apprentissage supervisé pour la modélisation du lien paramètres-structure de revêtements obtenus par PVD HiPIMS, Julien Neyrat [et al.]	31
Conception d'un alliage d'aluminium haute température : optimisation numérique des paramètres matériaux et procédés, Edern Menou [et al.]	32
Matériaux à gradient de composition pour la métallurgie combinatoire, Sabrina Ghanes [et al.]	33
Elaboration et étude thermomécanique d'un alliage à mémoire de forme à haute température et haute entropie 'Ti-Nb like', Laurent Peltier [et al.]	35
Accelerated characterization of materials using Artificial Intelligence, Sarah Najmark [et al.]	36
Conception accélérée d'alliages TRIP/TWIP par l'approche des matériaux à gradients de composition, Lola Lilensten [et al.]	37
MPEA austénitiques : de l'alliage de Cantor à des superalliages concentrés sans cobalt et à haute résistance mécanique, Anna Fraczkiewicz	39
Présentation des projets concernant la métallurgie dans le programme DIADEME, Alexis Deschamps [et al.]	41
Conception d'alliages par intelligence artificielle : historique et actualité, Franck Tancret [et al.]	42
Contribution of neutron diffraction and 3DXRD to the study of strain heterogeneity at microstructural scale under quasi-static and fatigue loading for 316L stainless steel obtained by additive manufacturing., Hugo Roirand [et al.]	44

Utilisation de la Scanning-3DXRD et comparaison d'algorithmes de reconstruction pour déterminer les gradients de déformation dans un alliage à mémoire de forme lors d'une sollicitation superélastique, Younes El Hachi [et al.]	46
3D Microstructure Characterization of Cu-35Cr Alloys using X-ray Computed Tomography and Machine Learning Assisted Segmentation, Lucas Varoto [et al.]	48
Recuit intercritique d'aciers DP étudié in situ par diffraction de rayons X de haute énergie, Clélia Couchet [et al.]	49
Développement d'un dispositif sans contact basé sur le phénomène de lévitation acoustique : application à la mesure de tension de surface et de viscosité de gouttelettes de métal liquide., Hervé Strozzyk [et al.]	50
Élaboration par déformation plastique intense d'alliages Al-Ca et Al-Au nanostructurés, influence sur leurs propriétés électriques et mécaniques, Xavier Sauvage [et al.]	52
Effet de la pré-déformation sur la germination, la croissance et le mûrissement de la phase S dans un alliage 2024 : de la germination hétérogène à la distribution spatiale homogène, Daniel Irmer [et al.]	53
Hybrid Mean-field composite model to predict tensile properties of dual-phase steels, Michel Perez [et al.]	54
Mesures de densité de dislocation par la méthode R ECCI au MEB : limites et possibilités, Julien Gallet [et al.]	55
Suivi in-situ de l'endommagement d'alliages de titane obtenus par fusion laser sur lit de poudre : effet de la capacité d'écrouissage, Marion Coffigniez [et al.]	57
Rejet d'azote en solution solide après un traitement thermique de détensionnement dans une soudure en acier C-Mn, William Mottay [et al.]	59
Diffusion anisotrope des terres rares lourdes (Tb, Dy) dans la phase magnétique des aimants permanents Nd-Fe-B : un modèle expérimental, Raphaël Mouron [et al.]	60
Etudes in situ et post mortem des transformations bainitiques sans carbure en refroidissement continu, Cécile Rampelberg [et al.]	62
Reconstruction en 3D de ségrégations par analyse de cartographies chimiques centimétriques, Lucie Gutman [et al.]	64
Quantification de la cinétique de restauration de l'aluminium et du cuivre purs laminés à froid par High-Temperature Scanning Indentation, Gabrielle Tiphène [et al.]	65

Etude par diffraction des neutrons in situ des évolutions microstructurales du crayon combustible revêtu chrome pour les réacteurs à eau pressurisée en conditions accidentelles, Paul Gokelaere [et al.]	67
Local probing of multiphased metallic alloys by in situ SEM electrical-nanoindentation, Fabien Volpi [et al.]	69
Multimodal characterization of in-situ deformation of IN718 alloy, Pedro Damas Resende [et al.]	70
Vers une discrimination rapide de la résistance au gonflement sous irradiation ionique de matériaux issus de la fabrication additive, Martin Madelain [et al.]	71
Study of the evolution of stresses and associated mechanisms in zirconia growing at high temperature on Zircaloy-4 by use of synchrotron radiation, Adam Bouayoune [et al.]	72
Characterization of Plastic Strain Localization in Polycrystalline Materials by means of 3D X-ray Diffraction Imaging Techniques, Zheheng Liu [et al.]	73
Pousser les limites du MEB : La compétition entre le STEM (MEB) et le TEM conventionnel, Bianca Frincu	75
Exploration de l'espace de conception des alliages d'aluminium par une méthodologie combinatoire, Alexis Deschamps	76
High temperature EBSD experiment applied to in-situ observation of phase transformation in steels, Maissa Fekih [et al.]	77
Influence of nitrogen and microstructural evolutions upon tempering in a low alloyed steel investigated by in situ HEXRD and post mortem HRTEM, Miguel Costa Salazar [et al.]	79
Etat de précipitation dans le métal déposé en acier faiblement allié d'un joint soudé brut de soudage et après traitement thermique, Jérémy Landes	80
Etude expérimentale et numérique des phénomènes de restauration et de recristallisation statiques : cas de l'aluminium pur, Pauline Stricot [et al.]	81
Multi-scale investigation of an ancient Al-Cu-Mg-Si alloy collected on a German WWII aircraft, Magali Brunet [et al.]	83
Latest advances in metallurgy at European Synchrotron Radiation Facility (ESRF), Andrea Francesco Ciuffini	85
Etude métallurgique et mécanique d'un revêtement de galvanisation à chaud en continu, Mohamed Labaïz [et al.]	86

Étude expérimentale des équilibres solide-liquide dans le système binaire Fe-B pour les faibles teneurs en bore, Luisa Coelho De Carvalho [et al.]	87
Design of an optimized fine-grained microstructure reinforced by spinodal decomposition, Juan Macchi [et al.]	88
Couplage entre défauts à l'échelle nanométrique étudiés par microscopie corrélative STEM et sonde atomique tomographique, Williams Lefebvre [et al.]	89
Evolutions récentes en tomographie X pour l'étude des métaux., Pierre Lhuissier [et al.]	90
La théorie de correspondance pour expliquer les plans d'habitat et les plans de jonction de la martensite, Cyril Cayron	92
Recristallisation des aciers ferritiques inoxydables: approche expérimentale et modélisation, Louis Hennocque [et al.]	93
Simulation atomistique du mouvement collectif du carbone pendant le vieillissement de la martensite, Liangzhao Huang [et al.]	95
Simulation de l'évolution d'une interface de soudage diffusion d'alliage 800H en présence d'une population évolutive de particules de seconde phase par une approche level-set, Camille Godinot [et al.]	96
Modélisation de la diffusion dans les solides : de l'échelle atomique à l'échelle macroscopique, Thomas Schuler	97
Influence d'inoculants pendant la solidification directionnelle du Cu : une étude de dynamique moléculaire dans le contexte de la fabrication additive, Quentin Bizot [et al.]	98
Hybrid ab initio-machine learning simulations of dislocation defect interaction., Petr Grigorev [et al.]	99
Modelling the effect of deformation on the bainite transformation kinetics, Imed-Eddine Benrabah [et al.]	100
Modélisation de la bainite par automate cellulaire, Guichard Hugo [et al.]	101
Modèle de Monte-Carlo cinétique appliqué à la maturation des alliages d'aluminium 6000, Christophe Sigli	103
Stability and heterophase fluctuations in the bcc Ti-Zr-Nb system via ab initio calculations, Sally Issa [et al.]	104

DIGIMU® 5.0 : Evolution des particules de seconde phase, des sous-joints de grains et modélisation de la recristallisation dynamique continue, Pascal De Micheli [et al.]	105
Modélisation et simulation 3D de la fusion d’alliages de titane lors du procédé de refusion par plasma d’arc en creuset froid (PAMCHR), Widad Ayadh [et al.] . . .	107
Modélisation des champs thermiques durant le soudage FSW et de la dureté après revenu post-soudage de l’alliage 2050-T34, Denis Carron [et al.]	109
Distribution et rôle du carbone dans les transformations de phase des aciers bainitiques mésoségrégés, Marion Bregeault [et al.]	110
Développement d’une méthodologie combinant numérique et expérimental pour prédire les déformations lors de la fabrication d’une pièce mécanique, Oriane Baulin [et al.]	111
Full Field model to predict microstructures in precipitate strengthened alloys, Mathilde Eymann [et al.]	112
Etudier la plasticité des métaux et alliages depuis l’échelle atomique : pourquoi, comment, et pour quels résultats?, David Rodney	113
Formation de joints de grains lors de la solidification polycristalline, Damien Turret	114
Défis dans la décarbonation de fonte ductile à Saint-Gobain PAM, Neill McDonald [et al.]	115
Optimisation de l’utilisation des terres rares lourdes dans le recyclage en voie courte des aimants NdFeB, Gatien Bacchetta [et al.]	116
Substitution du cobalt par un alliage nickel-bore dans les carbures cémentés., Fabienne Delaunois [et al.]	118
Alliage d’aluminium recyclé par voie solide : influence du traitement thermique pré-extrusion sur la formation d’oxydes, Théo Duchateau [et al.]	119
Outil graphique pour la réduction directe : description du point de fonctionnement du procédé Midrex NG, Thibault Quatravaux	121
Comment augmenter l’efficacité du recyclage de l’aluminium ?, Bertrand Huneau [et al.]	122
La décarbonation de la sidérurgie grâce à la réduction directe par l’hydrogène, Fabrice Patisson [et al.]	124

La transition énergétique : exigences pour les matériaux et matériaux nécessaires pour la transition, Yves Brechet	125
Ingénierie des défauts: une alternative prometteuse pour la fabrication additive en métal, Florent Hannard [et al.]	126
Fabrication et caractérisation d'un démonstrateur pré-industriel pour l'énergie fabriqué par WAAM multi-matériaux dans le cadre du projet européen Grade2XL, Flore Villaret [et al.]	127
Elaboration de composites AlSi7Mg0.6/SiC par Fusion Laser sur Lit de Poudre, Marie-Reine Manlay [et al.]	128
Contrôle local des microstructures et propriétés en LPBF, Roland Logé [et al.] . .	129
Ecrouissage d'un acier 316L élaboré par fabrication additive : caractérisation mécanique, microstructurale et simulation., Léo Monier [et al.]	130
Caractérisation du mode keyhole pour la fabrication additive en fusion laser sur lit de poudre : influence de la répartition d'énergie du spot laser sur le lit de poudre., Maxence Guillon [et al.]	131
Le rôle de la refusion pour la fabrication de Zr-Cu-Al-Nb par fusion laser sur lit de poudre, Camille Puzon [et al.]	133
Étude de la relation entre la microstructure et les propriétés d'aimants NdFeB réalisés par fabrication additive, Aymeric Wolz [et al.]	134
Caractérisation expérimentale des mécanismes de durcissement d'un alliage d'aluminium élaboré par le procédé L-PBF, Louise Toualbi [et al.]	136
Caractérisation et optimisation du frittage d'un acier outil H13 durant le procédé de fabrication avec des fils fondus métalliques (FFFm), Jordan Lacorne [et al.] . .	137
Fabrication additive par Laser-Fil de l'alliage Ti-6Al-4V : relations procédés – microstructures – propriétés, Achraf Ayed [et al.]	138
Mise en œuvre d'un alliage NiCrBSi par procédé L-PBF, Anthony Ty [et al.] . . .	139
Performances d'une structure architecturée " double dureté " pour blindages légers, Cécile Davoine [et al.]	140
Etude multi-échelle du comportement à rupture d'un alliage NiCr élaboré par fabrication additive (L-PBF) sous différentes sollicitations mécaniques, Sélia Benmabrouk [et al.]	141

Élaboration de métamatériaux en Ni-20wt.%Cr par fabrication additive : vers l'optimisation des propriétés mécaniques et acoustiques, Rémy Ribot [et al.] . . .	143
Effet des post traitements thermiques sur l'anisotropie des propriétés mécaniques de l'alliage Ti-6Al-4V élaboré par L-PBF, Quentin Gaillard [et al.]	145
Vers la fabrication de matériaux à gradients de fonctionnalité par fabrication additive (fusion sur lit de poudre par faisceau d'électrons), Alexandre Margueret [et al.]	146
Aluminium alloys for MELD manufacturing, Maureen Puybras [et al.]	147
Influence des traitements thermiques sur les propriétés de résistance à la flexion par choc de l'acier inoxydable 17-4PH obtenu par fabrication additive, Eric Nivet [et al.]	148
Nucleation burst in additively manufactured Inconel 718: 3D characterization of ISRO-induced equiaxed microstructure, Julien Zollinger [et al.]	149
Sinter-based Additive Manufacturing of dense or porous metallic parts: metallurgical challenges, Xavier Boulmat [et al.]	150
Influence des conditions de recuit continu et de la microstructure sur la prise d'hydrogène dans les aciers galvanisés à chaud : Apport de la modélisation numérique, Thomas Dieudonné	151
Evaluation de la méthode Additive Friction Stir Deposition pour la réparation : réponse mécanique de la zone réparée, Florian Girault [et al.]	152
Fragilisation par l'hydrogène d'un acier martensitique et bainitique, Alexia D'orazio [et al.]	153
Evolution des propriétés mécaniques d'alliages d'aluminium pour l'aéronautique au cours du vieillissement en service, Thomas Perrin [et al.]	154
Impact de l'état structural des verres métalliques base Zr-Cu sur les propriétés mécaniques et le comportement tribologique, Paul Laffont [et al.]	156
Etude multi-échelles pour la compréhension des phénomènes de fragilisation par les métaux liquides : cas de laitons α en présence de l'eutectique Ga-In, Ingrid Proriol Serre [et al.]	157
Hydrogen/plasticity interaction in nickel-based superalloys: Effect of γ' -Ni ₃ Al precipitate state and hardening mechanisms, Siva Prasad Murugan [et al.]	159

Assemblage par thermocompression à basse température de films de cuivre poreux obtenus par électrodéposition ou par dissolution sélective d'alliages, Lucas Chachay [et al.]	160
Nondestructive defect density measurement at atomic level – New opportunities using non-radioactive positron generators., Pierre Bregeault [et al.]	161
Fluage à haute température d'un alliage Ni-20wt.%Cr : impact des dimensions et de la microstructure sur les mécanismes de déformation, Jade Papin [et al.]	162
Plateforme HYCOMAT : un moyen dédié à l'étude de la compatibilité des métaux avec l'hydrogène gazeux – Etude de soudures du réseau de gaz naturel en présence d'un mélange hydrogéné, Guillaume Benoit [et al.]	164
Fissuration assistée par l'environnement des alliages d'aluminium : paramètres métallurgiques critiques et influence de l'hydrogène, Christine Blanc	165
Les enjeux matières premières et énergie dans un monde en transition, Olivier Vidal	166

Liste des auteurs

166

Exploration de nouveaux Alliages Concentrés Complexes pour la fabrication par projection Laser de revêtements durs sans cobalt.

Clément Vary * ^{1,2}, Pascal Aubry ¹, Ivan Guillot ², Peter Grün ³, Jörg Kaspar ³, Holger Hillig ³

¹ CEA- Saclay – CEA – France

² Institut de Chimie et des Matériaux Paris-Est – Institut de Chimie du CNRS, Université Paris-Est Créteil Val-de-Marne - Paris 12, Centre National de la Recherche Scientifique – France

³ Fraunhofer Institute Material and Beam Technology [Dresden] – Allemagne

D'importants efforts de recherche ont été entrepris au cours des dernières décennies pour remplacer les Stellites®^(R), des alliages à base cobalt pourtant très performants pour la protection contre les frottements. Le cobalt s'est par exemple avéré problématique en environnement nucléaire à cause de la transmutation de son isotope stable ^{59}Co en ^{60}Co , un fort émetteur de rayons gammas. C'est par ailleurs un élément rare, coûteux et qualifié de "stratégique" dans le cadre de la transition énergétique, donc la recherche de substituts viables peut concerner d'autres secteurs industriels. Si certains alliages à base fer ou nickel ont été développés jusqu'à commercialisation pour tenter de les remplacer, aucun n'est parvenu à égaler complètement les performances des Stellites®^(R). Le but de ce travail est de contribuer à ces efforts de développement matériaux en proposant de nouveaux candidats sous la forme d'Alliages Concentrés Complexes. Des travaux précédents avaient permis d'identifier l'alliage $(\text{CrFeNi})_{90}\text{Mo}_5\text{Ti}_5$ (%at) comme une base prometteuse, dont la microstructure (phase dure de type sigma intégrée à une matrice CFC plus ductile) lui assure une bonne tenue face aux frottements. Dans le but de raffiner cette composition et ses propriétés, une méthode a été mise en place pour explorer de manière plus complète le système quinaire Cr-Fe-Ni-Mo-Ti qui reste aujourd'hui peu étudié. L'ajout d'Al a également été effectué dans certaines compositions afin de pousser l'étude vers des microstructures encore plus variées. Les effets de ces différents éléments sur les microstructures ont pu être étudiés d'abord numériquement via des calculs massifs effectués par méthode CALPHAD, puis expérimentalement. Le procédé de projection Laser permettant la fabrication rapide d'alliages *in situ*, son utilisation était toute désignée pour l'établissement d'une démarche de métallurgie combinatoire accélérée, d'autant plus qu'il permet de fabriquer directement des revêtements et correspond donc à l'application visée. De nombreux échantillons ont pu être élaborés pour caractérisations afin de gagner en connaissances sur ce type d'alliages et de désigner *in fine* des candidats prometteurs au remplacement des Stellites®^(R).

*Intervenant

Développement d'alliages concentrés complexes pour blindages légers

Diaa Mereib ¹, Juliette Gandolfi ², Régis Poulain ¹, Philippe Chevallier ¹, Azziz Hocini ², Jean-Philippe Couzinié ¹, Guy Dirras ², Loïc Perrière ^{*† 3}

¹ Institut de Chimie et des Matériaux Paris-Est – Institut de Chimie du CNRS, Université Paris-Est Créteil Val-de-Marne - Paris 12, Centre National de la Recherche Scientifique – France

² Laboratoire des Sciences des Procédés et des Matériaux – Institut Galilée, Université Sorbonne Paris Cité, Centre National de la Recherche Scientifique, Université Sorbonne Paris nord – France

³ Institut de Chimie et des Matériaux Paris-Est (ICMPE) – CNRS : UMR7182, Université Paris-Est Créteil Val-de-Marne (UPEC) – 2 à 8 rue Henri Dunant 94320 THIAIS, France

Les matériaux candidats au blindage des véhicules terrestres nécessitent une excellente résistance mécanique avec forte capacité de déformation. Les aciers sont les matériaux principalement utilisés pour ces applications. Cependant, la gamme de matériaux utilisée pour répondre à ce besoin est assez restreinte, puisqu'il s'agit principalement d'aciers faiblement alliés avec une teneur en carbone élevée. Il en résulte une densité relativement élevée, ce qui s'oppose aux problématiques de réduction de masse et d'économie d'énergie. Dans ce contexte, la recherche de nouvelles solutions matériaux métalliques ayant des propriétés spécifiques plus élevées est une nécessité. Dans ce projet, nous proposons la conception des alliages complexes concentrés (ACC) comme une alternative prometteuse aux aciers, pour des applications de blindage léger. Les récentes études sur les compositions ACC à base des métaux de transition notamment dans le système Co-Cr-Fe-Ni ont montré un bon compromis entre la résistance mécanique, dureté et ductilité à basse température (1). Afin d'améliorer cette résistance mécanique, différentes stratégies de renforcement sont étudiées. Une approche développée dans ce travail consiste à renforcer une matrice cubique à faces centrées par une précipitation contrôlée d'une phase intermétallique de type L12 et/ou B2 *via* l'ajout d'éléments minoritaires (Ti, Al, ou Mo) (2) (3).

Nous détaillerons les calculs thermodynamiques (méthode Calphad) réalisés pour cribler le système Al-Co-Cr-Fe-Ni-Ti et identifier des compositions d'alliages présentant les microstructures souhaitées. Dans un second temps, les travaux expérimentaux réalisés sur une composition prometteuse seront présentés, notamment le développement d'un traitement pour atteindre une microstructure et des propriétés optimisées. Une caractérisation microstructurale par microscopie électronique à balayage (MEB) et les techniques associées (EBSD, EDS) et microscopie électronique en transmission (MET) a ainsi été réalisée. Par ailleurs, les propriétés mécaniques en conditions quasi-statiques (essais de traction) et dynamiques (barre d'Hopkinson) seront évaluées en lien avec l'application visée.

(1) B. Gludovatz, A. Hohenwarter, D. Catoor, E. H. Chang, E. P. George, and R. O. Ritchie, "A fracture-resistant high-entropy alloy for cryogenic applications," *Science*, vol. 345, no. 6201, pp. 1153–1158, Sep. 2014.

(2) C. Zhang et al., "Aged metastable high-entropy alloys with heterogeneous lamella structure for superior strength-ductility synergy," *Acta Materialia*, vol. 199, pp. 602–612, Oct. 2020.

*Intervenant

†Auteur correspondant: loic.perriere@cnr.fr

(3) T. Rieger, "Étude thermodynamique, microstructurale et mécanique d'alliages concentrés complexes renforcés par précipitation pour des applications structurales à haute température.," Thèses, Université Paris Est, 2020

Conception numérique d'alliages concentrés complexes pour des applications nucléaires

Koutheir Riahi * ^{1,2}, Anna Fraczkiewicz[†] ², Franck Tancret[‡] ¹

¹ Institut des Matériaux Jean Rouxel – Institut de Chimie du CNRS, Centre National de la Recherche Scientifique, Nantes université - UFR des Sciences et des Techniques, Nantes Université - Ecole Polytechnique de l'Université de Nantes – France

² École des Mines de Saint-Étienne – Institut Mines-Télécom [Paris] – France

Les défis énergétiques actuels et leur évolution dans l'avenir proche suscitent un intérêt accru pour des nouvelles technologies de l'industrie nucléaire. Parmi elles, les réacteurs à sels fondus (MSR) présentent de nombreux avantages, mais leur utilisation se heurte à la découverte et la disponibilité des matériaux aptes à répondre aux conditions de travail extrêmes, telles que la résistance à la fois à l'irradiation, au fluage et à la corrosion, à des températures comprises entre 500 et 800°C (1).

Ce travail a pour objectif de concevoir des alliages concentrés complexes (Complex Concentrated Alloys, CCA), libres de cobalt pour éviter son activation en ^{60}Co , et correspondant au cahier de charges de fonctionnement d'un MSR. La première étape a consisté à concevoir des modèles physiques de résistance au fluage et à la corrosion. L'amélioration de la résistance à l'irradiation est approchée par la recherche d'une matrice "à haute entropie". Ces modèles seront ultérieurement intégrés dans un algorithme génétique afin d'optimiser les compositions selon les propriétés visées. Dans un second temps, ces matériaux seront élaborés et caractérisés (microstructure, propriétés thermomécaniques, corrosion aux sels fondus) afin de valider notre approche.

La méthode CALPHAD (Calculation of Phase Diagrams) a été utilisée pour prédire la microstructure des alliages : nature, composition et fraction des phases en présence. En s'inspirant de la stratégie de renforcement des superalliages base nickel, la résistance au fluage a été décrite à l'aide d'un modèle à bases physiques prenant en compte la diffusion ainsi que le renforcement par précipitation d'intermétalliques γ' et de carbures $\text{M}_2\text{3C}_6$. Une fois les paramètres ajustés sur une base de données de contraintes de rupture en fluage d'un grand nombre de superalliages, le modèle a été testé avec succès sur les quelques CCA pour lesquels des données en fluage ont été publiées.

La protection contre la corrosion devrait être assurée par la formation de couches passives d'alumine et/ou de chromine. Pour ce faire, un inventaire des couches d'oxydes formées sur des CCA et des superalliages base nickel a d'abord été réalisé. Notre choix s'étant porté sur une protection par l'alumine, couche la plus protectrice dans nos conditions de service, plusieurs méthodes ont été employées pour définir un critère de formation de cet oxyde (2). Une étude sur la cinétique de diffusion relative de l'aluminium et du chrome a été associée à un modèle de fouille de données permettant de prédire la couche d'oxyde formée selon la composition de l'alliage et la température.

Références :

*Intervenant

[†]Auteur correspondant: anna.fraczkiewicz@emse.fr

[‡]Auteur correspondant: franck.tancret@univ-nantes.fr

(1) DeVan JH, DiStefano JR, Eatherly WP, Keiser JR, Klueh RL. Materials considerations for molten salt accelerator-based plutonium conversion systems. In: AIP Conference Proceedings. Las Vegas, Nevada (USA): AIP; 1995.

(2) Kruizenga A. Corrosion mechanisms in chloride and carbonate salts. (Internet). 2012 sept (cité 15 févr 2023) p. SAND2012-7594, 1051732. Report No.: SAND2012-7594, 1051732.

Evaluation quantitative et rapide de la tenue à l'oxydation à haute température pour le design de nouveaux alliages

Daniel Monceau * ¹, Clara Desgranges ², Thomas Perez , Tom Sanviemvongsak

¹ Université de Toulouse, Institut Carnot CIRIMAT, UMR CNRS-UPS-INP 5085 .Ecole Nationale Supérieure des Ingénieurs en Arts Chimiques et Technologiques, Bâtiment ENSIACET – Institut National Polytechnique de Toulouse - INPT – 4 allée Emile Monso - BP44362 31030 Toulouse cedex 4, France, France

² CEA – CEA Saclay – France

Les nouvelles approches de conception d'alliages nous conduisent à vouloir tester rapidement et avec peu de matière des dizaines de compositions ou microstructures différentes. Ce papier fera la revue de différents modes de dégradation observés sur les alliages de structure, notamment les superalliages à base de nickel et les alliages de titane. L'oxydation affecte la surface des matériaux, consomme la section portante des pièces mais modifie également la microstructure des alliages souvent sur des profondeurs bien plus importantes que l'épaisseur de la couche d'oxyde. Nous montrerons les approches qui ont été développées pour quantifier les cinétiques d'oxydation isotherme et cyclique, et comment ses analyses peuvent être utilisées pour évaluer comment l'oxydation affecte l'évolution microstructurale des alliages. Nous montrerons également l'intérêt et les limitations de la technique de thermogravimétrie en escalier (SMT-TGA) qui permet d'évaluer les cinétiques d'oxydation isotherme dans un large domaine de température avec une quantité réduite de matière.

*Intervenant

Couplage de méthodes numériques et expérimentales pour la conception d'alliages de titane en vue d'applications à haute température

Edern Menou ¹, Thomas Vaubois * ¹, Jérôme Delfosse[†] ¹

¹ SAFRAN Tech – SAFRAN (FRANCE) – France

La réduction des émissions polluantes constitue un enjeu stratégique majeur pour l'industrie aéronautique. Les matériaux contribuent grandement au développement de solutions innovantes pour une aviation plus " verte ". Les besoins actuels clairement identifiés sont l'augmentation des propriétés en température des matériaux et la réduction de la masse totale de l'aéronef. Dans le domaine des matériaux métalliques, les alliages de titane présentent une excellente résistance mécanique spécifique et une bonne résistance à la corrosion qui les rendent particulièrement compétitifs face aux aciers et aux superalliages base nickel jusqu'à des températures de l'ordre de 550 °C. Ils sont ainsi employés dans les turbines à gaz notamment pour la fabrication d'aubes et de disques de compresseurs. Les nouvelles architectures moteurs impliquent cependant une augmentation de leurs températures de fonctionnement. Un des axes de recherche actuels du groupe SAFRAN concerne donc l'amélioration de la tenue en température des alliages de titane. Les alliages de titane traditionnellement utilisés à haute température sont des alliages de la catégorie " quasi- α " tels que l'alliage Ti-6242. Ceux-ci sont cependant sensibles à la fatigue dwell (fatigue-fluage), de sorte que le développement d'un nouvel alliage doit non seulement prendre en compte les impératifs de températures croissantes, mais également la réduction de la sensibilité à ce mode de ruine.

Le projet ANR ALTITUDE porte le développement d'un alliage sur la base de la composition du Ti-6242, présentant à la fois une bonne résistance face aux sollicitations de type fatigue-fluage, de bonnes propriétés mécaniques et une bonne résistance à l'oxydation à haute température, jusqu'au moins 650 °C. Le projet a vu deux phases successives.

La première a consisté à cribler un large espace de compositions candidates à l'aide (1) de modèles de croissance de la phase α approchant la sensibilité à l'effet dwell et (2) de la thermodynamique prédictive pour l'estimation des fractions de phase α et β en fonction de la composition nominale. Quatorze alliages ont été élaborés, transformés et leur microstructure, leur résistance mécanique et leur résistance environnementale caractérisées.

Les résultats de ces caractérisations ont été exploités dans la seconde phase. Des modèles d'apprentissage supervisé reliant compositions et propriétés en traction et en oxydation ont vu leurs réponses optimisées de manière à déterminer des compositions aux propriétés supérieures à celles des alliages de la première phase. Deux nouvelles compositions ont été conçues sur la base des prédictions, de nouveau vérifiées expérimentalement.

*Intervenant

[†]Auteur correspondant: jerome.delfosse@safrangroup.com

Cette présentation s'intéressera autant aux méthodes numériques ayant guidé le choix successif des compositions, qu'à la validation expérimentale des prédictions qui en sont issues. Ces travaux ont été réalisés dans le cadre du projet ANR ALTITUDE, soutenu par l'Agence Nationale de Recherche (ANR-18-CE08-0024), réunissant l'Institut Jean Lamour, le laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne, l'ONERA, Timet Savoie et Safran.

Caractérisation à haut débit d'alliages 6XXX à gradient de fer pour évaluer l'impact des impuretés de recyclage sur les propriétés de formage

Pierre Guerin * ^{1,2}, Alexis Deschamps ¹, Pierre Lhuissier ¹, Frederic De Geuser ¹, Massih-Reza Amini ³, Fanny Mas ²

¹ Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés – Institut de Chimie du CNRS, Centre National de la Recherche Scientifique, Université Grenoble Alpes, Institut polytechnique de Grenoble - Grenoble Institute of Technology – France

² Constellium Technology Center – Constellium, Parc Economique Centr'alp, CS10027, Voreppe, 38341 cedex, France – France

³ Laboratoire d'Informatique de Grenoble – Centre National de la Recherche Scientifique : UMR5217, Université Grenoble Alpes, Institut polytechnique de Grenoble - Grenoble Institute of Technology, Centre National de la Recherche Scientifique – France

L'utilisation d'alliages d'aluminium, tels que les alliages 6XXX (Al-Mg-Si-Cu), pour les applications automobiles est en constante augmentation car c'est l'un des principaux moyens de réduction de poids des véhicules. En outre, le développement d'alliages recyclables permet de réduire considérablement les émissions de gaz à effet de serre lors de la phase de fabrication. Cependant, l'augmentation de la fraction en métal recyclé sur ces alliages induit des changements dans la composition de l'alliage (1, 2). En particulier, l'augmentation de la teneur en espèces peu solubles telles que le fer et le manganèse peut avoir un effet néfaste sur le comportement mécanique au cours des processus de la mise en forme (3, 4, 5).

Afin de comprendre le lien complexe entre les paramètres de la microstructure tels que la taille ou la distribution spatiale des précipités riches en Fe et en Mn et les propriétés mécaniques liées à la formabilité, une large gamme de compositions et de microstructures a été générée par des coulées à gradient de fer ainsi que de multiples transformations en aval. Étant donné le grand volume d'échantillons que cette approche combinatoire a produit, des caractérisations à haut débit ont été conçues pour construire une base de données opérationnelle pour la modélisation statistique et l'apprentissage automatique.

D'une part, pour évaluer les paramètres clés de la microstructure, l'imagerie MEB à grand champ des intermétalliques au Fe a été réalisée avec des mesures EDS automatisées pour déterminer les fractions respectives des phases α et β , leur taille et leurs distributions spatiales. D'autre part, pour évaluer la réponse mécanique à des chargements pertinents pour le formage automobile, des essais de traction systématiques en sollicitation uniaxiale et en déformation plane, ainsi que des essais de pliage ont été réalisés. Toutes ces expériences sont instrumentées par corrélation d'images numériques (DIC) afin d'obtenir une mesure globale et locale de la déformation au cours de l'essai.

Parmi les données disponibles, les premiers essais de traction uniaxiale et de pliage ont démontré l'effet négatif de l'apport en fer ou en manganèse. De futurs travaux porteront sur l'étude de l'effet des différents paramètres du process.

*Intervenant

Références

- (1) T, Minoda, et al.; *Materials Characterization*, **2002**, *49.5*, 409-420.
- (2) J, Hirsch, et al.; *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, **2014**, *24.7*, 1995-2002.
- (3) S, Shouxun, et al.; *Materials Science and Engineering*, **2013**, *A564*, 130-139.
- (4) T, Minoda, et al.; *Materials Science Forum*, **2006**, *519-521*, 859-864.
- (5) A.J, Tomstad, et al.; *Materials Science and Engineering*, **2021**, *A820*, 141420.

Etude combinatoire des transformations de phases dans les aciers : synergies entre les méthodes expérimentales haut débits et l'intelligence artificielle.

Amani Ksibi * ¹, Hugo Van Landeghem ¹, Alexis Deschamps ¹, Frédéric Bonnet ², Benoît Denand ³, Guillaume Geandier ³

¹ Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés – Institut de Chimie du CNRS, Centre National de la Recherche Scientifique, Université Grenoble Alpes, Institut polytechnique de Grenoble - Grenoble
Institute of Technology – France

² ArcelorMittal RD Packaging – ArcelorMittal Maizières Research SA – France

³ Institut Jean Lamour – Institut de Chimie du CNRS, Université de Lorraine, Centre National de la Recherche Scientifique – France

Les transformations des phases, en particulier la décomposition de l'austénite en ferrite, jouent un rôle majeur dans le développement des aciers industriels avancés. Elles agissent d'une manière décisive sur leurs microstructures et déterminent en conséquence leurs propriétés mécaniques. Mieux comprendre la cinétique de la transformation de l'austénite en ferrite est donc essentiel pour pouvoir contrôler les propriétés finales des aciers. Cela nécessite de comprendre les mécanismes qui contrôlent la cinétique de formation de la ferrite, le rôle des éléments substitutionnels pendant la croissance de la ferrite et leur interaction avec l'interface de migration α/γ .

Dans ce contexte, nous avons développé une méthodologie combinatoire complète à haut débit permettant d'enregistrer la cinétique de transformation de phases austénite-ferrite en de nombreux points de l'espace et de composition. Cette technique consiste à fabriquer des matériaux avec des gradients de composition macroscopiques, et d'effectuer des expériences in situ de diffraction des rayons X à haute énergie, résolues dans le temps et dans l'espace. D'abord, des couples de diffusion contenant des gradients de soluté à l'échelle millimétrique et une teneur en carbone presque constante ont été générés par diffusion à haute température. Ensuite, des mesures in situ aux rayons X synchrotron sont effectués pendant des traitements thermiques isothermes et anisothermes pour mesurer les cinétiques de croissance de la ferrite dans les différents couples. Cette méthodologie a permis de générer un nombre très important de données expérimentales de transformation de phase austénite-ferrite pour différentes compositions et à différentes températures (730°C, 750°C, refroidissement continu à 2°C et 0, 5°C.s-1).

Enfin, nous avons utilisé cette énorme base des données pour mettre en œuvre des approches d'apprentissage automatique (CNN, Random forest et XGBoost) permettant de prédire la transformation de phase austénite-ferrite pour des traitements isotherme et anisothermes, D'autre part, ces données ont permis de valider et optimiser une version modifiée du modèle '**three-jump solute drag**'. Ce modèle est utilisé avec succès pour prédire la cinétique de plusieurs solutés de substitution, compositions et températures dans les systèmes ternaires et quaternaires. La limitation de ce modèle est le temps de calcul requis pour les conditions anisotherme. Une voie d'accélération du modèle est d'utiliser des approches d'apprentissage automatique pour faciliter les calculs thermodynamiques.

*Intervenant

Outlines of a machine learning framework to predict thermodynamic properties and phase equilibria

Guillaume Deffrennes * ¹, Bengt Hallstedt ², Taichi Abe ³, Evelyne Fischer ¹, Stéphane Gossé ⁴, Jean-Marc Joubert ⁵, Alexander Pisch ¹, Key Terayama ⁶, Ryo Tamura ⁷

¹ Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés – Institut de Chimie du CNRS, Centre National de la Recherche Scientifique, Université Grenoble Alpes, Institut polytechnique de Grenoble - Grenoble Institute of Technology – France

² Institute for Materials Applications in Mechanical Engineering, RWTH Aachen University – Allemagne

³ RCSM, National Institute for Materials Science – Japon

⁴ DES, ISAS – S2CM, CEA, Université Paris-Saclay – Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives (CEA) Paris-Saclay – France

⁵ Institut de Chimie et des Matériaux Paris-Est – Institut de Chimie du CNRS, Université Paris-Est Créteil Val-de-Marne - Paris 12, Centre National de la Recherche Scientifique – France

⁶ Graduate School of Medical Life Science, Yokohama City University – Japon

⁷ WPI-MANA, National Institute for Materials Science – Japon

Information on phase equilibria and thermodynamic properties are important for numerical alloys design. For instance, data on eutectics are useful to identify new metallic glasses (1), and estimates of enthalpies of mixing are used to predict phase formation in multi-principal element alloys (2).

We aim to develop machine learning (ML) models to predict enthalpies of mixing, liquidus, and sections of phase diagram. To that end, data are being collected on more than 900 binary systems, and on about 400 ternary systems.

We will present our methodology, future prospects, and preliminary results on the prediction of the enthalpy of mixing in the liquid phase. Estimates of this property can be useful as an input in CALPHAD assessments and in ML models for predicting phase equilibria.

(1) A. Dasgupta, S.R. Broderick, C. Mack, B.U. Kota, R. Subramanian, S. Setlur, V. Govindaraju, K. Rajan, Probabilistic Assessment of Glass Forming Ability Rules for Metallic Glasses Aided by Automated Analysis of Phase Diagrams, *Sci Rep.* 9 (2019) 357. <https://doi.org/10.1038/s41598-018-36224-3>.

(2) Y. Zeng, M. Man, K. Bai, Y.-W. Zhang, Revealing high-fidelity phase selection rules for high entropy alloys: A combined CALPHAD and machine learning study, *Mater. Des.* 202 (2021) 109532. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.109532>.

*Intervenant

Convolutional Neural Networks applied to EBSD maps to improve phase discriminations in steels

Mykola Lavrskyi *^{1,2}, Nathalie Gey[†]^{1,3}, Philippe Charobert⁴, Natalia Loukachenko⁴, Audrey Couturier⁴, Nicolas Kohout², Lionel Germain[‡]^{1,3}

¹ Laboratoire d'Étude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux – Université de Lorraine, Centre National de la Recherche Scientifique, Arts et Métiers Sciences et Technologies – France

² Institut de recherche technologique Matériaux Métallurgie et Procédés – Institut de recherche technologique Matériaux Métallurgie et Procédés – France

³ Labex DAMAS – Université de Lorraine – France

⁴ Centre de Recherche des Matériaux du Creusot (CRMC) – INDUSTRIAL (ArcelorMittal) – France

The analysis of microstructures in multiphase steels is highly complex but it is essential to achieve better process control or to optimize their properties. EBSD is a well-suited technique for this application since it provides much more information than classical imaging. Even if martensite, bainite, and ferrite, have similar crystal structures, they can be distinguished on EBSD maps by their local misorientation and packets/blocks/sub-blocks arrangement. However, a quantitative characterization of such complex steels microstructures requires a considerable amount of time, effort and expertise. Therefore, there is a need to develop a reliable tool to accelerate and automates the phase recognition of multi-phase microstructures.

In previous studies, we have demonstrated the input of Convolutional Neural Networks (CNNs) for this task (1,2). The developed CNN with the UNET architecture shows the ability to automatically distinguish martensite, bainite, and ferrite in a low carbon industrial steel with an accuracy of over 90%. The success of using artificial neural networks is strongly dependent on enough and relevant database. In this contribution, we assess the robustness of our model against the variability of the input (steel grade, influence of sample preparation and EBSD acquisition set-up). Additionally, we discuss the amount of data needed to train an accurate model, including the contribution of simulated EBSD microstructures and data augmentation.

(1) Martinez Ostormujof T., Purushottam Raj Purohit R., Breumier S., Gey N., Salib M., Germain L. (2021). *Deep Learning for automated phase segmentation in EBSD maps. A case study in Dual Phase steel microstructures. Materials Characterization, 184:111638.*

(2) Breumier S., Martinez Ostormujof T., B. Frincu, Gey N., P.E. Aba-Perea, A. Couturier, N. Loukachenko, Germain L. (2022). *Leveraging EBSD data by deep learning for bainite, ferrite and martensite segmentation. Materials Characterization, 186:111805.*

*Intervenant

[†]Auteur correspondant: nathalie.gey@univ-lorraine.fr

[‡]Auteur correspondant: lionel.germain@univ-lorraine.fr

Conception assistée par ordinateur de superalliages base nickel monocristallins : évaluation critique des modèles prédictifs

Abel Rapetti ^{*† 1}, Alice Cervellon ¹, Edern Menou ², Jérémy Rame ³,
Jonathan Cormier ¹, Franck Tancret ⁴

¹ Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique [Poitiers] – Pprime Institute - UPR
CNRS 3346 - ISAE-ENSMA – France

² Safran Tech – Safran Tech - Safran Group – France

³ Safran Aircraft Engines – SAFRAN (FRANCE) – France

⁴ Institut des Matériaux Jean Rouxel – Nantes Université - Ecole Polytechnique de l'Université de
Nantes – France

La conception d'alliages assistée par ordinateur est une approche prometteuse utile notamment pour prédire des compositions de superalliages base nickel monocristallins aux propriétés optimisées. Cinq superalliages expérimentaux ont été conçus à partir des prédictions issues (1) d'un modèle d'apprentissage supervisé de tenue en fluage et (2) de calculs d'équilibre thermodynamique. Dans le présent travail, la détermination des traitements thermiques optimaux conduisant à la microstructure cible pour les cinq alliages, et donc à la meilleure résistance au fluage, a été entreprise. Une fois cet objectif atteint, des essais de traction et de fluage ont été réalisés. Dans cette présentation, une évaluation critique des propriétés mécaniques obtenues pour ces cinq alliages sera effectuée par rapport aux prévisions (1) du modèle d'apprentissage supervisé de tenue en fluage et (2) des calculs d'équilibre thermodynamique, afin de proposer quelques lignes directrices pour l'amélioration de la méthodologie de conception numérique.

*Intervenant

†Auteur correspondant: abel.rapetti@ensma.fr

Conception d'alliages à haute entropie austénitiques riches en azote

Mathieu Traversier *¹, Anna Fraczkiewicz¹, Xavier Boulnat², Emmanuel Rigal³, Franck Tancret⁴, Jean Dhers⁵

¹ MINES Saint-Etienne, Université de Lyon, CNRS, UMR 5307 LGF, Centre SMS – CNRS : UMR5307 – France

² mateis insa lyon – Université de Lyon, INSA de Lyon, Laboratoire MATEIS CNRS UMR 5510 – France

³ CEA LITEN, Grenoble – CEA Liten – France

⁴ Nantes université, IMN – Nantes Université, Institut des Matériaux Jean Rouxel (IMN) – France

⁵ FRAMATOME Lyon – FRAMATOME – France

Parmi les nombreux moyens de renforcer la matrice austénitique des alliages à haute entropie (HEAs) de la famille CrFeMnNi, l'ajout d'azote est une méthode prometteuse qui permet amélioration simultanée des propriétés mécaniques et de la stabilité de la phase austénitique. Cependant, les études existantes, accordent peu d'attention à la composition de la matrice austénitique, alors qu'elle influence fortement la solubilité de l'élément.

Dans cette étude, les effets de l'azote ont été analysés.

La conception numérique de nouvelles nuances (calculs thermodynamiques), a permis de proposer plusieurs compositions de la famille CrFeMnNi présentant une teneur en chrome et une solubilité à l'azote élevées, associées à une bonne stabilité de la phase austénitique. Ces alliages, contenant jusqu'à 0,56 % masse d'azote, ont été élaborés par fusion, transformés par forgeage et étudiés à l'état recristallisé.

La solubilité de l'azote accrue dans nos alliages (par rapport aux matériaux de la littérature) est confirmée. L'azote en solution solide augmente fortement la dureté, la limite d'élasticité ou encore le durcissement par les joints de grains. Ces effets, linéaires en fonction de la teneur en N, ont été caractérisés et quantifiés. De plus, ce renforcement ne réduit pas l'allongement à rupture grâce à l'activation de maclage en tant que mécanisme de déformation secondaire.

La présence de l'azote permet d'éviter la précipitation de phases intermétalliques riches en Cr lors de traitements thermiques, ce qui pourrait améliorer la résistance à la corrosion. En revanche, des nitrures (Cr₂N) de différentes morphologies (inter ou intragranulaire et cellulaire) peuvent se former et affecter les propriétés mécaniques. Par exemple, l'effet durcissant des nitrures est inférieur à celui de l'azote en insertion. En outre, l'apparition de précipitation cellulaire conduit à une diminution de l'allongement. Cependant, la modification de la composition de la matrice (augmentation de la teneur en Ni) permet d'éviter ce type de précipitation.

*Intervenant

Alliages à haute entropie chimiquement architecturés : simulation mécanique et optimisation de la microstructure

Mathilde Laurent-Brocq ^{* 1}, Léa Denax^{† 1}, Diaa Mereib , Judith Monnier^{‡ 1}, Loic Perriere^{§ 1}, Rémy Pirès^{¶ 1}, Benjamin Villeroy^{|| 1}, Kais Ammar^{** 2}, Samuel Forest^{†† 2}

¹ Institut de Chimie et des Matériaux Paris-Est – Université Paris-Est Créteil Val-de-Marne - Paris 12, Centre National de la Recherche Scientifique – France

² Centre des Matériaux – Mines Paris - PSL (École nationale supérieure des mines de Paris), Centre National de la Recherche Scientifique – France

La recherche de nouveaux mécanismes de durcissement est un outil puissant pour la conception de nouveaux alliages avec des performances mécaniques accrues. Dans cette optique, l'architecturation chimique a été proposée comme nouveau concept de microstructure multi-échelle, dans laquelle deux phases sont séparées par un réseau en 3D de fluctuations de composition. Ces zones de fluctuations sont appelées interphase. Ce concept a déjà été appliqué avec succès aux alliages à haute entropie. La microstructure a été élaborée par frittage flash SPS (Spark Plasma Sintering) d'un mélange de poudres (Ni)-(CoCrFeMnNi) et un durcissement mécanique a été mis en évidence (1).

L'objectif est d'optimiser le durcissement en contrôlant les nombreux paramètres microstructuraux. Pour accélérer cette démarche, l'approche expérimentale et la modélisation mécanique ont été combinées. Deux échantillons avec des interphases de largeurs différentes (point clé de la microstructure) ont été élaborés puis caractérisés par microscopie électronique à balayage couplée à de la spectroscopie dispersive en énergie (EDS) et de la diffusion d'électrons rétrodiffusés (EBSD). Les propriétés mécaniques macroscopiques et locales ont été mesurées respectivement par compression et par nanoindentation (2). Ensuite, des simulations par éléments finis ont été réalisées avec différentes approches (modèle bi-phasé, puis tri-phasé, puis ajout d'un effet du gradient chimique et des dislocations géométriquement nécessaires). La comparaison avec les données expérimentales a permis la validation qualitative du modèle puis l'ajustement des paramètres. Pour finir, ce modèle a été utilisé pour identifier une microstructure optimisée. Il a mis en évidence que la granulométrie des poudres devait être modifiée. De nouveaux échantillons ont ainsi été élaborés et des propriétés améliorées ont été mesurées.

Références :

(1) M., Laurent-Brocq *et al.*, Journal of Alloys and Compounds, 835 (2020), 155279

(2) D., Mereib *et al.*, Journal of Alloys and Compounds, 904 (2022), 163997

*Intervenant

†Auteur correspondant: lea.denax@eleves.ec-nantes.fr

‡Auteur correspondant: judith.monnier@cnrs.fr

§Auteur correspondant: Loic.perriere@cnrs.fr

¶Auteur correspondant: remy.pires@cnrs.fr

||Auteur correspondant: benjamin.villeroy@cnrs.fr

**Auteur correspondant: kais.ammar@mines-paristech.fr

††Auteur correspondant: samuel.forest@mines-paristech.fr

Design numérique et analyse d'Alliages à Composition Complexe (ACC) pour la conception d'échangeurs de chaleur

Loic Videau * ¹, James Braun ², Caroline Toffolon-Masclat ³

¹ Laboratoire des Technologies des Matériaux EXtrêmes – Service des Recherches Métallurgiques Appliquées – France

² CEA Le Ripault – Direction des Applications Militaires – France

³ Service de recherche en Corrosion et Comportement des Matériaux – Département de Recherche sur les Matériaux et la Physico-chimie pour les énergies bas carbone – France

Les matériaux constituant les échangeurs de chaleur se doivent de conserver leurs propriétés mécaniques et thermiques à haute température tout en étant résistant à la. Cependant, leur limite d'utilisation en température peut diminuer le rendement de l'installation. Une nouvelle classe de matériaux, nommée Alliages à Composition Complexe (ACC) et dérivée des Alliages à Haute Entropie (AHE) semble prometteuse car certaines nuances présenteraient une meilleure tenue mécanique à haute température que les alliages conventionnels pour ce type d'application. Étant donné l'ampleur de l'espace des compositions, il est nécessaire de déterminer quelles compositions sont capables de répondre aux exigences requises. Ainsi, une méthode de design numérique a été développée pour rechercher des compositions d'intérêt dans le système Al-Co-Cr-Fe-Ni grâce à des calculs d'équilibre thermodynamique utilisant l'interface TC-Python et la base de données ThermoCalc® TCHEA5. Les phases stables et leurs fractions, la conductivité thermique et la limite d'élasticité sont les principaux critères qui ont permis la sélection de ces compositions. Les compositions sélectionnées ont ensuite été préparées par fusion à l'arc et recuites à haute température (1200°C). Des caractérisations microstructurales, des analyses de conductivité thermique, des tests mécaniques et de corrosion ont été effectués et les résultats ont été comparés aux calculs.

*Intervenant

Utilisation de l'intelligence artificielle pour la conception d'alliages à mémoire de forme à haute entropie de type NiTi-like : application à des alliages sans Hafnium

Léo Thiercelin ^{*† 1}, Laurent Peltier^{‡ 1}, Fodil Meraghni^{§ 1}, Sophie Berveiller^{¶ 1}

¹ Laboratoire d'Étude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux – Université de Lorraine, Centre National de la Recherche Scientifique, Arts et Métiers Sciences et Technologies – France

Les alliages à haute entropie (HE), apparus ces dernières années, sont constitués d'au moins cinq éléments chimiques en proportion comprise entre 5% et 35%; de ce fait, ils possèdent des propriétés mécaniques élevées qui restent stables à haute température. Les alliages à mémoire de forme (AMF), quant à eux, peuvent subir une déformation lors d'un chargement thermique, réversible lors du retour thermique ; cela est dû à la transformation de l'austénite en martensite dont ils sont le siège. Dans le cas où leur température de début de transformation, M_s , est supérieure à 100°C, on parle alors d'AMFs à haute température. Toutefois, ils peuvent subir de la fatigue thermique diminuant progressivement leurs effets (mémoire ou superélastique) aux températures requises. Une solution consisterait concevoir de nouveaux alliages combinant l'effet AMF à l'effet HE afin d'en améliorer leurs propriétés en particulier à haute température. Dans ce sens, une approche fondée sur des algorithmes d'intelligence artificielle a été proposée pour une aide à la conception de ces alliages à haute entropie et à mémoire de forme (HEAMFs) de type NiTi-like via la prédiction de la température de transformation martensitique (M_s). Une base de données d'HEAMFs précédemment construite (1) a été enrichie avec 400 données relatives des alliages de 2 à 7 éléments chimiques parmi les plus utilisés dans la conception des HEAMFs de la famille des NiTi-like : les éléments équivalents du nickel sont Fe, Cu, Co, Pd, Pt et Au alors que le titane peut être remplacé par Zr et Hf ; les autres éléments d'addition sont le Nb et le Ta.

Un algorithme basé sur la construction d'une forêt d'arbres de décision aléatoires ("Extremely Randomized Trees") a été utilisé comme méthode de régression pour la prédiction de M_s . L'étude de deux stratégies de paramètres d'entrée est discutée et comparée : (i) la proportion des éléments d'alliages et (ii) des descripteurs intrinsèques du matériau, tels que l'enthalpie de mélange, le rayon atomique, l'électronégativité, le numéro atomique et le nombre d'éléments. Le choix des descripteurs physiques a conduit à une meilleure précision avec une erreur absolue moyenne inférieure à 30°C pour les alliages contenant jusqu'à 4 éléments. Pour plus d'éléments, il y a plus de divergences en raison de l'état d'homogénéisation requis pour les HEAMFs.

Sur la base du modèle proposé, un outil de conception a été mis en place pour concevoir virtuelle-

*Intervenant

†Auteur correspondant: leo.thiercelin@ensam.eu

‡Auteur correspondant: laurent.peltier@ensam.eu

§Auteur correspondant: fodil.meraghni@ensam.eu

¶Auteur correspondant: sophie.berveiller@ensam.eu

ment de nouveaux HEAMFs avec une température M_s ciblée, ce qui constitue un verrou technologique dans l'élaboration de ces alliages. Cet outil a permis l'élaboration de plusieurs alliages à moyenne et haute entropie sans Hafnium de type (NiCu)(TiZr) comprenant du Nb ou du Ta. Des caractérisations microstructurales pour chaque alliage comprenant des observations en microscopie à balayage (MEB) et des mesures des températures de transformation (DSC) ont été menées et confrontées aux prédictions théoriques.

(1) "Relationship between Chemical Composition and M_s Temperature in High-Entropy Shape Memory Alloys". L. Peltier, F. Meraghni, S. Berveiller, P. Laheurte. P. Lohmuller. *Shape Memory and Superelasticity* (2021).

Interest of hybrid solutions coupling multi-physical models and data driven modelling

Frédéric Bonnet * ¹

¹ ArcelorMittal RD – ArcelorMittal Maizières Research SA – France

Hybrid solutions coupling multi-physical models & machine learning open new alternatives and could be a relevant solution for steel product development, process reliability and product quality. Different approaches based on experimental databases (based on combinatorial metallurgy), industrial databases (based on sensors, measurements) and numerical databases (finite element modelling) will be discussed to illustrate the advantages and limitations of the different solutions. Different applications will be proposed such as methodology to extract knowledge stored in data, impact of the structuration of database on the performance of models, new developments based on model reduction.

*Intervenant

Aspects de la thermodynamique des alliages par modélisations à l'échelle atomique

Rémy Besson * ¹

¹ Unité Matériaux et Transformations - UMR 8207 – Centrale Lille, Institut de Chimie du CNRS, Université de Lille, Centre National de la Recherche Scientifique, Institut National de Recherche pour l'Agriculture, l'Alimentation et l'Environnement – France

Dans la plupart des processus considérés en métallurgie, une connaissance suffisante des propriétés thermodynamiques des alliages est nécessaire. Nous décrivons ici deux exemples de modélisations atomiques de ces propriétés, consacrées respectivement à des alliages conventionnels à base d'aluminium et à des alliages concentrés multiéléments.

Dans la première partie, nous envisagerons, dans le contexte des " composites à matrice d'aluminium ", le cas des alliages d'aluminium renforcés par de fines particules de composé TiB₂. Compte tenu de la variété des structures cristallographiques et des futures possibilités d'extensions en présence d'autres éléments chimiques (entre autres, afin d'inclure la phase de Laves Mg(Zn,Cu)₂ se formant parfois aux interfaces entre la matrice d'aluminium et les particules de TiB₂), nous avons sélectionné une méthodologie à la fois simple et versatile, reposant sur l'approximation des défauts ponctuels indépendants (ADPI), et valable lorsque les écarts à la composition de référence (stœchiométrie, corps pur) restent modérés. Cette approche nous a permis d'explorer les propriétés des composés AlB₂ et TiB₂, et de mettre en évidence d'importantes différences entre ces deux borures métalliques, en dépit de leur caractère isostructural. A l'aide de la même approche ADPI pour la solution solide Al(B,Ti), et en nous focalisant sur l'équilibre entre celle-ci et TiB₂(Al) éventuellement dopé en Al, la démarche nous a permis de bâtir une section isotherme partielle du diagramme de phases Al-B-Ti, et de fournir des éléments d'interprétation pour la présence controversée de l'intermétallique Al₃Ti.

Dans la seconde partie, nous aborderons le domaine des alliages concentrés (alliages " à haute entropie "), dont le caractère inhabituel provient de la présence d'un nombre assez élevé d'éléments chimiques en proportions similaires. Nous considérerons quelques alliages quaternaires tirés du système Al-Co-Cr-Fe-Mn-Mo-Ni. A l'inverse du cas précédent, la structure cubique centrée de ces divers alliages permet la mise en œuvre d'approches semi-analytiques alternatives, notamment le champ moyen de point (CMP) et son extension par la méthode variationnelle des amas (MVA) dans l'approximation de tétraèdre irrégulier, dont l'intérêt tient à leur capacité à permettre une exploration efficace de vastes zones du domaine de composition pertinent, i.e. autour de la composition équiatomique. L'état le plus fréquemment recherché pour les alliages concentrés est la solution solide monophasée, et la maîtrise des deux principales tendances indésirables, que sont (i) l'apparition d'ordre à longue distance et (ii) la démixtion, est donc particulièrement importante. A cette fin, l'ensemble de nos calculs thermodynamiques reposent sur un modèle énergétique de paires aux premiers voisins, dont les coefficients (interactions H(i,j) avec (i,j) dans Al-Co-Cr-Fe-Mn-Mo-Ni) ont été tirés d'une banque de données issue de la bibliographie et obtenue par des " calculs ab initio à haut débit ". A l'aide de coupes isothermes pseudo-ternaires des diagrammes de phases, nous illustrerons l'intérêt des approches CMP et MVA pour la détection des tendances (i) et (ii).

*Intervenant

Apprentissage supervisé pour la modélisation du lien paramètres-structure de revêtements obtenus par PVD HiPIMS

Julien Neyrat , Edern Menou ^{*} , Thomas Vaubois ^{*}

, Marjorie Cavarroc ^{* † 1}

¹ Safran Tech – SAFRAN (FRANCE), SAFRAN – rue des jeunes bois, Châteaufort, CS 80112, 78772
Magny-Les-Hameaux, France, France

L'élaboration de couches minces par PVD HiPIMS a démontré sa capacité à atteindre des domaines cristallins inconnus, voire non prédits, pour divers matériaux. Le procédé est cependant complexe car il implique la physique et la chimie hors équilibre, si bien que la description fondamentale des mécanismes de genèse des microstructures, de croissance des couches, de stabilisation des formes polymorphiques métastables ou de la relation microstructure-propriétés demeure aujourd'hui incomplète voire inatteignable. L'absence de compréhension fine limite drastiquement l'optimisation du procédé, et donc la conception d'un matériau " sur mesure " possédant les propriétés désirées, et invite jusqu'à maintenant au recours à la traditionnelle méthode par essais et erreurs. Les méthodes relevant du domaine de l'intelligence artificielle ont montré ces dernières années leur capacité à réduire les temps de développement de nouveaux alliages du domaine de la métallurgie classique. En l'absence de théorie unifiée, et donc d'un modèle " physique ", les méthodes d'apprentissage proposent notamment un lien statistique entre la composition, les paramètres de mise en œuvre et les propriétés macroscopiques des matériaux. Ce travail propose le couplage de ces méthodes numériques à un moyen de synthèse de couches minces (PVD HiPIMS) en vue de modélisation du lien entre paramètres de mise en œuvre, structure des couches et propriétés résultantes. Un exemple sera donné sur le lien paramètres-structure pour le cuivre. La modélisation de ce lien pose les bases de la description de la dépendance à la composition dans le cas de systèmes d'ordre supérieur, et donc l'exploration systématique de larges domaines de compositions.

*Intervenant

†Auteur correspondant: marjorie.cavarroc@safran.fr

Conception d'un alliage d'aluminium haute température : optimisation numérique des paramètres matériaux et procédés

Edern Menou * ¹, Aurèle Germain ², Rémi Augustin[†] ¹

¹ Safran Tech – SAFRAN (FRANCE) – France

² Safran Additive Manufacturing Campus – SAFRAN (FRANCE) – France

La réduction des émissions polluantes constitue un enjeu stratégique majeur pour l'industrie aéronautique. Les matériaux contribuent grandement au développement de solutions innovantes pour une aviation plus " verte ". Les besoins actuels clairement identifiés sont l'augmentation des propriétés en température des matériaux et la réduction de la masse totale de l'aéronef. Dans le domaine des matériaux métalliques, les alliages d'aluminium présentent un excellent compromis de propriétés (résistance mécanique, résistance à la corrosion) qui les rend compétitifs notamment face aux alliages de titane jusqu'à des températures de l'ordre de 150-200 °C. Les nouvelles architectures moteurs impliquent cependant une augmentation de leurs températures de fonctionnement, ce qui motive la conception de nouveaux alliages d'aluminium à la tenue en température améliorée.

Les alliages à dispersoïdes représentent un axe de recherche pour répondre à ce besoin. Cette présentation rapporte le développement d'un alliage du système Al-Ce-Cr-Fe-La-Mn-Ni-Ti-V-Zr. La composition de l'alliage a été déterminée à partir de données sur des alliages d'aluminium à dispersoïdes disponibles dans la littérature. Ces données ont servi à l'entraînement de modèles reliant composition et propriétés mécaniques, dont les réponses ont été optimisées pour cribler un espace de compositions et déterminer les teneurs idéales en éléments d'addition.

Ces éléments d'addition favorisent notamment la précipitation de phases dispersoïdes lors de la solidification rapide générée par le procédé Laser Beam Melting (LBM), qui confèrent à l'alliage des propriétés mécaniques originales. Son module d'Young à température ambiante est proche de 100 GPa, tandis qu'à haute température (200 °C) ses propriétés mécaniques sont supérieures à celles d'alliages de la série 2000. Le module d'Young spécifique de l'alliage à 300 °C est supérieur de 25 % à celui de l'alliage Ti-6Al-4V. Même après vieillissement à 300 °C, l'abattement de ces propriétés demeure minime.

Ces bonnes propriétés mécaniques sont obtenues au détriment de la ductilité de l'alliage. Celle-ci requiert une attention lors de sa mise en oeuvre par LBM. Les paramètres de mise en oeuvre de l'alliage sont optimisés de façon itérative sur la base d'un premier plan d'expériences, et sont choisis de manière à obtenir un compromis entre fissuration et porosité.

Cette présentation s'intéressera autant aux méthodes numériques ayant guidé le choix de la composition et servi à l'optimisation des paramètres de mise en oeuvre de l'alliage, qu'à sa caractérisation.

*Intervenant

[†]Auteur correspondant: remi.augustin@safrangroup.com

Matériaux à gradient de composition pour la métallurgie combinatoire

Sabrina Ghanes ^{* 1,2}, Mikael Perrut^{† 1}, Enrica Epifano ², Thomas Vaubois ³, Yohan Cosquer ⁴, Daniel Monceau ²

¹ DMAS, ONERA, Université Paris Saclay [Châtillon] – ONERA, Université Paris-Saclay – France

² Centre interuniversitaire de recherche et d'ingénierie des matériaux – Centre National de la Recherche Scientifique : UMR5085, Université Toulouse III - Paul Sabatier, Institut National Polytechnique (Toulouse), Institut de Chimie du CNRS, Centre National de la Recherche Scientifique – France

³ Safran Tech – Safran Tech, Materials and Processes department – France

⁴ DGA - Techniques aéronautiques – Direction générale de l'Armement (DGA) – France

Depuis une quinzaine d'années, de grands groupes industriels mettent en place des stratégies pour accélérer le développement de nouveaux matériaux. Pour cela, il est nécessaire d'intégrer toute la chaîne R&D allant des propriétés souhaitées des matériaux jusqu'au procédé, au design des alliages et aux intervalles de confiance des systèmes. La pièce centrale du dispositif d'accélération sont les bases de données variées qui, pour être pertinentes, doivent échantillonner des domaines de composition larges, généralement très peu ou pas documentés.

Dans ce contexte, il est indispensable de pouvoir produire des données expérimentales en grand nombre efficacement. Cela permet à la fois d'augmenter rapidement les connaissances, mais aussi d'alimenter les bases de données de propriétés matériaux qui pourront servir à des procédures d'apprentissage automatique (ou machine learning) et ainsi permettre de concevoir ces nouveaux matériaux à plus grande vitesse (1-2).

L'ONERA et le groupe SAFRAN ont lancé début 2021 une chaire industrielle du Ministère des Armées sur l'Accélération du Développement d'Alliages et de systèmes Multicouches pour Application aux Nouvelles Turbines (ADAMANT). Un des objectifs clés de ce projet est de développer les capacités de production à l'échelle du laboratoire de superalliages base nickel à gradient de composition chimique, ainsi que les méthodes de caractérisation associées pour établir de nombreuses relations chimie-microstructure-propriétés.

Dans un premier temps, l'étude est menée sur des alliages modèles NiCrAl à gradient de composition chimique afin de démontrer la possibilité de mise en œuvre et valider la méthode à haut rendement de caractérisation par une comparaison des résultats avec la littérature, sur l'exemple de l'oxydation sélective (3-5).

Pour tout matériau à gradient, une réflexion doit être menée quant aux plages de composition intéressantes à explorer ainsi qu'à la dimension des gradients à produire, en tenant compte de la faisabilité. C'est pourquoi les compositions chimiques et les conditions expérimentales seront judicieusement sélectionnées grâce aux simulations issues de modélisations thermodynamiques et cinétiques par la méthode CALPHAD.

Ces gradients sont élaborés par couple de diffusion et caractérisés par diffraction des rayons X (DRX), spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDS) et microscopie électronique

*Intervenant

†Auteur correspondant: mikael.perrut@onera.fr

dans le but de caractériser finement la nature chimique et la microstructure locale du gradient. Après oxydation, une campagne expérimentale est entreprise pour permettre d'établir des " oxide map ", qui illustrent les domaines d'existence des oxydes en fonction de la composition chimique de l'alliage. Pour ce faire, des mesures par DRX, EDS et Raman pourront être mis en œuvre afin de caractériser la nature et l'épaisseur de la couche d'oxyde qui se forme en fonction de la composition du gradient.

- (1) National Science and Technology Council, *Material Genome Initiative* , 2021
- (2) PEPR DIADEM pour des matériaux innovants, 2022
- (3) C.S. Giggins and F.S. Pettit, J. Electrochem. Soc. 118, 1971.
- (4) G.R. Wallwork and A.Z. Hed, Oxid. Met, 1971
- (5) Y.Niu, X.J Zhang, Y.Wu, F.Gesmundo, Corrosion Science, 2006

Elaboration et étude thermomécanique d'un alliage à mémoire de forme à haute température et haute entropie 'Ti-Nb like'

Laurent Peltier ¹, Sophie Berveiller * ¹, Fodil Meraghni ¹, Pascal Laheurte ¹

¹ Laboratoire d'Étude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux – Université de Lorraine, Centre National de la Recherche Scientifique, Arts et Métiers Sciences et Technologies – France

Les alliages métalliques conventionnels sont constitués d'un élément majoritaire, comme le cuivre, le fer, ou le nickel, associé à d'autres éléments présents en plus faible quantité. En 2004, Cantor et al. (1) réalisent un alliage composé de 5 éléments dont la répartition est équiatomique contrairement aux superalliages de nickel ou de chrome. Ces alliages à compositions complexes particuliers sont dits à haute entropie (AHEs). Cette nouvelle branche d'alliage suscite un intérêt croissant pour les applications en conditions extrêmes grâce à leur bon comportement à haute température et leur grande stabilité chimique. Actuellement, les alliages intelligents (SMART materials) comme les alliages à mémoire de forme à haute température (HT-AMFs) sont sujets à de trop faibles durées de vie. Cette dégradation de la mémoire est liée à la précipitation de phases aux joints de grains au-dessus de 200°C.

Dans le cadre de nos travaux, un alliage hybride qui associe aussi bien la stratégie à haute entropie que celle de la mémoire de forme à haute température a été développé (2). De composition chimique Ti₁₆Hf₁₉Zr₁₅Ni₂₇Cu₂₃, il a été élaboré en creuset froid afin d'éviter toute pollution ; la composition chimique du matériau a ensuite été vérifiée par analyse EDX au microscope électronique à balayage (MEB). La/les phase(s) en présence a (ont) été caractérisée(s) par MEB et par diffraction des rayons X. Différents traitements de mise en solution ont été définis afin d'obtenir la présence de martensite à la température ambiante. La température Ms a été mesurée à environ 250°C.

Dans un deuxième temps, les propriétés de mémoire de forme ont été étudiées. Pour cela, l'alliage a été soumis à des cycles thermiques et ce, sans contrainte appliquée ou avec une sollicitation en flexion 3 points. Les résultats obtenus ont été comparés à ceux d'un alliage ternaire Ni-Ti-Zr. L'alliage Ti₁₆Hf₁₉Zr₁₅Ni₂₇Cu₂₃ a montré une très grande stabilité de l'effet mémoire de forme même après 200 cycles à 325°C alors qu'elles se dégradent pour l'alliage ternaire. Les différences de comportement sont discutées au regard des observations de microstructure effectuées dans les 2 matériaux.

(1) Cantor B, Chang ITH, Knight P, Vincent AJB (2004) Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys. *Mater Sci Eng A* 375–377:213–218. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.1>

(2) Peltier L, Berveiller S, Meraghni F, et al (2021) Martensite Transformation and Superelasticity at High Temperature of (TiHfZr)₇₄(NbTa)₂₆ High-Entropy Shape Memory Alloy. *Shape Mem Superelasticity* 74:. <https://doi.org/10.1007/s40830-021-00323-4>

*Intervenant

Accelerated characterization of materials using Artificial Intelligence

Sarah Najmark ^{*† 1}, Luisa Bouneder ^{* ‡ 1}

¹ Matter.ai – no tutelle – France

Our AI-powered platform enables materials R&D engineers to get automated analysis of their materials input data in just a few clicks. Our tool covers materials properties prediction, microscopic image analysis and guidance for materials optimization.

*Intervenant

†Auteur correspondant: sarahnajmark1@gmail.com

‡Auteur correspondant: luisa.bouneder@gmail.com

Conception accélérée d'alliages TRIP/TWIP par l'approche des matériaux à gradients de composition

Lola Lilensten ^{*† 1}, Clémence Fontaine ², Frédéric Prima ²

¹ Institut de Recherche de Chimie Paris (IRCP) – Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Paris - Chimie ParisTech-PSL, Institut de Chimie du CNRS, Centre National de la Recherche Scientifique : UMR8247, Ministère de la culture – Chimie ParisTech - PSL, 11 rue Pierre et Marie Curie, 75005 Paris, France

² Institut de Recherche de Chimie Paris – Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Paris - Chimie ParisTech-PSL, Institut de Chimie du CNRS, Centre National de la Recherche Scientifique, Ministère de la culture – France

Grâce au maillage sous contrainte (ou Twinning Induced Plasticity - TWIP) et à la transformation martensitique sous contrainte (Transformation Induced Plasticity – TRIP), générés avec succès dans la famille des alliages de titane dits " β -métastables ", un écrouissage remarquable est obtenu, conférant à ces matériaux ductilité et résistance mécanique. L'obtention de ces mécanismes de déformation ouvre donc la voie à de nouvelles possibilités d'application des alliages de titane, qui souffraient jusque-là d'un trop faible écrouissage.

L'activation de ces deux mécanismes est étroitement liée à la stabilité de la phase β , phase stable à haute température, de structure cubique centrée. En effet, lorsque la phase β est stabilisée par une quantité suffisante d'éléments β -gènes, elle se déforme par glissement des dislocations. Lorsque la concentration en ces éléments diminue, la phase β devient métastable : conservée à la température ambiante par une trempe à l'eau depuis le domaine β , elle se déforme alors par une combinaison de glissement des dislocations et de maillage de type $\{332\}\langle 113\rangle$. Si la déstabilisation de la phase β se poursuit, par une diminution de la concentration en éléments β -gènes, la formation sous contrainte de martensite α' est obtenue, possiblement simultanément au maillage $\{332\}\langle 113\rangle$. Enfin, pour de trop faibles concentrations en éléments β -gènes, la phase β n'est plus stable à la température ambiante, et la phase martensitique α' ou α'' est obtenue. Les mécanismes TRIP et TWIP d'intérêt sont donc compris dans des bornes de compositions qu'il est important de connaître.

Ces bornes sont aujourd'hui déterminées soit par l'élaboration de nombreuses compositions, très chronophage, soit par des approches semi-empiriques, avec des paramètres comme le (Mo)eq, le (Fe)eq, la méthode Bo-Md, ou le e/a. Ces méthodes sont de bons guides pour la conception d'alliage, mais ne sont pas toujours très précises, surtout pour la détermination des limites des domaines d'existence des mécanismes d'intérêt, et ne prennent pas en compte l'interaction des éléments d'alliage entre eux.

Ainsi, afin d'affiner ces modèles, il est important de mettre au point des méthodes de validation accélérées. Pour ce faire, nous proposons dans cette étude de travailler sur des matériaux à gradients de composition. Le système binaire modèle Ti-Nb est considéré afin de valider l'approche choisie. En effet, ce système, bien documenté dans la littérature, présente, selon sa composition, tous les mécanismes de déformation à caractériser. Deux approches, par métallurgie des poudres

*Intervenant

†Auteur correspondant: lola.lilensten@chimieparistech.psl.eu

et par couple de diffusion, sont étudiées. Les méthodes de caractérisation visant à valider les approches seront présentées et discutées.

MPEA austénitiques : de l'alliage de Cantor à des superalliages concentrés sans cobalt et à haute résistance mécanique

Anna Fraczkiewicz * ¹

¹ MINES Saint-Etienne, Université de Lyon, CNRS, UMR 5307 LGF, Centre SMS, 42023, Saint-Etienne, France – Ecole des Mines Saint-Etienne – France

Depuis bientôt vingt ans, le monde universitaire – et de plus en plus, industriel – s'intéresse à de nouvelles classes d'alliages métalliques. Les HEA (*high entropy alloys*), qui sont des alliages concentrés, monophasés et basés sur plusieurs éléments métalliques et dont l'alliage de Cantor (Co₂₀Cr₂₀Fe₂₀Mn₂₀Ni₂₀) constitue l'archétype, ont rapidement été complétés par des alliages polyphasés, CCA (*complex concentrated alloys*) ou MPEA (*multi principal elements alloys*) dans lesquels les phases secondaires apportent des améliorations des propriétés.

Les HEA austénitiques présentent plusieurs atouts : un excellent comportement mécanique à de températures cryogéniques ; une résistance aux chocs supérieure à celle des matériaux classiques similaires (aciers austénitiques) et une bonne stabilité de la structure monophasée. Leur résistance mécanique reste généralement faible.

Dans cette présentation, un panorama non-exhaustif des développements récents des HEA/MPEA austénitiques sera présenté. On évoquera les différents mécanismes élémentaires menant à des spécificités de ces alliages, tels qu'un durcissement en solution solide élevé, l'importance de l'énergie de faute d'empilement et l'existence de déformation plastique par maclage (effet TWIP).

Les différentes voies de conception et de développement d'alliages seront évoquées et illustrées par des résultats récents obtenus dans notre laboratoire :

- la recherche d'alliages austénitiques sans cobalt, élément présentant de nombreux inconvénients ;
- les effets des écarts par rapport aux compositions équiatomiques, supposées cependant stabiliser la solution solide grâce à la maximisation de l'entropie de configuration ;
- les possibilités de durcissement de ce type de matériaux par des phases secondaires.

Nous réfléchissons aussi sur les perspectives des développements futurs des HEA/MPEA austénitiques, en termes des propriétés espérées, des domaines d'applications potentiels, mais aussi en ce qui concerne des contraintes environnementales et la gestion de leur *fin de vie*.

Les résultats présentés viennent du travail de plusieurs doctorants (Michal MROZ, Julia OLSZEWSKA, Ebert ALVAREZ, Dinesh RAM, Mathieu TRAVERSIER). Ils nécessitaient le concours de nos équipes techniques (Claude VARILLON, Mickaël HAERING, Anne-Cécile BACH)

*Intervenant

et des collaborations académiques (Franck TANCRET, IMN, Emmanuel RIGAL,CEA, Gilles ADJANOR, EDF, Xavier BOULNAT, Mateis).

Nous remercions des organismes publics (ANR, Région AURA) et des sociétés privées (EDF, Aperam, FRAMATOME, Aubert&Duval) pour le financement de ces études.

Présentation des projets concernant la métallurgie dans le programme DIADEME

Alexis Deschamps ^{* 1}, Laurent Orgéas^{† 2}, Fanny Balbaud-Célériér^{‡ 3},
Elisabeth Blanquet^{§ 1}, Noel Jakse^{¶ 1}, Etienne Bustarret^{|| 4}, Denis Menut ^{*}
^{** 5}

¹ SIMAP - Grenoble INP – Institut polytechnique de Grenoble (Grenoble INP) – France

² Laboratoire sols, solides, structures - risques [Grenoble] – Centre National de la Recherche Scientifique, Université Grenoble Alpes, Institut polytechnique de Grenoble - Grenoble Institute of Technology – France

³ CEA- Saclay – Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives – France

⁴ Institut Néel – Centre National de la Recherche Scientifique, Université Grenoble Alpes, Institut polytechnique de Grenoble - Grenoble Institute of Technology, Centre National de la Recherche Scientifique : UPR2940 – France

⁵ Synchrotron SOLEIL – Centre National de la Recherche Scientifique, Centre National de la Recherche Scientifique : UR1 – France

Le programme DIADEME (Dispositifs intégrés pour l'accélération du déploiement de matériaux émergents) est un programme de recherche PEPR financé par l'état à hauteur de 80 M € sur 8 ans, visant à mettre en place des plateformes et méthodes de conception accélérée de matériaux en couplant fabrication et mesures à haut débit avec l'intelligence artificielle. Ce programme est organisé selon une dizaine d'axes scientifiques et de plateformes, dont un nombre significatif concerne la communauté de la métallurgie, et qui seront présentées lors de cette contribution. L'objectif sera de présenter les plateformes qui seront mises en place, en particulier afin de préparer les appels d'offres ouverts à toute la communauté, basés sur ces plateformes, qui seront proposés à partir de fin 2023/2024. Les plateformes présentées seront : DIAMS (métallurgie combinatoire), ADAM (matériaux architecturés), ADREAM (durabilité), THERMO (données thermodynamiques), DIAMOND (outils d'intelligence artificielle), ESRF et SOLEIL (caractérisation haut débit synchrotron).

*Intervenant

†Auteur correspondant: laurent.orgeas@3sr-grenoble.fr

‡Auteur correspondant: fanny.balbaud@cea.fr

§Auteur correspondant: elisabeth.blanquet@simap.grenoble-inp.fr

¶Auteur correspondant: noel.jakse@grenoble-inp.fr

||Auteur correspondant: etienne.bustarret@neel.cnrs.fr

**Auteur correspondant: denis.menut@synchrotron-soleil.fr

Conception d'alliages par intelligence artificielle : historique et actualité

Franck Tancret ^{*† 1}, Gérard Ramstein ², Edern Menou ³, Anna Fraczkiewicz ⁴

¹ Institut des Matériaux de Nantes Jean Rouxel – Nantes Université – France

² Laboratoire des Sciences du Numérique de Nantes – Nantes Université – France

³ Safran Tech – SAFRAN (FRANCE) – France

⁴ Laboratoire Georges Friedel – École Nationale Supérieure des Mines - Saint-Étienne – France

Il existe une méthode efficace, ayant désormais atteint la maturité technologique (*Techniques de l'Ingénieur (2022) IN252*), pour concevoir des alliages métalliques par le calcul. Elle repose sur une combinaison d'outils issus de l'intelligence artificielle, tels que l'optimisation multi-objectif par métaheuristique ou la régression par fouille de données (*data mining / machine learning*), et de modèles physiques rapides comme la thermodynamique prédictive de type Calphad (*calculation of phase diagrams*).

À travers des exemples dans les domaines des aciers –inoxydables ou non–, des superalliages à base de nickel polycristallins ou monocristallins, des alliages de titane, des alliages dits " à haute entropie " (*High Entropy Alloys, HEA*), des " alliages concentrés complexes " (*Complex Concentrated Alloys, CCA*), de l'éco-conception et de la géo-conception d'alliages, on en retracera un historique indicatif, depuis les travaux des précurseurs dans les différents blocs (fouille de données par réseaux neuronaux ou processus gaussiens, optimisation –mono-objectif puis multi-objectif– par algorithmes génétiques, conception d'alliages via Calphad ou d'autres modèles physiques) jusqu'à l'intégration de ces derniers dans la méthode complète.

Les derniers développements seront également présentés. D'une part, ils concernent ce qu'on pourrait nommer la fouille de données non conventionnelles. En effet, dans certains cas, les données disponibles sont peu nombreuses (on parle de " *small data* " par opposition à " *big data* "), très bruitées, issues de méthodes de mesure disparates conduisant à des résultats difficilement comparables sur le strict plan numérique, ou même limitées à des connaissances générales d'un domaine, connaissances parfois non formalisées et détenues pour la plupart par les experts dudit domaine. On décrira ici diverses méthodes de fouille permettant d'obtenir et/ou d'exploiter ces données non conventionnelles : approches statistiques, réduction du nombre de variables, algorithmes de classement par comparaison de paires, fouille d'avis d'experts. D'autre part, on présentera l'approche dite d'optimisation bayésienne, récemment adaptée à la métallurgie dans un cadre multi-objectif, sous contraintes et en mode " batch ". Combinaison d'optimisation évolutionnaire et de fouille de données, elle permet de concevoir des alliages lorsque les grandeurs à calculer font appel à des moyens prédictifs lourds en temps de calcul, voire à de l'expérimentation à haut débit. Des réductions massives en nombre d'évaluations et en temps de calcul sont obtenues par rapport à un algorithme génétique classique, avec des concessions minimales, voire nulles, en termes d'atteinte des solutions optimales. Cet outil ouvre la voie à la conception multi-objectifs de matériaux –pas seulement métalliques– en exploitant les résultats de moyens de calcul lourds ou d'expérimentations à haut débit.

On soulignera à cette occasion le rôle essentiel de l'expérimentation dans l'ensemble des ap-

*Intervenant

†Auteur correspondant: franck.tancret@univ-nantes.fr

proches proposées, qu'elle serve à constituer les données pour les modèles de fouille, à valider les modèles, à évaluer les alliages conçus ou à entrer dans une boucle d'optimisation.

Contribution of neutron diffraction and 3DXRD to the study of strain heterogeneity at microstructural scale under quasi-static and fatigue loading for 316L stainless steel obtained by additive manufacturing.

Hugo Roirand ¹, Lorène Héraud ^{*† 1}, Younes El Hachi ², Nicolas Saintier ¹, Anis Hor ³, Benoit Malard ⁴

¹ Institut de Mécanique et d'Ingénierie – Université de Bordeaux, Institut polytechnique de Bordeaux, Centre National de la Recherche Scientifique, Institut National de Recherche pour l'Agriculture, l'Alimentation et l'Environnement, Arts et Métiers Sciences et Technologies – France

² Laboratoire d'Étude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux – Université de Lorraine, Centre National de la Recherche Scientifique, Arts et Métiers Sciences et Technologies – France

³ Institut Supérieur de l'Aéronautique et de l'Espace – Institut Supérieur de l'Aéronautique et de l'Espace (ISAE), Institut supérieur de l'aéronautique et de l'espace [ISAE] – France

⁴ Centre interuniversitaire de recherche et d'ingénierie des matériaux – Centre National de la Recherche Scientifique : UMR5085, Université Toulouse III - Paul Sabatier, Institut National Polytechnique (Toulouse), Institut de Chimie du CNRS, Centre National de la Recherche Scientifique – France

Additive manufacturing, more and more widespread, leads to complex microstructures and mechanical behaviors different from conventional processes. This study concerns the high cycle fatigue of an additively manufactured 316L. Additively manufactured (AM) 316Ls exhibit a fine, multiscale microstructure where not only the grains size and microstructure orientation play a role but also the dislocation network, and nano-oxide distribution (1).

In this context, we studied the strain heterogeneities between grains during quasi-static and fatigue loading. These heterogeneities were first characterized between families of grains of different orientations, then, between grains of the same orientation.

In the context of this study, two test campaigns were carried out using large instruments. The first campaign was carried out on the SALSA beamline at the ILL. AM 316L specimens were subjected to low cycle fatigue while evaluating the strain in the volume of the specimen by in situ neutron diffraction. It allowed the measurement of the average elastic strains along the loading direction of grains in diffracting condition. The results make it possible to highlight the anisotropy of elastic behavior of several hkl plans and to study the evolutions of averaged elastic strains along the loading direction depending of the grains orientation during the cycles.

The second campaign aims to understand the behavior of each grain according to its orientation, position and its initial stress state. Tensile and fatigue tests were carried out under X-ray radiation on the ID 11 ESRF beamline using 3DXRD method (2). The results allowed to reconstruct partially the specimen with information about the position, orientation, relative size and strain tensor of each reconstructed grains. During the mechanical solicitation, grains were tracked, allowing to describe the evolution of the strain tensor versus the macroscopic load. It

*Intervenant

†Auteur correspondant: Lorene.HERAUD@ensam.eu

highlighted a heterogeneity of the responses between grains of the same orientation. A discussion will be made on the difficulties currently encountered in the reconstruction of fine and highly deformed microstructures.

(1) Roirand Hugo, Hor Anis, Malard Benoit, Saintier Nicolas. (2022). Effect of laser-scan strategy on microstructure and fatigue properties of 316L additively manufactured stainless steel. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*. 46. 10.1111/ffe.13845.

(2) Hachi Younes, Malard Benoit, Berveiller Sophie, Wright Jon. (2015). Measurement of lattice rotations and internal stresses in over one hundred individual grains during a stress-induced martensitic transformation. *MATEC Web of Conferences*. 33. 02003. 10.1051/matec-conf/20153302003.

Utilisation de la Scanning-3DXRD et comparaison d’algorithmes de reconstruction pour déterminer les gradients de déformation dans un alliage à mémoire de forme lors d’une solicitation superélastique

Younes El Hachi ¹, Sophie Berveiller ^{*† 2}, Denis Bouscaud ², Jonathan P.
Wright ³, Wolfgang Ludwig ⁴, Benoit Malard^{‡ 5}

¹ Centre interuniversitaire de recherche et d’ingénierie des matériaux – Institut de Chimie du CNRS,
Institut National Polytechnique (Toulouse) – France

² Laboratoire d’Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux – Université de Lorraine,
Arts et Métiers Sciences et Technologies – France

³ European Synchrotron Radiation Facility [Grenoble] – Centre National de la Recherche Scientifique -
CNRS – France

⁴ Matériaux, ingénierie et science [Villeurbanne] – Institut National des Sciences Appliquées de Lyon,
Centre National de la Recherche Scientifique – France

⁵ Centre interuniversitaire de recherche et d’ingénierie des matériaux – Centre National de la Recherche
Scientifique, Institut National Polytechnique (Toulouse) – France

Les alliages à mémoire de forme (AMF) sont utilisés dans un nombre croissant de secteurs industriels et dans de nombreuses applications innovantes. Les AMF subissent une transformation martensitique (TM) lors d’un chargement mécanique qui est réversible ; ceci donne lieu à leur comportement superélastique. Dans les micro-composants, le nombre de grains constituant la structure est limité ; en raison du comportement très fortement anisotrope des AMF, il devient crucial de contrôler l’orientation cristallographique pour concevoir le composant. D’un point de vue expérimental, l’étude d’un AMF nécessite l’utilisation de la diffraction pour identifier séparément le comportement de l’austénite et de la martensite.

Il existe très peu de résultats concernant le comportement des grains individuels dans un polycristal (1-4). La plupart des travaux suivent soit l’évolution microstructurale sous charge, soit le comportement moyen de chaque phase. Il y a très peu de résultats à l’échelle granulaire et encore moins en intragranulaire sur le comportement individuel dans un polycristal lors de la TM. L’objet de ces travaux est au cours du changement de phase de :

(1) reconstruire les microstructures austénitiques et martensitiques,

(2) déterminer l’évolution des champs de déformation locaux.

Après avoir réussi à coupler la 3DXRD in-situ et les méthodes de tomographie par contraste de diffraction-topotomographie (DCT-TT) pour suivre le comportement superélastique de l’AMF Cu-Al-Be à l’échelle du grain et de son environnement (taille et forme du grain, forme de la limite du grain, voisinage...), la technique de Scanning-3DXRD a été utilisée et combinée avec

*Intervenant

†Auteur correspondant: sophie.berveiller@ensam.eu

‡Auteur correspondant: benoit.malard@ensiacet.fr

l'utilisation de différents algorithmes de reconstruction pour révéler l'orientation et les gradients de déformation dans les grains, en volume d'une éprouvette. Les valeurs de déformation et de contrainte obtenues lors d'un chargement en traction dans les deux phases sont corrélées à l'avancée de la transformation (5). Les résultats obtenus sont comparés entre un monocristal et un polycristal.

(1) P. Sittner *et al. Mater. Sci. Eng. A* 324 (2002) 225-234

(2) T. Merzouki T *et al. Mech. Mater.* 42 (2010) 72

(3) B. Kaouache *et al. Mater. Sci. Eng. A* 438-440 (2006) 773-778

(4) S. Berveiller *et al. Acta Materialia* 59 (2011) 3636-3645 doi.org/10.1016/j.actamat.2011.02.037

(5) El Hachi *et al. Acta Materialia.* 235 (2022) doi.org/10.1016/j.actamat.2022.118107

3D Microstructure Characterization of Cu-35Cr Alloys using X-ray Computed Tomography and Machine Learning Assisted Segmentation

Lucas Varoto ^{*† 1,2}, Guilhem Martin^{‡ 2}, Pierre Lhuissier ², Sophie Roure ¹, Anthony Papillon ¹, Jean-Jacques Blandin ²

¹ Schneider Electric Industries S.A.S. – Advanced Technologies on Contacts – France

² Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés – Centre National de la Recherche Scientifique, Université Grenoble Alpes, Institut polytechnique de Grenoble - Grenoble Institute of Technology – France

Cu-Cr-based alloys with Cr content from 20 to 50 wt.% are widely used as electrical contacts for vacuum interrupters for medium voltage applications because of their excellent combination of mechanical, thermal, and electrical conductivity. Cu-Cr electrical contacts are usually processed by sintering or casting processes. For such Cu-Cr materials, the physical properties vary as a function of the Cr content, phase morphology, and porosity volume fraction. Some studies have investigated the effect of the microstructural characteristics of Cu-Cr alloys with different Cr content and morphology on their properties. However, the characterization and spatial distribution of Cr-phase and porosity as well as how they affect these alloys' physical properties are not as well documented. In this study, we report an in-depth 3D characterization of the porosity and Cr-phase of solid-state sintered as vacuum-cast Cu-35Cr alloy using X-ray Computed Tomography (XCT). An image analysis algorithm assisted by a machine learning-based segmentation method has been specifically developed to overcome the segmentation issues inherited from the microstructural features and x-ray interaction. This machine learning-based segmentation allowed a more precise pixel classification and therefore microstructural representation for each alloy. On the one hand, results show that for Cu-35Cr solid sintered alloys there are mainly two types of pores, pores located at the Cu/Cr interfaces, and pores within the Cu matrix. The interfacial porosity represents the larger volume fraction, over 75% of the total porosity forming a large network of interconnected pores. On the other hand, the vacuum-cast alloy shows a highly percolated Cr-phase of dendrites and rounded structures. The morphology and spatial distribution and how these may influence the properties of such materials are also discussed. Thanks to the machine learning-based segmentation and image analysis routine a full description of such alloys is made possible and will certainly be helpful to shed light on the differences in properties between sintered and cast products as well as to optimize the properties of Cu-Cr sintered alloys.

*Intervenant

†Auteur correspondant: lucas.varoto@grenoble-inp.fr

‡Auteur correspondant: guilhem.martin@simap.grenoble-inp.fr

Recuit intercritique d'aciers DP étudié in situ par diffraction de rayons X de haute énergie

Clélia Couchet ^{*† 1,2}, Kuan Hong Cheong ³, Sébastien Allain ¹, Julien Teixeira ¹, Guillaume Geandier ¹, Frédéric Bonnet ²

¹ Institut Jean Lamour – Institut de Chimie du CNRS, Université de Lorraine, Centre National de la Recherche Scientifique – France

² ArcelorMittal RD – ArcelorMittal Maizières Research SA – France

³ École nationale supérieure de génie industriel – Université Grenoble Alpes, Institut polytechnique de Grenoble - Grenoble Institute of Technology – France

La cinétique de formation de l'austénite pendant le recuit intercritique de divers aciers destinés à la fabrication des aciers DP600/780 a été étudiée in situ grâce à des expériences de diffraction de rayons X à haute énergie. Ces expériences ont été réalisées sur la ligne de lumière P07 de PETRA III à DESY (Hambourg) avec un faisceau monochromatique (100 keV). Le flux élevé de la source synchrotron et le détecteur 2D à haut débit (Perkin-Elmer) collectent les anneaux de diffraction Debye-Scherrer (DS) à une vitesse importante (10hz). L'effet de la teneur en carbone, du micro-alliage au niobium et du taux de laminage à froid a été étudié lors d'un recuit intercritique entre 780°C et 800°C en utilisant trois vitesses de chauffe (3°C/s, 30°C/s et 100°C/s). Ce travail vise à mieux comprendre la morphogenèse de l'austénite pendant le recuit intercritique et ses interactions avec la restauration et la recristallisation, qui influencent à leur tour les propriétés mécaniques finales des aciers.

*Intervenant

†Auteur correspondant: clelia.couchet@univ-lorraine.fr

Développement d'un dispositif sans contact basé sur le phénomène de lévitation acoustique : application à la mesure de tension de surface et de viscosité de gouttelettes de métal liquide.

Hervé Strozyk ^{*† 1,2}, Thibault Quatravaux^{‡ 3}, Pierre Chapelle ¹, Jonathan Martens ¹, Julien Jourdan ¹

¹ Institut Jean Lamour – Institut Jean Lamour - Université de Lorraine – France

² Direction Générale de l'Armement – Direction générale de l'Armement (DGA) – France

³ Institut Jean Lamour – Institut Jean Lamour - Université de Lorraine – France

Les performances des systèmes aérospatiaux sont principalement conditionnées par le rendement des moteurs. Celui-ci est directement piloté par la température de la source chaude du cycle thermodynamique qui sous-tend le fonctionnement de ces systèmes. En raison des températures et des contraintes mécaniques extrêmes, générées par la combustion et les vitesses de rotation élevées, les aubes et disques de turbine doivent être fabriqués à partir d'alliages possédant une limite d'élasticité, une ténacité et une résistance au fluage à haute température remarquables.

Les superalliages base Ni combinent ces propriétés. Les procédés de fonderie de haute précision aujourd'hui communément utilisés, ainsi que les nouveaux procédés de fabrication additive en pleine expansion, restent très coûteux à mettre en œuvre. C'est pourquoi les industriels spécialistes du domaine tentent autant que faire se peut d'avoir recours aux méthodes de conception et de simulation numériques, afin de limiter au strict nécessaire le besoin en essais. Mais la pertinence de ces outils numériques est fortement dépendante de la qualité des bases de données de grandeurs physico-chimiques fondamentales mesurées. Cela est vrai à la fois pour les phases de moulage où le métal est liquide mais également pour les phases de solidifications des pièces.

En raison de la réactivité chimique des superalliages base Ni à l'état liquide, les mesures de tension de surface et de viscosité sont exigeantes. Nous avons pour cela développé un système sans contact basé sur le phénomène de lévitation acoustique, afin de réaliser ce type de mesures sur des échantillons à l'état liquide. Sur le chemin vers la mise au point de ce dispositif particulièrement complexe, nous avons d'ores et déjà réalisé des mesures sur du Ga liquide, métal présentant un point de fusion proche de la température ambiante. En effet, le paramètre qui influence le plus la stabilité de cette technique de lévitation est le gradient de température entre l'échantillon fondu et le gaz porteur environnant. Ce gradient est à l'origine d'écoulements gazeux qui constituent la principale source de rupture de la lévitation. Des méthodes de mesures vibratoires sans contact ont principalement été employées.

Forts des enseignements tirés sur du Ga à température intermédiaire, nous avons tenté d'appliquer nos méthodes sur des alliages à haut point de fusion. Notamment, nous avons pu réaliser la lévitation d'échantillons d'acier au chrome 100Cr6, généralement employés pour les roulements à

*Intervenant

†Auteur correspondant: herve.strozyk@univ-lorraine.fr

‡Auteur correspondant: thibault.quatravaux@univ-lorraine.fr

billes. Nous avons dû faire face à de nouvelles difficultés, par exemple des éjections de matière lors de la mise en fusion entraînant la perte de lévitation. Cela nous a mené à développer un système innovant de production d'échantillons in-situ et de stabilisation des échantillons lévités, complémentaire au système de lévitation acoustique à proprement parler.

Ce dispositif nous a permis de réaliser des premières mesures satisfaisantes sur du nickel avec une technique de pseudo-lévitation avec contact partiel. Finalement, nous discutons les principaux verrous technologiques à lever avant de pouvoir obtenir des mesures en lévitation complète sur les alliages d'intérêts pour la propulsion aéronautique.

Élaboration par déformation plastique intense d'alliages Al-Ca et Al-Au nanostructurés, influence sur leurs propriétés électriques et mécaniques

Xavier Sauvage * ¹, Kaveh Edalati ²

¹ Groupe de physique des matériaux -UMR6634, Université de Rouen – Centre National de la Recherche Scientifique - CNRS, Institut national des sciences appliquées Rouen Normandie, Université de Rouen Normandie – France

² Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering, Kyushu University, Fukuoka, Japan – Japon

Les solubilités du calcium et de l'or dans l'aluminium sont extrêmement faibles à température ambiante. Ces éléments sont donc potentiellement très attractifs pour renforcer une matrice d'aluminium par précipitation tout en maintenant une bonne conductivité électrique. Néanmoins, il n'existe pas de domaine de solubilité significative à haute température, rendant les approches de durcissement structural classique impossibles. Pour contourner cette difficulté, nous avons nanostructuré des composites Al-Ca et Al-Au issus de la métallurgie des poudres grâce à un procédé d'hyper déformation (torsion sous pression intense). L'objectif était d'étudier l'effet de potentielles ségrégations aux joints de grains ou de particules intermétalliques sur la stabilisation de structures nanocristallines et d'obtenir des matériaux combinant une haute résistance mécanique, une faible résistivité électrique, une bonne stabilité thermique et une faible densité. Les microstructures ainsi réalisées ont été caractérisées par microscopie électronique et sonde atomique tomographique. Les données expérimentales montrent une dissolution progressive du calcium qui ségrège partiellement sur les défauts cristallins conduisant à une taille de grains de seulement 25 nm. Cette structure particulière présente une microdureté extrême pour un alliage d'aluminium (300HV) mais une conductivité électrique relativement faible (moins de 10% IACS). Durant un bref traitement thermique, des particules intermétalliques de type Al₄Ca germent aux joints de grains stabilisant la taille de grains et permettant un accroissement significatif de la conductivité électrique. Le système Al-Au présente quant à lui un comportement très différent puisque des nanoparticules intermétalliques germent directement durant la déformation. Elles permettent également de stabiliser une taille de grains ultrafine mais significativement plus grande que pour le système Al-Ca (100nm), donnant une microdureté finale bien plus faible (90 HV) avec néanmoins une conductivité électrique plus proche de celle de l'aluminium pur (environ 50%IACS).

*Intervenant

Effet de la pré-déformation sur la germination, la croissance et le mûrissement de la phase S dans un alliage 2024 : de la germination hétérogène à la distribution spatiale homogène

Daniel Irmer ^{1,2}, Charbel Moussa ³, Lisa Belkacemi ⁴, Mohamed Sennour ¹, Alan Vaissière ⁵, Vladimir Esin ^{*† 1}

¹ Mines Paris, Université PSL, Centre des Matériaux (CNRS UMR 7633) – MINES ParisTech - École nationale supérieure des mines de Paris – France

² Mines Paris, Université PSL, Centre de Mise en Forme des Matériaux (CEMEF), UMR7635 CNRS, 06904 Sophia Antipolis – MINES ParisTech - École nationale supérieure des mines de Paris – France

³ Mines Paris, Université PSL, Centre de Mise en Forme des Matériaux (CEMEF), UMR7635 CNRS, 06904 Sophia Antipolis – MINES ParisTech, PSL Research University – France

⁴ Leibniz-Institute for Materials Engineering-IWT, Brême, Allemagne – Allemagne

⁵ Mines Paris, Université PSL, Centre de Mise en Forme des Matériaux (CEMEF), UMR7635 CNRS, 06904 Sophia Antipolis – MINES ParisTech - École nationale supérieure des mines de Paris – France

L'effet du laminage à froid sur la cinétique de précipitation de la phase durcissante dans un alliage industriel 2024 a été étudié. Grâce à une séquence de précipitation relativement simple et à l'utilisation de cet alliage à la fois à l'état mûri (T3) et au pic de dureté (T8), il a été possible d'étudier séparément l'effet de la déformation sur la germination/croissance et sur le mûrissement. La cinétique de mûrissement, accélérée par les dislocations induites par le laminage, a été observée avant la fin de la restauration. Cela conduit à une dureté plus faible du 2024-T8 après laminage et traitement thermique par rapport à celui qui n'a pas été soumis au laminage mais traité dans les mêmes conditions de vieillissement. En ce qui concerne la cinétique de germination/croissance de la phase S, une accélération par la pré-déformation a également été constatée. Dans ce cas, plus particulièrement, la germination hétérogène de la phase S sur les dislocations résulte en distribution spatiale homogène de petits précipités et conduit ainsi à une dureté plus élevée. De plus, différents facteurs de forme de précipités de la phase S sont obtenus avec et sans pré-déformation de l'alliage 2024 après vieillissement dans les mêmes conditions.

*Intervenant

†Auteur correspondant: vladimir.esin@mines-paristech.fr

Hybrid Mean-field composite model to predict tensile properties of dual-phase steels

Michel Perez ^{*} ¹, Damien Fabregue ², Véronique Massardier-Jourdan ³,
Cazottes Sophie ³, Philippe Rocabois ⁴, Arnaud Ollagnier ⁴, David Barbier
⁴, Alexandre Mathevon ⁵

¹ Univ. Lyon - INSA Lyon - MATEIS - UMR CNRS 5510 – Université de Lyon, INSA de Lyon,
Laboratoire MATEIS CNRS UMR 5510 – France

² Univ. Lyon - INSA Lyon - MATEIS - UMR CNRS 5510 – Univ Lyon, INSA Lyon, Université Claude
Bernard Lyon 1, UJM-Saint Etienne – France

³ Univ. Lyon - INSA Lyon - MATEIS - UMR CNRS 5510 – Univ. Lyon - INSA Lyon - MATEIS - UMR
CNRS 5510 – France

⁴ Fives Keods / Actuellement Eramet – Fives Keods – France

⁵ Univ. Lyon - INSA Lyon - MATEIS - UMR CNRS 5510 - Actuellement ARCELOR – Univ. Lyon -
INSA Lyon - MATEIS - UMR CNRS 5510 – France

A hybrid composite mean-field (Hy-MFC) model was developed to predict the tensile properties of dual-phase steels under monotonic loading based on physical parameters of the microstructure (phase fraction, chemical composition, and grain size of each phase). The Hy-MFC model is intended to be applicable to a wide range of fully ferritic to fully martensitic steels, particularly for alloy design and production-line monitoring. Accounting for the prior austenitic grain size as well as the chemical composition of martensite in the model resulted in good agreement between the modelling and experimental data for the investigated industrial and ternary steels with various martensite fractions. In addition, electron backscatter diffraction monitoring performed during tensile tests allowed to understand the different interactions necessary to reproduce the macroscopic hardening of dual-phase steels. In particular, a hybrid scaling transition law was proposed to reproduce the strain-hardening rate for small deformations for bi-percolant microstructure

*Intervenant

Mesures de densité de dislocation par la méthode R ECCI au MEB : limites et possibilités

Julien Gallet* ¹, Thibaut Chaise[†] ², Michel Perez[‡] ¹, Sophie Cazottes [§] ¹

¹ Matériaux, ingénierie et science [Villeurbanne] – Université Claude Bernard Lyon 1, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Centre National de la Recherche Scientifique – France

² Laboratoire de Mécanique des Contacts et des Structures [Villeurbanne] – Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Centre National de la Recherche Scientifique, Centre National de la Recherche Scientifique : UMR5259 – France

Julien Gallet¹, Michel Perez¹, Thibaut Chaise², Sophie Cazottes¹
1MATEIS - INSA Lyon, Villeurbanne Cedex, France; 2LAMCOS- INSA lyon, Villeurbanne Cedex, France; sophie.cazottes@insa-lyon.fr

Afin de prédire le comportement mécanique des matériaux métalliques, il est important de connaître plusieurs grandeurs physiques, dont la densité de dislocations. Les dislocations sont souvent observées au Microscope Electronique en Transmission, cependant, cela nécessite de préparer les échantillons sous forme de lames minces, et peut limiter la taille de la zone observable. De récents travaux ont montré qu'il est possible de réaliser ces observations dans un Microscope Electronique à Balayage, grâce au contraste de canalisation, aussi appelé Electron Channeling Contrast Imaging (1). Cette méthode présente l'avantage d'être applicable sur des échantillons massifs et de permettre l'observation de plus larges zones. Cependant, une étape d'orientation de l'échantillon est nécessaire, et le traitement des images est réalisé manuellement, ce qui rend l'approche longue et fastidieuse. La méthode R-ECCI (Rotationnel-ECCI) (2) est basée sur l'acquisition d'une série d'images à différents angles de rotation et permet de s'affranchir de l'étape d'orientation de l'échantillon. Un profil d'intensité est obtenu, qui est représentatif de la nature du pixel considéré (dislocation, défaut ou matrice) (3). Une méthode de caractérisation automatique de la densité de dislocation a été récemment développée et permet, à l'aide d'un algorithme de type clustering appliqué sur les profils, de déterminer de manière automatique la nature de chaque pixel de la zone d'intérêt, puis, la densité de dislocation. Les limites et possibilités de la méthode seront tout d'abord discutées (4).

Une comparaison quantitative avec les méthodes de mesure existantes telles que la MET, DRX, DRX et HR-EBSD a été réalisée sur des échantillons d'acier duplex présentant différents taux de déformation (5). Les différents résultats ainsi que les potentialités et limites de chaque méthode de caractérisation seront discutées.

(1) Zaefferer, S. et al. (2014). Theory and application of electron channelling contrast imaging under controlled diffraction conditions. *Acta Materialia*, 75, 20-50.

(2) L'hôte, G. et al. (2019). Rotational-Electron Channeling Contrast Imaging analysis of

*Auteur correspondant: julien.gallet@insa-lyon.fr

†Auteur correspondant: thibaut.chaise@insa-lyon.fr

‡Auteur correspondant: michel.perez@insa-lyon.fr

§Intervenant

dislocation structure in fatigued copper single crystal. *Scripta Materialia*, 162, 103-107.

(3) Cazottes, S. et al. (2019). Toward an automated tool for dislocation density characterization in a scanning electron microscope. *Materials Characterization*, 158, 109954.

(4) Gallet, J. et al. (2022). About the automatic measurement of the dislocation density obtained by R-ECCI. *Materials Characterization*, 194, 112358.

(5) Gallet, J. et al. (2023), *Materials Characterization*, accepted.

Suivi in-situ de l'endommagement d'alliages de titane obtenus par fusion laser sur lit de poudre : effet de la capacité d'écrouissage

Marion Coffigniez ^{*† 1}, Florent Hannard ¹, Laurine Choisez ¹, Justine Papillon ², Eric Maire ², Pascal Jacques^{‡ 1}

¹ 1 UCLouvain, Institute of Mechanics Materials and Civil Engineering, IMAP, Place Sainte 2, B-1348, Louvain-la-Neuve – Belgique

² Matériaux, ingénierie et science [Villeurbanne] – Université Claude Bernard Lyon 1, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Centre National de la Recherche Scientifique – France

L'avènement de la fabrication additive permet aujourd'hui la réalisation de géométries auparavant inaccessibles. Cependant, la fusion laser sur lit de poudre a tendance à générer des défauts (porosités, fissuration à chaud) ainsi que de fortes contraintes internes (1-3), ce qui entraîne une perte significative des propriétés mécaniques des pièces imprimées en comparaison à leurs homologues forgées (4,5).

Dans ces travaux, nous considérons les alliages de titane β -métastables présentant simultanément les effets TRIP et TWIP comme des alliages adaptés pour l'amélioration des propriétés par fabrication additive. En effet, ces alliages présentent un taux d'écrouissage très important ainsi qu'une forte résistance à la germination de l'endommagement, ce qui donne lieu à une ductilité très élevée (6). Un tel profil de propriétés pourrait être bénéfique dans le cas de la fabrication additive.

La nuance binaire Ti-12 % en poids de Mo réalisée en mélangeant les poudres élémentaires est choisie comme cas d'étude. Les propriétés mécaniques des pièces imprimées ont d'abord été vérifiées par des essais de traction. Un allongement uniforme et un écrouissage similaire à ceux de l'état corroyé (coulée, laminage, recristallisation) sont atteints après un simple traitement thermique flash, tandis que la limite d'élasticité des échantillons imprimés est augmentée de 20%. Le suivi *in situ* par tomographie aux rayons X de certains tests de traction a également permis de mettre en évidence que la présence de défauts (porosités, particules de molybdène non fondues) n'a pas d'impact fort sur le mécanisme de rupture de cet alliage. De plus, une comparaison avec le TA6V imprimé montre que même si le taux de germination des cavités est plus important dans le Ti12Mo imprimé en raison de la rupture des particules de molybdène non fondues, l'accélération de la croissance ne se produit que plus tardivement. Ce retard de coalescence peut s'expliquer par l'écrouissage des ligaments de matières présents entre les cavités, comme révélé par les essais de nano-indentation réalisés le long de ces ligaments.

(1) K.G. Prashanth *et al.*, Materials Science and Engineering: A 590 (2014) 153–160.

(2) R. Li *et al.*, Int J Adv Manuf Technol 59 (2012) 1025–1035.

(3) K. Kempen *et al.*, Journal of Manufacturing Science and Engineering 136 (2014).

*Intervenant

†Auteur correspondant: marion.coffigniez@uclouvain.be

‡Auteur correspondant: pascal.jacques@uclouvain.be

- (4) Q.C. Liu *et al.*, *Advanced Materials Research* 891–892 (2014) 1519–1524.
- (5) M. Simonelli *et al.*, *Key Engineering Materials* 627 (2015) 125–128.
- (6) L. Choisez *et al.*, *Nature Communications* 11 (2020) 2110.

Rejet d'azote en solution solide après un traitement thermique de détensionnement dans une soudure en acier C-Mn

William Mottay * ^{1,2}, Philippe Maugis ², Véronique Massardier-Jourdan ³, François Roch ¹, Carine Perrin ², Khalid Hoummada ²

¹ FRAMATOME – FRAMATOME – France

² Institut des Matériaux, de Microélectronique et des Nanosciences de Provence – Aix Marseille Université – France

³ Institut National des Sciences Appliquées de Lyon – Institut National des Sciences Appliquées, Université de Lyon – France

L'étude vise à comprendre les mécanismes de durcissement et de fragilisation d'une soudure en acier C-Mn destinée à l'EPR de Flamanville. Cette soudure est sensible au vieillissement dynamique, une modification des propriétés mécaniques induite par la ségrégation des solutés sur les dislocations, plus spécifiquement le carbone et l'azote. Un traitement thermique de détensionnement (TTD) correctement réalisé réduit la sensibilité au vieillissement dynamique en précipitant les atomes interstitiels sous forme de carbonitrides stables. La sûreté nucléaire impose cependant d'anticiper et de caractériser les effets d'un traitement de détensionnement défectueux, réalisé à une température plus faible que la température nominale. Les caractérisations mécaniques mettent en évidence l'effet positif du TTD nominal à 590°C, à savoir un adoucissement et une réduction de la fragilité. Cependant, un sous-TTD à 500°C conduit aux mêmes propriétés mécaniques qu'une soudure non traitée thermiquement. Des essais de frottement intérieur suggèrent la précipitation d'azote lors du TTD à 590°C. Étonnamment, le sous-TTD à 500°C entraîne un rejet d'azote en solution solide.

Des caractérisations microstructurales fines à l'aide de la sonde atomique tomographique révèlent l'existence de carbonitrides de fer dans le matériau brut de soudage. Ces précipités métastables sont dissous lors des traitements thermiques, ce qui conduit à un rejet de carbone et d'azote en solution. Les deux TTD conduisent à une précipitation stable du carbone sous forme de cémentite. Contrairement au TTD à 590°C, la précipitation de l'azote sous forme de nitrures stables n'est pas observée dans le TTD à 500°C car elle est limitée cinétiquement par la diffusion des éléments substitutionnels.

Ainsi, les soudures non traitées et détensionnées à 500°C sont fortement sensibles au vieillissement dynamique, en raison, pour l'un d'une forte teneur en carbone et pour l'autre en azote libre. Cela suppose que les effets de C et N sur la sensibilité au vieillissement dynamique sont identiques.

*Intervenant

Diffusion anisotrope des terres rares lourdes (Tb, Dy) dans la phase magnétique des aimants permanents Nd-Fe-B : un modèle expérimental

Raphaël Mouron ^{*} ¹, Eric Robin[†] ², Cyril Rado[‡] ¹, Gérard Lapertot[§] ²

¹ Département des Technologies des NanoMatériaux – Laboratoire d’Innovation pour les Technologies des Energies Nouvelles et les nanomatériaux – France

² Institut de Recherche Interdisciplinaire de Grenoble – Direction de Recherche Fondamentale (CEA) – France

Les aimants néodyme-fer-bore possèdent des performances magnétiques remarquables qui les positionnent comme des composants clés pour le développement des véhicules électriques et des éoliennes offshore.

Pour éviter la démagnétisation à des températures de fonctionnement pouvant dépasser 150°C, des Terres Rares Lourdes (TRL) telles que le dysprosium (Dy) et le terbium (Tb) sont ajoutées à la composition des aimants. Cependant, ces éléments sont considérés comme des ressources critiques constituant un enjeu stratégique pour l’Union Européenne. Il convient alors d’optimiser leur utilisation.

La solution consiste à localiser les TRL en périphérie des grains de la phase magnétique, zone dans laquelle sont concentrés les principaux défauts à l’origine du retournement des domaines magnétiques. Elle est réalisée industriellement par le procédé de diffusion aux joints de grains. Durant un cycle thermique, les TRL déposées à la surface de l’aimant fritté pénètrent dans l’aimant par l’intermédiaire de la phase liquide qui se forme aux joints de grains, puis diffusent dans les grains de la phase magnétique Nd₂Fe₁₄B. Cela forme une coquille riche en TRL autour d’un cœur sans TRL (structure " core-shell "). Avec les connaissances actuelles, il est encore difficile de contrôler l’épaisseur et le taux de TRL des coquilles dans tout le volume de l’aimant car les mécanismes de diffusion des TRL dans la phase Nd₂Fe₁₄B sont encore peu connus.

Dans cette étude, nous explorons le caractère anisotrope de la diffusion des TRL en fonction des deux directions cristallographiques de la maille tétragonale du composé Nd₂Fe₁₄B ($a=b \neq c$). Des monocristaux (Nd_{1-x}Tb_x)₂Fe₁₄B avec x compris entre 0 et 0,75 sont synthétisés par la méthode de flux. Puis, nous constituons des couples de diffusion en mettant en contact selon leurs axes cristallographiques a et c des monocristaux avec des taux de Tb différents.

Un traitement thermique isotherme permet ensuite au Tb et au Nd de diffuser à travers l’interface. Les profils de composition des couples de diffusion sont caractérisés par microscopie électronique à balayage en combinant deux techniques de détection des rayons X. Un détecteur de rayons X à dispersion d’énergie (EDX) avec un haut taux de comptage (FlatQuad) permet de travailler à basse tension, assurant une haute résolution spatiale. Un détecteur à dispersion de longueur d’onde (WDX) est utilisé pour sa haute résolution spectrale, afin de résoudre les problèmes de superposition des pics et donc permettre une analyse quantitative plus précise.

Ces résultats permettront d’apporter de nouveaux éléments de compréhension des mécanismes

*Intervenant

† Auteur correspondant: eric.robin@cea.fr

‡ Auteur correspondant: cyril.rado@cea.fr

§ Auteur correspondant: gerard.lapertot@cea.fr

de formation de la microstructure cœur-coquille et ainsi d'optimiser les conditions du procédé de localisation des terres rares lourdes dans les aimants permanents NdFeB.

Etudes in situ et post mortem des transformations bainitiques sans carbure en refroidissement continu

Cécile Rampelberg ^{1,2}, Guillaume Geandier ², Julien Teixeira ², Florimonde Lebel ², Thomas Sourmail ¹, Sébastien Allain ^{* 2}

¹ Ascométal, Swiss Steel – Ascométal, Swiss Steel – France

² Institut Jean Lamour – Institut de Chimie du CNRS, Université de Lorraine, Centre National de la Recherche Scientifique – France

Les bainites sans carbure sont des microstructures multiphasées, composées de lattes de ferrite bainitique sans carbure, d'austénite résiduelle stabilisée par un enrichissement en carbone et de martensite. Ces aciers ont un fort potentiel applicatif car ils présentent une excellente combinaison entre ductilité et résistance mécanique.

Dans le cadre de la thèse de C. Rampelberg (1,2), nous avons étudié la formation de ces microstructures par décomposition de l'austénite le long de différents traitements thermiques (maintiens isothermes ou refroidissement continu), en particulier grâce à des expériences in situ de diffraction des rayons X à haute énergie (DRXHE) sur ligne de lumière synchrotron (DESY, Hambourg). Ces expériences permettent la mesure simultanée des cinétiques de transformation de phases bainitiques et martensitiques, des paramètres de maille et tétragonalité des phases constitutives (donc de leurs compositions), et la détection d'une éventuelle précipitation de carbures.

Comme attendu, en conditions isothermes, les transformations bainitiques atteignent un stasis aux températures étudiées. La fraction d'austénite en fin de palier augmente avec la température. Des bilans massiques de carbone très précis ont été établis entre les phases et ont permis de prouver que la bainite est bien sursaturée en carbone en fin de transformation. Ces bilans ont aussi permis de discuter de la validité des critères d'arrêt de la littérature.

En refroidissement continu, les transformations bainitiques étudiées s'initient à haute température mais n'atteignent jamais de stasis stricto sensu. Pour déterminer l'enrichissement en carbone de l'austénite dans ce dernier cas, une méthode originale basée sur une modélisation des coefficients de dilatation thermique des phases a été développée et validée. Les enrichissements moyens mesurés dans l'austénite restent très en dessous des critères d'arrêt observés en condition isotherme, quel que soit la vitesse de refroidissement. Les différentes étapes de transformation décrites par Reisinger et al. (3) pendant les traitements de refroidissement continus ont également été observées. L'effet de la vitesse de refroidissement sur la microstructure finale conduit aussi à un résultat paradoxal. Plus le refroidissement est rapide, plus l'austénite est stabilisée. Ce résultat s'explique à la lumière des cinétiques de transformation et d'enrichissement; notamment par l'effet inhibiteur des transformations à haute température.

Les microstructures après traitements thermiques ont été systématiquement étudiées post mortem par MEB-EBSD. Cela a permis d'expliquer les microstructures observées après un refroidissement continu, qui présentent des distributions étendues de taille, de morphologie et de microtexture du fait de leur formation à différentes températures.

*Intervenant

(1) : C. Rampelberg, Thèse de l'Université de Lorraine, 2022, <https://www.theses.fr/s290850#>

(2): Rampelberg. et al. (2021). Carbide-free bainite transformations above and below martensite start temperature investigated by in-situ high-energy X-ray diffraction. *JOM*, 73(11), 3181-3194.

(3) : Reisinger et al. (2018). Strain energy contributions on the bainitic phase transformation in a CrMoV steel during continuous cooling. *Materials & Design*, 155, 475-484.

Reconstruction en 3D de ségrégations par analyse de cartographies chimiques centimétriques

Lucie Gutman ^{*† 1,2}, Jacob Kennedy ¹, François Roch ², Arthur Marceaux
Dit Clément ², Miha Založnik ¹, Julien Zollinger ¹

¹ Institut Jean Lamour – Université de Lorraine, Centre National de la Recherche Scientifique, Centre
National de la Recherche Scientifique : UMR7198 – France

² Framatome – Direction Technique et Ingénierie (DTI) – France

In the nuclear industry, the chemical homogeneity of steel ingots used is crucial to manufacture reliable forgings. As large low alloyed steel ingot solidify, segregation occurs at different scales. At the scale of the equiaxed grains (i.e. centimetric scale), mesosegregation occurs and can lead to the formation of segregated bands in forged steels. The mechanical properties of forged steels can be affected by the presence of these segregated bands. Understanding their formation is decisive to influence their occurrence and intensity. The formation mechanisms of microsegregation and macrosegregation are well known thanks to comprehensive characterisation techniques at these scales. However, this is not the case for mesosegregation. The observation and characterisation of mesosegregation with an identification of characteristics scales and patterns would be the first step toward understanding their formation, which might be influenced by different underlying phenomena such as dendritic growth, solute diffusion or solute convection. First, we mapped segregations on centimetric scale samples, using micro X-Ray fluorescence (μ XRF). The investigation of centimetric samples reveals hundreds of grains per analysed sample. Segregation patterns at different scales were observed through a fine sampling grid. Numerical data analysis techniques based on surface averaging and geostatistics were developed to distinguish the different segregation scales. Channel segregate patterns were identified and distinguished on 2D serial cut samples, leading to a 3D reconstruction. This approach of 2D identification and 3D reconstruction will be adapted to mesoscale segregations and combined with simulation studies, to ultimately pave the way to a comprehensive understanding of the formation of mesosegregation.

*Intervenant

†Auteur correspondant: lucie.gutman@univ-lorraine.fr

Quantification de la cinétique de restauration de l'aluminium et du cuivre purs laminés à froid par High-Temperature Scanning Indentation

Gabrielle Tiphéne *^{1,2}, Guillaume Kermouche², Paul Baral², Claire Maurice², Gaylord Guillonnet³, Jean-Michel Bergheau³, Warren C. Oliver⁴, Jean-Luc Loubet³

¹ Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes (LTDS) – Ecole Centrale de Lyon, Ecole Nationale des Travaux Publics de l'Etat, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Saint Etienne, Centre National de la Recherche Scientifique – 36 Avenue Guy de Collongue, 69134 Ecully Cedex, France

² Ecole des Mines de Saint-Etienne, LGF UMR5307 CNRS, Saint-Etienne, France – École Nationale Supérieure des Mines - Saint-Étienne – France

³ Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes – Ecole Centrale de Lyon, Ecole Nationale des Travaux Publics de l'Etat, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Saint Etienne, Centre National de la Recherche Scientifique – France

⁴ KLA Corporation – États-Unis

De récents développements des essais de nanoindentation à haute température permettent de mesurer rapidement et à l'échelle du micron les propriétés mécaniques d'un matériau sur une large gamme de température. La méthode High-Temperature Scanning Indentation (1) (HTSI), basée sur une procédure spécifique de chargement rapide, permet une détermination quasi-continue en température de la dureté, du module d'Young et des propriétés de fluage lors d'une rampe thermique. L'évolution de ces propriétés lors d'un cycle thermique permet l'étude et la caractérisation des mécanismes thermiquement activés prenant place dans le matériau (1,2). Cette technique est appliquée sur du cuivre et de l'aluminium pur, laminés à froid, qui subissent une restauration statique et/ou une recristallisation pendant la montée en température : La dureté lors du chauffage et du refroidissement varie de manière différente signe de la présence de ces phénomènes. Une partie de la baisse de dureté observée est liée à la recristallisation, évaluée par des caractérisations microstructurales EBSD post-mortem.

Pour quantifier la cinétique de ces phénomènes, des analyses inverses sont effectuées en utilisant des modèles métallurgiques classiques basés sur la restauration. Les paramètres obtenus permettent une bonne prédiction des variations de dureté quel que soit le cycle thermique appliqué. De plus, les impacts de l'état initial de déformation ainsi que de la vitesse de chauffage sont clairement visibles sur les paramètres cinétiques. La méthode HTSI est un outil intéressant pour quantifier les paramètres de restauration en fonction de la température grâce à quelques essais HTSI bien choisis.

1. G. Tiphéne, P. Baral, S. Comby-Dassonneville, G. Guillonnet, G. Kermouche, J.-M. Bergheau, W. O. Oliver, and J.-L. Loubet: High-Temperature Scanning Indentation: A new method to investigate in situ metallurgical evolution along temperature ramps. *Journal of Materials Research* **36**, 2383 (2021).

*Intervenant

2. S. Comby-Dassonneville, G. Tiphéne, A. Borroto, G. Guillonéau, L. Roiban, G. Kermouche, J.-F. Pierson, J.-L. Loubet, and P. Steyer: Real-time high-temperature scanning indentation: Probing physical changes in thin-film metallic glasses. *Applied Materials Today* **24**, 101126 (2021).

Etude par diffraction des neutrons in situ des évolutions microstructurales du crayon combustible revêtu chrome pour les réacteurs à eau pressurisée en conditions accidentelles

Paul Gokelaere ^{*† 1}, Joubert Jean-Marc , Caroline Toffolon-Masclat ,
Jean-Christophe Brachet

¹ Laboratoire d'Analyse Microstructurale des Matériaux – Service des Recherches Métallurgiques Appliquées – France

Faisant notamment suite à l'accident de la centrale nucléaire de Fukushima-Daiichi en 2011, différents concepts de gaine de combustible nucléaire sont développés et étudiés au niveau international, pour améliorer encore plus leur robustesse en conditions hypothétiques accidentelles de type " Accident de Perte de Réfrigérant Primaire " (APRP) (1). Parmi les concepts étudiés (2), l'ajout d'un revêtement de chrome (10-20 μm) à la surface des gaines de combustible en alliage base zirconium traditionnellement utilisées s'impose comme une solution intéressante, en cours de développement à l'échelle industrielle (3). Cependant, à la suite d'un transitoire hypothétique accidentel à Haute Température (HT), il a été démontré que le chrome issu du revêtement diffusait dans l'alliage base zirconium. Ceci induit un enrichissement en chrome du substrat base zirconium, atteignant localement une concentration de plusieurs pourcents au voisinage de l'interface Cr-Zr. Il a alors été montré que cet enrichissement pouvait induire, localement, une modification des propriétés mécaniques résiduelles de la gaine (durcissement, voire fragilisation), faisant suite à une " trempe " depuis les HT (la trempe simulant l'étape de refroidissement d'urgence des assemblages combustible en cas d'APRP) (4).

Ce travail vise ainsi à étudier les évolutions microstructurales à HT, en étudiant des alliages " modèles " à base de zirconium dopés en chrome pour, *in-fine*, reproduire, comprendre et modéliser les évolutions des différentes propriétés des gaines de combustible revêtues de chrome, suite à un transitoire hypothétique accidentel. Pour étudier le comportement des matériaux modèles et d'une gaine de combustible base Zr revêtue de chrome, des mesures de diffraction des neutrons in-situ sont réalisées pour mieux comprendre l'effet du " scénario de refroidissement " sur l'évolution des phases en présence, simulant la fin d'un transitoire hypothétique APRP. Cette présentation vise donc à décrire l'évolution des différentes phases en présence lors du refroidissement au sein des matériaux modèles ainsi que le comportement intégral d'une gaine revêtue de chrome ayant subi le même scénario de refroidissement. Les évolutions microstructurales observées en diffraction des neutrons seront confrontées à des prédictions à partir de diagrammes de phases calculés selon l'approche Calphad et à des premières observations microstructurales " post-trempe ", en lien avec le durcissement mesuré post-APRP.

Références :

(1) K. A. Terrani, *J. Nucl. Mater.*, vol. 501, p. 13-30, avr. 2018, doi: 10.1016/j.jnucmat.2017.12.043.

*Intervenant

†Auteur correspondant: paul.gokelaere@cea.fr

(2) Nuclear Energy Agency, OECD, 2018. doi: 10.1787/9789264308343-en.

(3) J. Bischoff et al., *Nuclear Engineering and Technology* 50, (2018), 223-228.

(4) J.-C. Brachet et al., (Paper presentation), ASTM 20th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, Ottawa, 2022.

Local probing of multiphased metallic alloys by in situ SEM electrical-nanoindentation

Fabien Volpi * ¹, Chaymaa Boujrouf , Morgan Rusinowicz , Solène Iruela , Annie Antoni-Zdziobek , Yannick Champion , Guillaume Parry , Muriel Braccini , Marc Verdier

¹ Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés (SIMaP) – Centre National de la Recherche Scientifique : UMR5266, Université Grenoble Alpes, Institut polytechnique de Grenoble - Grenoble Institute of Technology – 1130 rue de la Piscine, BP 75 38402 Saint Martin D'Hères, France

The development of innovative materials able to optimise both structural and functional properties is a rising challenge in different domains : micro/nanotechnology, advanced metallurgy, tribology,... Most often, these materials are composite and they combine various phases of complementary properties (either mechanical, electrical or dielectric,...) at submicronic scales. The characterization of these complex systems therefore requires new techniques able to probe different properties at small scales.

The present work is based on the development, improvement and application of an innovative multifunctional characterization technique: the nanoindentation coupled to electrical measurements and integrated in a SEM (1). The device used in this study was developed at SIMaP laboratory from a commercial nanoindenter which has been functionalized to perform simultaneously electrical and mechanical measurements. Moreover, the present device can be integrated into a SEM to ensure the positioning of the indenter with a resolution of the order of a hundred nanometers, as well as to visualize physical events in real time. This innovative technique has been successfully applied to investigate local electrical and mechanical properties of different systems with various industrial interests (2).

In the present contribution, a case study of the application of this technique to a metallic alloy is presented. The studied material is a multiphase metallic alloy composed of silver, copper and palladium (AgPdCu). Thanks to the electrical measurements associated with nanoindentation tests, a complete methodology (partly based on the current-voltage characteristics) has been developed to continuously monitor the evolution of the contact area during penetration of the tip into the material. In addition, SEM allowed to position the indenter at the center of the micrometric phases, thus allowing maximal sensitivity to the individual phase behaviours and also avoiding time-consuming statistical experiments (3). Using this methodology, the elastic modulus and hardness of the individual phases were successfully determined.

(1) F. Volpi et al, *Thin Solid Films* 735 138891 (2021)

(2) C. Boujrouf ; *HAL theses*, **2022**, *Université Grenoble Alpes PhD. thesis*.

(3) C. Iwamoto; *Mater. Sci. Forum*, **2018**, vol. 941, pp. 1167–1172.

*Intervenant

Multimodal characterization of in-situ deformation of IN718 alloy

Pedro Damas Resende ^{*† 1}, Didier Bardel ², Julien Réthoré ³, Wolfgang Ludwig^{‡ 4}

¹ European Synchrotron Radiation Facility [Grenoble] – ESRF, ESRF : ID11 – 71, avenue des Martyrs, CS 40220, 38043 Grenoble Cedex 9, France

² Framatome Lyon – Framatome Technical Center – France

³ GEM – Nantes University, Ecole Centrale Nantes, CNRS, GeM, UMR 6183 – France

⁴ European Synchrotron Radiation Facility – ESRF, Université de Lyon, INSA de Lyon, Laboratoire MATEIS CNRS UMR 5510 – France

Ni superalloys are known for their stability in highly demanding applications, such as nuclear reactors and turbines. However, the coupling of thermo-chemo-mechanical solicitations may promote unexpected decay in their properties over time and even unexpected failure. It is well established that the nature of the damage is strongly related to the microstructure of the material, as well as to the nature of the solicitations themselves. Strain localization is known for being a key stage during damage initiation and subsequent evolution. This phenomenon is governed by the loading conditions and elastic anisotropy of the material, leading to highly heterogeneous stress-strain distribution in the proximity of triple junctions and grain boundaries. Most of the studies in the literature evaluate the strain localization on polished surfaces, whether with *ex* or *in-situ* mechanical loading, correlating high-resolution SEM (HR-DIC) and EBSD data with damage appearance. In this study, we propose a combination of 3D bulk characterization techniques to evaluate strain localization in IN718 under monotonic tensile load. The experiment was performed in the 3DXRD endstation of the materials science beamline (ID11) at the ESRF. The sample was initially grain mapped by diffraction contrast tomography (DCT) in order to obtain 3D spatial crystallography information about the sample. DCT was performed using an effective pixel size of $1.22\ \mu\text{m}$ at an energy of 43.5 keV. The loading was performed at a constant rate using the Nanox tensile rig, where a miniaturized dog-bone-shaped sample was mounted and loaded by a piezoelectric actuator. The loading was followed by high-resolution phase-contrast tomography (PCT) with an effective pixel size of $0.63\ \mu\text{m}$ at 65.5 keV. The reconstruction steps involved advanced flat-field correction, projection alignment, and an iterative reconstruction algorithm to improve spatial resolution. The PCT images were used to feed a digital volume correlation (DVC) algorithm (UFreckles) that is capable of determining the internal displacement fields as the sample is deformed. The heat treatment of the material was chosen after a screening test in order to determine a type of microstructure to enhance contrast for DVC. From the displacement fields internal strains can be calculated at a given spatial resolution. DVC is also able to capture discontinuities such as cracking, pore evolution, and matrix/second phase decohesion. With the displacement/strain fields in hand, the deformed images can be warped back to the original shape and compared to the 3D grain map to evaluate the correlation between strain localization and the crystal microstructure of these regions.

*Intervenant

†Auteur correspondant: pedro.damas-resende@esrf.fr

‡Auteur correspondant: wolfgang.ludwig@esrf.fr

Vers une discrimination rapide de la résistance au gonflement sous irradiation ionique de matériaux issus de la fabrication additive

Martin Madelain ^{*† 1}, Pascal Aubry ², Alexandre Legris ³, Joel Ribis ⁴,
Adrien Vaugoude ⁵, Yann De Carlan ¹

¹ Laboratoire d'Analyse Microstructurale des Matériaux – Service de recherches en matériaux et procédés avancés – France

² laboratoire d'ingénierie des surfaces et lasers – Service de recherches en matériaux et procédés avancés – France

³ Unité Matériaux et Transformations - UMR 8207 – Centrale Lille, Institut de Chimie du CNRS, Université de Lille, Centre National de la Recherche Scientifique, Institut National de Recherche pour l'Agriculture, l'Alimentation et l'Environnement – France

⁴ Laboratoire d'Analyse Microstructurale des Matériaux – Service de recherches en matériaux et procédés avancés – France

⁵ Laboratoire d'Analyse Microstructurale des Matériaux – Service de recherches en matériaux et procédés avancés – France

Dans le cadre des développements liés aux matériaux pour les nouveaux réacteurs nucléaires à sel fondu (MSR) de type AMR (Advanced Modular reactors), la fabrication additive (FA) peut jouer un rôle majeur. Elle permet de tester rapidement de nouvelles compositions chimiques qui peuvent être proposées par différentes méthodes empiriques ou numériques. Les conditions d'opération de ces réacteurs sont très sévères, notamment du point de vue de l'irradiation et de la corrosion. Les comportements des matériaux issus de la FA doivent être investigués pour s'assurer de leur performance dans cet environnement. La méthodologie présentée vise à montrer comment via l'utilisation d'irradiations aux particules chargées et une analyse du gonflement par imagerie assistée de l'intelligence artificielle, il est possible de classer le comportement de différents matériaux vis-à-vis de leur résistance au gonflement. Pour cette étude, différents superalliages à base de nickel (Hastelloy X, Inconel 718 et ABD-900AM) ont été fabriqués à l'aide du procédé de fusion laser sur lit de poudre (LPBF). Des échantillons prélevés sur ces matériaux ont été irradiés à 550°C aux ions Fe 5+ dans l'installation JANNuS (CEA Saclay) pour provoquer le gonflement sous irradiation. Classiquement, le gonflement est étudié par Microscopie Electronique en Transmission avec une zone analysée limitée. Dans cette étude le gonflement est observé par Microscopie Electronique à Balayage et l'analyse de plusieurs milliers de cavités par échantillon permet de visualiser en détail le comportement de chaque matériau pour présélectionner rapidement les nuances les plus intéressantes.

*Intervenant

†Auteur correspondant: madelain.martin@orange.fr

Study of the evolution of stresses and associated mechanisms in zirconia growing at high temperature on Zircaloy-4 by use of synchrotron radiation

Adam Bouayoune ¹, Raphaëlle Guillou ¹, Jean-Luc Béchade ^{*† 2}, Elodie Rouesne ¹, Dominique Thiaudière ³, Jean-Luc Grosseau-Poussard ⁴, Benoit Panicaud ⁵, Matthieu Le Saux ⁶

¹ Université Paris-Saclay, Service de Recherches de Métallurgie Appliquée – CEA – France

² Université Paris-Saclay, S2CM/Section de Recherches Métallurgiques Physique – CEA – France

³ Synchrotron SOLEIL – DiffAbs – France

⁴ LaSIE, Faculté des Sciences et Technologie, Université de La Rochelle – CNRS : UMR7356 – France

⁵ Université de Technologie de Troyes (UTT), LASMIS – UTT – France

⁶ ENSTA Bretagne – CNRS : UMR6027 – France

High temperature ($> 700^{\circ}\text{C}$) steam oxidation of zirconium alloys occurs during some hypothesized accidental conditions in pressurized water reactor (PWR). This oxidation affects the mechanical properties of the material. Moreover, the oxide layer develops internal stresses which may play a role on the oxidation kinetics of zirconium alloys at high temperature. Thus, it is important to determine the strain and stress fields associated to the growth of the oxide film especially above 700°C due to very little data in the literature!

The present work studied the evolution of stresses and associated mechanisms in the zirconia layer formed during the oxidation of Zircaloy-4 under a He/O₂ mixture, at temperatures of 700°C , 800°C and 900°C . Measurements by X-ray diffraction are performed *in-situ* under synchrotron radiation during oxidation to determine the evolutions of phases and stresses in the oxide layer with time.

The results show that the zirconia formed contains a mixture of monoclinic and tetragonal phases. The proportion of the tetragonal phase depends on the oxidation temperature and decreases during oxidation. In order to better understand the influence of this evolution and localize the tetragonal phase, measurements by Raman spectroscopy have also been performed. These two phases are subjected to compressive stresses in directions perpendicular to the oxide layer growth direction. These stresses depend on temperature and decrease during oxidation. Two mechanical models either considering the zirconia phases independently or considering an equivalent homogeneous oxide are proposed to describe the evolution of these stresses, considering that it is due to oxide viscoplasticity. The model parameters are analysed to discuss the mechanisms of viscoplastic flow in the oxide. Numerical values for the viscoplastic parameters of the model as well as for the corresponding activation energy are therefore provided.

*Intervenant

†Auteur correspondant: jean-luc.bechade@cea.fr

Characterization of Plastic Strain Localization in Polycrystalline Materials by means of 3D X-ray Diffraction Imaging Techniques

Zheheng Liu ^{* 1,2}, Muhammad Fakhry Hatta ³, Ludovic Thilly ³, Nicola Vigano ², Henry Proudhon ⁴, Wolfgang Ludwig ^{1,5}

¹ Matériaux, ingénierie et science [Villeurbanne] – Université Claude Bernard Lyon 1, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Centre National de la Recherche Scientifique – France

² European Synchrotron Radiation Facility [Grenoble] – European Synchrotron Radiation Facility (ESRF), European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) : ID31 – France

³ Institut Pprime – Université de Poitiers, Centre National de la Recherche Scientifique, ENSMA, Université de Poitiers : UPR3346, ENSMA : UPR3346, Centre National de la Recherche Scientifique : UPR3346 – France

⁴ MINES ParisTech – Mines ParisTech, Université PSL, Centre des Matériaux(CMAT), CNRS UMR 7633 BP 87, F-91003 Evry Cedex, France – France

⁵ European Synchrotron Radiation Facility [Grenoble] – European Synchrotron Radiation Facility (ESRF), European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) : ID31 – France

Plastic deformation in metals is known to localize in the form of slip bands. The associated dislocation structures give rise to lattice distortions and rotations which can be visualized by 3D X-ray diffraction imaging techniques. Here we report on the recent progress in 3D characterization and quantification of lattice rotation fields at early stages of plastic deformation in pure Ni, Inconel 718 and Ti7Al alloy.

Miniature tensile samples with typical cross-sectional area of $500 \times 500 \mu\text{m}$ and average grain size in the range $50\text{-}100 \mu\text{m}$ are have been heat-treated to produce fully recrystallized grain microstructures. Diffraction Contrast Tomography (DCT) (1) and Topotomography (TT) (2) have been performed at increasing levels of applied strain in order to observe the onset of plasticity in the bulk of these materials (3, 4).

DCT is a near-field diffraction imaging technique to characterize the 3D shape and crystallographic orientation of grains within polycrystalline samples. The presence of Twin Related Domains (TRD) (5) leads to systematic diffraction spot overlap in Ni and its alloys. Therefore, automated recognition of such TRDs, which will be subsequently reconstructed in a joint optimization problem (6), are introduced to improve the reconstruction quality and to quantify the lattice rotations in the clustered region.

Topo-tomography is a variant of 3D diffraction imaging, which can be used to scan individual grains of interest in the same sample with improved spatial resolution. Using grain projection data from both imaging modalities, joint TT+DCT reconstructions (7) can be performed after mutual alignment. For some of the analysed grains, comparison with electron microscopy observations on the sample surface are available and will be used to evaluate the sensitivity of the 3D X-ray techniques.

References

*Intervenant

- (1) Ludwig W, Reischig P, King A, Herbig M, Lauridsen E, Johnson G, Marrow T and Buffiere J Y 2009 Rev. Sci. Instrum. 80 033905
- (2) Ludwig W, Lauridsen E M, Schmidt S, Poulsen H F and Baruchel J 2007 J. Appl. Crystallogr. 40 905-11.
- (3) Guéninchault N, Proudhon H and Ludwig W 2016 J. Synchrotron Radiat. 23 1474-83.
- (4) Stinville J C, Ludwig W, Callahan P G, Echlin M P, Valle V, Pollock T M and Proudhon H 2022 Mater. Charact. 188 111891.
- (5) Cayron C 2007 Acta Crystallogr. A 63 11-29.
- (6) Viganò N, Nervo L, Valzania L, Singh G, Preuss M, Batenburg K J and Ludwig W 2016 J. Appl. Crystallogr. 49 544-55
- (7) Viganò, N and Ludwig W 2020 Curr. Opin. Solid State Mater. Sci. 24 100832.

Pousser les limites du MEB : La compétition entre le STEM (MEB) et le TEM conventionnel

Bianca Frincu ^{*† 1}

¹ Constellium Technology Center – C-TEC Constellium Technology Center – France

Les limites du MEB (Microscope Electronique à Balayage) sont poussées année après année plus loin dans la caractérisation de matériaux. Les microscopes électroniques à balayage à effet de champ, associés à des détecteurs tels que le STEM (MEB) peuvent aujourd’hui rentrer en compétition avec des équipements plus puissants tels que le TEM conventionnel.

Les alliages d’aluminium présentent des caractéristiques microstructurales influentes à différentes échelles : grains (phénomènes de restauration et recristallisation, taille, forme, texture...) – centaines de μm , phases intermétalliques – dizaines de μm , dispersoïdes – dizaines de nm et précipités durcissant – quelques nm. En fonction des applications, les informations à ces différentes échelles jouent un rôle plus ou moins important sur les propriétés d’usage des alliages. Avoir des outils de caractérisation multi-échelle complémentaires présente ainsi un grand avantage.

Quelques exemples d’observations sur les alliages d’aluminium séries AA6xxx, AA5182 et Airware® en mode STEM (MEB) seront présentées et comparées au TEM conventionnel en décrivant les avantages et les inconvénients des deux techniques ou l’intérêt de leur combinaison pour décrire plus finement les microstructures et cibler les zones d’intérêt.

*Intervenant

†Auteur correspondant: bianca.frincu@constellium.com

Exploration de l'espace de conception des alliages d'aluminium par une méthodologie combinatoire

Alexis Deschamps ^{*† 1}

¹ Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés – Institut de Chimie du CNRS, Centre National de la Recherche Scientifique, Université Grenoble Alpes, Institut polytechnique de Grenoble - Grenoble
Institute of Technology – France

La conception d'alliages multicomposants est un défi en raison du vaste espace de conception à explorer, qui comprend des variables de composition ainsi que des variables de traitement thermomécanique. Cet exposé traitera de la manière dont l'espace de conception des alliages peut être exploré plus efficacement, en mettant en œuvre une méthodologie à haut débit avec des alliages à gradient de composition ou de paramètres de procédé d'élaboration. Différentes méthodes permettant d'obtenir ces gradients seront présentées, avec leurs avantages et inconvénients respectifs. Les méthodes de caractérisation à haut débit permettant de caractériser efficacement les matériaux ainsi fabriqués seront présentées par des exemples issus de divers travaux sur les alliages d'aluminium à durcissement structural.

*Intervenant

†Auteur correspondant: alexis.deschamps@grenoble-inp.fr

High temperature EBSD experiment applied to in-situ observation of phase transformation in steels

Maissa Fekih ^{*† 1}, Denis Sornin ², Lionel Germain ^{1,3}, Tomas Martinez-Ostomujof ¹, Nathalie Gey^{‡ 1,3}

¹ Laboratoire d'Étude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux – Université de Lorraine, Centre National de la Recherche Scientifique, Arts et Métiers Sciences et Technologies – France

² CEA- Saclay – Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives – France

³ Labex DAMAS – Université de Lorraine – France

The mechanical properties of steels strongly depend on the high temperature austenite microstructure and the subsequent phase transformation events occurring during cooling that control the final microstructure. Thus, the analysis of the austenite parent phase is key to improve our understanding of the inherited microstructures. Indirect parent-phase reconstruction has been introduced as a possibility to calculate the parent grain orientations from the orientation data of the low temperature phase, based on the orientation relation between the two phases (1). Even if this approach often gives powerful information, it only works on displacive transformation microstructures and may fail for some specific configurations (ex. reconstruction of twin boundaries or parent grains transformed with strong variant selection). Nowadays, the development of compact hot stages compatible with EBSD working conditions as well as the emergence of high-speed EBSD camera open a promising way to track direct microstructure evolutions induced by phase transformations by high temperature EBSD analysis (2).

In this work we have performed state of the art in-situ HT EBSD experiments on ferritic stainless steels (10 to 12%Cr) with and without ODS (Oxides Dispersed Strengthening). Our purpose is to monitor the ferrite to austenite transformation during heating to (1) identify the preferential nucleation sites of austenite according to the initial microstructure, (2) the presence of non-transformed ferrite and (3) characterize the HT austenite microstructure expected to be nanosized (3). We aim to give a feedback on advantages and drawbacks of in-situ HT EBSD analysis applied to phase transformation and its complement to indirect crystallographic reconstruction.

(1) Germain, L., N. Gey, R. Mercier, P. Blaineau, et M. Humbert. " An advanced approach to reconstructing parent orientation maps in the case of approximate orientation relations: Application to steels ". *Acta Materialia* 60, no 11 (2012): 4551-62. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.04.034>.

(2) Ubhi, H. S., J. Parsons, N. Othen, S. Campbell, R. Poole, et A. Gholinia. " In-situ EBSD phase transformation and recrystallisation ". *Journal of Physics: Conference Series* 522, no 1 (2014). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/522/1/012011>.

(3) Durand, Anthony, Denis Sornin, Yann de Carlan, Gabriel Spartacus, François Brisset, Lu-

*Intervenant

†Auteur correspondant: maissa.fekih@univ-lorraine.fr

‡Auteur correspondant: nathalie.gey@univ-lorraine.fr

dovic Delbes, Benoît Baptiste, Thierry Baudin, et Roland Logé. " Characterization of Untransformed Ferrite in 10Cr and 12Cr ODS Steels ". *Materialia* 16 (mai 2021): 101066. <https://doi.org/10.1016/j.mtl>

Influence of nitrogen and microstructural evolutions upon tempering in a low alloyed steel investigated by in situ HEXRD and post mortem HRTEM

Miguel Costa Salazar * ^{1,2}, Julien Teixeira ^{1,2}, Benoît Denand ^{1,2}, Guillaume Geandier ², Olivier Skiba ³, Jaafar Ghanbaja ^{1,2}, Sabine Denis ^{1,2}

¹ Université de Lorraine – LabEX DAMAS – France

² Université de Lorraine – CNRS, Institut Jean Lamour (CNRS – Université de Lorraine) – France

³ IRT-M2P – Institut de recherche technologique Matériaux Métallurgie et Procédés – France

The mastering of phase transformations and microstructural evolutions during cooling and tempering is decisive for controlling the final mechanical properties of thermochemical treated steels. The effect of nitrogen on the austenite decomposition kinetics during cooling and the resulting microstructures have been studied thoroughly previously for a low alloyed steel (23Mn-CrMo5). The aim of this work is to analyse the role of nitrogen during tempering. Indeed, the tempering of nitrogen martensites has been studied in literature mainly for model systems and there is a lack of knowledge for multiconstituent industrial steels. For our experimental approach, we use 23MnCrMo5 steel samples homogeneously enriched with carbon and nitrogen (ranging from 0.23 % wt to 0.63 % wt for carbon and from 0 % wt to 0.5 % wt for nitrogen for being representative of the compositions of carbonitrided layers) in austenite at 900°C and quenched. Continuous heating (at 1°C/s) and isothermal tempering treatments at different temperatures (160 °C, 300 °C and 400 °C) are then studied. Vickers microhardness measurements have been performed to evaluate different tempering temperature effects on hardness. Dilatometry was used to acquire the in situ global kinetics of transformation and synchrotron high energy X-ray diffraction (HEXRD) allows to follow the precipitation kinetics of low fraction phases as well as the retained austenite decomposition and the evolution of the dislocation densities. From in situ HEXRD, the precipitates evolutions (CrN, epsilon carbides) during tempering (see for example fig.1) and formation of new precipitates (Fe₄N) have been analysed. The nature, the size and the morphology of the different precipitates (carbides and nitrides) are also analysed post mortem after tempering by means of High resolution (S)TEM combined with EDX and ASTAR. It has been observed that CrN and MnSiN₂ have two similar group sizes, one of precipitates around 1 μm and the other around 50 nm.

*Intervenant

Etat de précipitation dans le métal déposé en acier faiblement allié d'un joint soudé brut de soudage et après traitement thermique

Jérémy Landes * ¹

¹ Institut des Matériaux, de Microélectronique et des Nanosciences de Provence – Aix Marseille Université, Université de Toulon, Centre National de la Recherche Scientifique – France

La compréhension des phénomènes physico-chimiques qui conditionnent l'état micro et nanostructural est capitale pour tenter de contrôler et optimiser les propriétés mécaniques des nuances d'aciers employées dans l'industrie, mais aussi anticiper leur évolution au fil du temps liée à des phénomènes de vieillissement sous déformation. Pour l'industrie, il est essentiel de garantir des équipements fonctionnels et pérennes dans le temps. Ainsi, on cherche à étudier en détail des aciers faiblement alliés utilisés en tant que métaux déposés dans des joints soudés. Les propriétés mécaniques de ces soudures doivent garantir à tout instant et pour toute sollicitation leur intégrité structurelle. C'est pourquoi un traitement thermique post-soudage est appliqué sur celles-ci afin de diminuer les contraintes et de précipiter l'azote et le carbone en solution solide. L'étude de la précipitation des métaux déposés à l'état brut de soudage et à l'état post-traitement thermique est une étape indispensable pour déterminer les scénarios des évolutions qui dépendent des paramètres du traitement thermique. De plus, la littérature ne comporte que peu d'études sur la caractérisation de cette dernière dans les métaux déposés.

Le travail réalisé jusqu'à présent a permis de caractériser les états de précipitation dans le métal déposé en acier faiblement allié brut de soudage et après un traitement thermique de 700°C par des observations en microscopie électronique à balayage et à transmission.

*Intervenant

Etude expérimentale et numérique des phénomènes de restauration et de recristallisation statiques : cas de l'aluminium pur

Pauline Stricot ^{*† 1,2}, Anna Ask ³, Louise Toualbi ³, Yves Renollet ³,
Quentin Barres ³, Henry Proudhon ², Samuel Forest ²

¹ DMAS, ONERA the french aerospace lab – DMAS ONERA – France

² Centre des Matériaux – MINES ParisTech, PSL Research University – France

³ DMAS, ONERA the french aerospace lab – DMAS ONERA – France

Ce travail a pour but d'étudier les évolutions de microstructure d'un aluminium pur (99,999%) lors de la déformation à chaud par suivi d'essais mécaniques *in situ* réalisés dans un Microscope Électronique à Balayage (MEB). On s'intéressera particulièrement aux phénomènes de restauration et de recristallisation. L'objectif de ces essais est de calibrer un modèle numérique en cours de développement dans le logiciel éléments finis *Z-set*, dont la particularité est de prendre en compte les évolutions de microstructure dues à la déformation mais aussi à la migration des joints de grains à l'échelle d'un agrégat polycristallin.

Pour cela, une méthodologie couplant modèle de plasticité cristalline, méthode du champ de phase et milieu de Cosserat est utilisée (1). Ce modèle permet donc de prendre en compte l'effet d'orientation cristallographique de chaque grain, l'écroutissage du matériau et la courbure du réseau cristallin. Ces composantes sont alors traduites en termes d'énergie stockée servant de force motrice à la mobilité des joints de grains, reproduite dans le modèle à l'aide de l'approche champ de phase.

Les premiers résultats obtenus avec le modèle présentent bien une évolution de microstructure avec la déformation. Cependant, de nombreuses inconnues persistent, notamment en ce qui concerne les mécanismes de recristallisation. L'objectif de la campagne expérimentale développée dans le cadre de cette étude est de venir clarifier ces mécanismes.

La première étape de calibration du modèle consiste à s'intéresser aux phénomènes de recristallisation et de restauration statiques, par le biais d'essais de recuits réalisés dans l'enceinte du MEB suivant une méthodologie similaire à celle employée par Beucia et al. (2). Les échantillons étudiés sont caractérisés par différents niveaux de déformation induits par écroutissage lors de leur mise en forme par laminage à froid. Ces essais permettent un suivi en temps réel du déplacement des joints de grains mais aussi de l'orientation cristallographique des grains grâce au couplage entre l'imagerie BSE et l'analyse EBSD. Les principales forces motrices régissant la mobilité des joints de grains peuvent ainsi être identifiées à partir des mesures de désorientations cristallographiques intragranulaires et de la courbure des joints de grains. Ces résultats sont comparés à des modélisations champs de phase type Kobayashi-Warren-Carter par éléments finis. Ces simulations sont réalisées sur des microstructures virtuelles 2D représentatives de nos états métallurgiques. La méthode développée pour l'analyse des phénomènes statiques sera employée par la suite pour

*Intervenant

†Auteur correspondant: pauline.stricot@onera.fr

étudier la recristallisation dynamique avec la caractérisation d'essais de tractions à chaud *in situ* au MEB.

(1) A. Ask, S. Forest, B. Appolaire, K. Ammar, et O. U. Salman, " A Cosserat crystal plasticity and phase field theory for grain boundary migration ", *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 115, p. 167-194, juin 2018, doi: 10.1016/j.jmps.2018.03.006.

(2) B. Béucia, P. Franciosi, S. Queyreau, D. Chaubet, et B. Bacroix, " SEM observations of grain boundary mobility under thermal and plasticity effects ", *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 89, p. 012019, août 2015, doi: 10.1088/1757-899X/89/1/012019.

Multi-scale investigation of an ancient Al-Cu-Mg-Si alloy collected on a German WWII aircraft

Magali Brunet ^{*† 1}, Teresa Hungria-Hernandez ², John Hutchison ³, Marc Zupan ³, Marc Legros ¹

¹ CEMES-CNRS – CNRS : UPR8011, Université de Toulouse Paul Sabatier – France

² Centre de microcaractérisation Raimond Castaing – Institut National des Sciences Appliquées - Toulouse, Université Toulouse III - Paul Sabatier, Institut de Chimie du CNRS, Centre National de la Recherche Scientifique, Institut National Polytechnique (Toulouse) – France

³ University of Maryland [Baltimore County] – États-Unis

Crashed aircraft from World War II provide large amount of ancient materials, in particular Duralumin, which has been, for more than a century the principal metallic (aluminium) alloys constituting the frame and fuselage of aircraft. Valuable information can be retrieved by investigating these materials: first, the identification of the precipitation at nanoscale allows revealing the exact fundamental hardening mechanisms behind their mechanical properties, considering the thermomechanical processes applied at the time (generally T4 or T3). Then, with the current knowledge on the fine tuning of precipitation of Al-Cu-Mg-Si alloys, possibilities open up for ancient alloys to provide high performance mechanical properties if a new thermomechanical treatment was applied (T6, T8 or more advanced). An ancient Duralumin alloy (Al-Cu-Mg-Si) collected on a German WWII aircraft, a Dornier 217 fighter from 1943, was investigated using state-of-the art techniques. The elemental composition of the collected alloy is Al-4.0Cu-0.9Mg-0.3Si-0.4Mn-0.3Fe (wt.%), corresponding to Cu:Mg and Mg:Si ratios of 4.4 and 2.7 respectively. The alloy could thus either be a Duralumin (0.4-1.0 Mg wt.%) a Super Duralumin (0.9-1.5 Mg wt.%) designated as 3115 and 3125 respectively, according to the German RLM (*Reichsluftfahrtministerium*) standards of 1942 (1).

To extract the overall mechanical properties on these rare archaeological artefacts, microscale specimen were cut and tested on a microtensile bench (2). For nanostructure identification at atomic scale, advanced high-resolution transmission electron microscopy (TEM) coupled with high and low angle annular dark field (HAADF and LAADF) was used.

In preliminary results, we show that mechanical properties of the Dornier 217 plate in the as-received state are conform to the RLM standards for a 3115 alloy in T4 state, i.e 44 Kgf/mm² for the ultimate tensile strength and 17% for the elongation. The yield strength (around 31 Kgf/mm²) is however significantly higher than the 25 Kgf/mm² expected for 3115 in T4 state. Similarly, the Vickers hardness, which is 126 HB (132 HV) in average, is significantly higher than the hardness usually reported for 3115 (between 90 and 100 HB). The alloy behaves thus as an intermediate between a Duralumin (3115) and a Super Duralumin (3125).

*Intervenant

†Auteur correspondant: magali.brunet@cemes.fr

Investigation in the nanostructure shows that the alloy exhibits a peculiar nanostructure. High resolution TEM in the as-received state (corresponding to a T4 or T3) proves the presence of Mg-Cu clusters. Upon artificial aging (T6), we can demonstrate that both precipitates θ' -Al₂Cu platelets and S'-AlCuMg needles are formed. This is different from typical Duralumin alloys where no S-phase (or precursors) are found (3). The higher Mg rate and thus a Mg:Si ratio higher than 3 in this alloy, is the reason for this peculiar precipitation. For such Mg:Si ratio indeed, the main hardening phase is generally S' or Guinier Preston Bagaryatsky Zones (4). Such fine precipitation is known to enhance the hardening effect of the alloy. These observations of the fine hardening precipitation at nanoscale confirm thus the mechanical properties probed at macroscale.

(1) Metallische Werkstoffe, *Fliegwerkstoffe.- Handbuch für die Auswahl der im deutschen Flugzeug-, Flugmotoren- und Luftfahrtgerätebau zu verwendenden Werkstoffe*, Beuth-Vertrieb, 1942.

(2) S. Nimer *et al.*, *Adv. Eng. Mat.*, 16, 4, 2014.

(3) M. Brunet *et al.*, *Materialia*, 8, 2019.

(4) D. G. Eskin, *J. Mat. Sc.*, 38, 2, 2003.

Latest advances in metallurgy at European Synchrotron Radiation Facility (ESRF)

Andrea Francesco Ciuffini * ¹

¹ European Synchrotron Radiation Facility [Grenoble] – ESRF – The European Synchrotron, 71 Avenue des Martyrs, 38000 Grenoble, France – France

In 2021 was completed the upgrade of the European Synchrotron Radiation Facility ESRF – EBS (Extremely Brilliant Source), becoming the first new generation of high-energy synchrotron, increasing brilliance and coherence of X-ray beams by a factor of 100 compared to present-day light sources. The highlights of the research activities in powder metallurgy made in these 2 years would be presented:

- The stress relief given by heat treatment on the residual stresses of an additive manufactured 316L stainless steel arch structure (part of EU-funded EASI-STRESS project);
- Synchrotron dark field X-ray microscopy (DFXM) detailed observation of the different aspects of ferritic Fe - 3 Si - 0.1 Sn (wt.%) alloy heavily deformed (85%) recrystallization, occurring during annealing at 610° C;
- Synchrotron X-ray nano-CT characterization of a self-healing Fe - 3.8W - 3.1Au (wt.%) alloy experiencing creep curves at constant 145 MPa σ at 550 °C. The creep experiments were interrupted after 10h, 50h, 100h, 150h, 223h

*Intervenant

Etude métallurgique et mécanique d'un revêtement de galvanisation à chaud en continu

Mohamed Labaïz * ¹, Ahlem Taleb *

2

¹ Université Badji Mokhtar – BP12 -23000- Annaba, Algérie

² CRTI/URMMA Annaba – Algérie

Le but de ce travail est d'étudier l'aspect structural et le comportement tribologique d'un revêtement obtenu par galvanisation industrielle à chaud en continu. Les tôles d'acier galvanisées sont soumises à des frottements notamment sur les presses durant les opérations de mise en forme par emboutissage, estampage, ou pliage. Les tôles galvanisées étudiées présentent différentes phases de la microstructure delta, gamma, dzeta et la phase eta de zinc. Les observations microstructurales des aciers de base au microscope optique permettent de mettre en évidence la présence de la ferrite et de perlite, le pourcentage de ces phases étant calculé par un logiciel d'analyse d'image. La morphologie du revêtement a été observée par MEB et par microscopie optique, l'aspect de surface a été mis en évidence par rugosité optique 3D. A partir de la cartographie d'orientations cristallographiques (Inverse Pole Figure IPFZ) et la projection stéréographique en équidensité de ces orientations, on constate que la majorité des grains ont un axe proche de la texture basale avec une majorité des plans (0001) parallèles à la normale de la surface de l'échantillon. Ce résultat est confirmé sur toute la surface. Le spectre de diffraction DRX obtenu dans les conditions de diffraction rasante à très faible angle a permis d'identifier toutes les phases formées en extrême surface et les couches sous-jacentes. On observe des pics très intenses qui correspondent parfaitement aux plans de diffraction des phases $\eta - Zn$, $\zeta - FeZn_{13}$, $- Fe_5 Zn_{21}$, formant la couche de combinaison. On note aussi la présence du SiO_2 et du composé $Fe_{11}Zn_{40}$.

Les propriétés mécaniques des couches de zinc ont été déterminées par nanoindentation, on trouve que les phases intermétalliques sont plus dures que l'acier. Les essais tribologiques ont été réalisés sur un tribomètre rotatif bille-disque sous des charges 1, 2, 3N avec un parcours de glissement de 15, 30 et 50m. Les essais tribologiques réalisés montrent une augmentation du coefficient de frottement et de l'usure avec l'augmentation de la charge et la distance de glissement. La couche supérieure est presque du zinc pur, qui est un métal plutôt tendre, elle est cependant nettement plus dure et plus résistante à l'usure que les couches de peinture. Par contre, les alliages zinc-fer sont très durs, souvent même plus durs que le substrat en acier lui-même, comme le confirment les résultats de nanoindentation. L'acier galvanisé leur doit sa grande résistance à l'usure et sa bonne résistance aux chocs. Cette résistance n'est pas uniquement due à la dureté de l'alliage zinc-fer mais également à la couche supérieure de zinc, qui, moins dure, sert d'amortisseur. La combinaison des propriétés de résistance à l'usure et aux chocs est mise à profit dans le domaine industriel pour plusieurs applications.

*Intervenant

Étude expérimentale des équilibres solide-liquide dans le système binaire Fe-B pour les faibles teneurs en bore

Luisa Coelho De Carvalho ^{*}, Céline Pascal ¹, Annie Antoni-Zdziobek ¹,
Evangeline Ahtoy ², Fayssal Oudich ², Jean Lehmann ²

¹ Univ. Grenoble Alpes CNRS, SIMAP, Grenoble INP, F-38000 Grenoble, France – Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, SIMaP, F-38000 Grenoble, France. – France

² ArcelorMittal Global RD – Maizières, Maizières-lès-Metz, France – ArcelorMittal Maizières Research – France

Les aciers à haute résistance contiennent du bore (< 40 ppm) afin d'empêcher leur fragilisation par le métal liquide (L.M.E., liquid metal embrittlement). Après solidification en coulée continue, la présence de défauts sur les brames d'acier pourrait provenir d'une transformation de type métatectique de la ferrite d en austénite g, à l'origine d'une fusion rétrograde au cours refroidissement. Cependant, les bases de données thermodynamiques existantes ne couvrent pas les gammes de composition et de température considérées et ne permettent pas l'optimisation du procédé d'élaboration. Par exemple, pour le système binaire Fe-B, selon les données de la littérature, la solubilité maximale de B est de 97 ppm ou 970 ppm dans la phase ferritique et de 25 ppm ou 390 ppm dans la phase austénitique avec une différence de plus de 30 °C pour la valeur de la température de réaction métatectique. Ainsi, l'objectif de cette étude est d'établir de nouvelles données expérimentales solide-liquide pour le système binaire Fe-B, pour des teneurs en bore inférieures à 1000 ppm. Deux types d'expériences sont réalisés : (1) des mesures par analyse thermique différentielle et (2) des traitements thermiques impliquant la phase liquide au moyen d'une technique de séparation de phase électromagnétique. Les chemins de solidification et la morphologie de la microstructure sont caractérisés par microscopie électronique à balayage et par diffraction des rayons X. En raison des faibles teneurs en bore attendues dans ces phases, en particulier dans les solutions solides ferritiques et austénitiques, des méthodes d'analyse telles que GD-OES, ICP, SIMS et microsonde sont mises en œuvre. Les résultats obtenus et les méthodes d'analyse sont discutées.

*Intervenant

Design of an optimized fine-grained microstructure reinforced by spinodal decomposition

Juan Macchi * ¹, Olha Nakonechna ¹, Kaveh Edelati ², Xavier Sauvage ¹,
Williams Lefebvre ¹

¹ Groupe de physique des matériaux – Université de Rouen Normandie, Institut national des sciences appliquées Rouen Normandie, Centre National de la Recherche Scientifique, Institut de Recherche sur les Matériaux Avancés – France

² International Institute for Carbon-Neutral Energy Research – Japon

The strength of metallic alloy microstructures is strongly related to the amount and distribution of dislocation obstacles. These obstacles, introducing lattice irregularity, may have different nature including: other dislocations, second phase, grain boundaries. An optimized microstructure would present a combination the mentioned mechanisms (1).

Lightweighting aluminium alloys aims to reach a tensile strength over 1 GPa maintaining a good total elongation. One approach to reach those strength levels is to produce a microstructure with ultra fine grains (UFG) by Severe Plastic Deformation (High Pressure Torsion – HPT – for example). This would introduce two main kinds of obstacles; grain boundaries and a high dislocation density . However, in that condition second phase precipitation may occur heterogeneously on the grain boundaries or present fast-growing kinetics resulting on relatively low strengthening (2). The purpose of this study is to combine a UFG structure with spinodal decomposition which is presents the major advantage of occurring homogeneously (barrierless transformation).

To study the spinodal decomposition in UFG structures, a model system is investigated (Fe-Cr). After solution heat treatment, this model alloy is deformed by HPT and finally aged to trigger the spinodal decomposition. Lately, the microstructure is characterized by Electron Backscattered Electrons (EBSD) and Automated Crystal Orientation Mapping (*ACOM-TEM*). The chemical distribution is characterized by Atom Probe Tomography (APT).

Acknowledgement – The ANR is thanked for funding through the project ANR-22-CE08-0016-01.

References:

- (1) Sabirov, I., Murashkin, M. Y., & Valiev, R. Z. (2013). Nanostructured aluminium alloys produced by severe plastic deformation: New horizons in development. In *Materials Science and Engineering A* (Vol. 560, pp. 1–24). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.09.020>
- (2) Deschamps, A., de Geuser, F., Horita, Z., Lee, S., & Renou, G. (2014). Precipitation kinetics in a severely plastically deformed 7075 aluminium alloy. *Acta Materialia*, 66, 105–117. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.11.071>

*Intervenant

Couplage entre défauts à l'échelle nanométrique étudiés par microscopie corrélative STEM et sonde atomique tomographique

Williams Lefebvre * ¹, Olha Nakonechna ¹, Juan Macchi ¹, Gérald Da Costa ¹, Celia Castro ¹, François Vurpillot ¹

¹ Groupe de physique des matériaux – Université de Rouen Normandie, Institut national des sciences appliquées Rouen Normandie, Centre National de la Recherche Scientifique, Institut de Recherche sur les Matériaux Avancés – France

Le couplage entre défauts est au cœur des relations microstructure-propriétés dans les métaux et les alliages. Nombre de recherches en métallurgie s'appuient donc sur une description précise de la structure et de la chimie des défauts à différents niveaux, de l'échelle du micron à celle du nanomètre. À cette fin, la microscopie électronique à transmission (à balayage) ((S)TEM) est une technique de caractérisation majeure qui donne accès une cartographie chimique 2D efficace avec une excellente description structurale des joints de grain, dislocations, interfaces hétéro-phases... Néanmoins, avec des limites de détection beaucoup plus basses et une capacité intrinsèque de cartographie 3D de la composition à l'échelle du nanomètre, la sonde atomique tomographique (SAT) reste l'outil principal pour révéler les champs de composition 3D à très haute résolution spatiale.

L'utilisation relativement récente des techniques SAT et STEM de manière corrélative a démontré toute sa pertinence pour la compréhension des couplages entre défauts dans de nombreux systèmes (ségrégation sur les joints de grains, faute d'empilement, dislocation par exemple). Au-delà, en s'appuyant sur le STEM in situ, il est également possible de révéler certaines cinétiques à l'œuvre lors des évolutions microstructurales. Cette présentation en donnera quelques illustrations.

En raison du succès de ces approches de microscopie corrélative SAT et STEM, l'idée de combiner en un seul instrument SAT et STEM a fait son chemin et un projet instrumental est actuellement en cours au GPM sur cet aspect. Cette conférence présentera l'approche instrumentale qui a été choisie ainsi que les premières étapes de sa réalisation.

Remerciements : La région Normandie et le FEDER sont remerciés pour leur soutien via les projets RIN Tremplin et Plateforme Fusion SATMET.

*Intervenant

Evolution récentes en tomographie X pour l'étude des métaux.

Pierre Lhuissier * ¹, Maxence Buttard ¹, Guilhem Martin ¹, Haixing Fang ¹, Wolfgang Ludwig ², Julie Villanova ², Elodie Boller ², Vincent Fernandez ², Paul Tafforreau ², Luc Salvo ¹

¹ SIMaP – CNRS – Univ. Grenoble Alpes – Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, SIMaP, F-38000 Grenoble, France. – France

² European Synchrotron Radiation Facility [Grenoble] – European Synchrotron Radiation Facility (ESRF), European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) : ID31 – France

La tomographie aux rayons X s'est démocratisée au sein des laboratoires de science des matériaux et permet de caractériser en quelques dizaines de minutes des échantillons en 3D à des résolutions de quelques microns. Les sources synchrotrons proposent des performances bien supérieures (temps d'acquisition, modalité de contraste, énergie, résolution...) et permettent de repousser les contraintes temporelles des caractérisations in situ d'essais thermo-mécaniques. Aux résolutions fines (25-250nm), la nano-tomographie permet des caractérisation multi-échelles (1). La technique permet par exemple de caractériser finement les piscines de fusions solidifiées de matériaux obtenus par fusion locale de lit de poudre. La porosité, la taille et la morphologie des grains et des intermétalliques dans les différentes zones sont quantifiées tout en étant capable de caractériser la microstructure à plus grande échelle ou de suivre l'endommagement au cours de sollicitation de traction à chaud. Les derniers développements concernent les fréquences acquisitions qui atteignent maintenant le Hz et permettent ainsi de caractériser in situ des essais de solidification.

Aux résolutions intermédiaires, le gain temporel est encore possible avec des fréquences d'acquisitions de l'ordre du kHz (2) mais au détriment d'effets centrifuges gigantesques. Pour des durées de scans de quelques secondes à quelques minutes, la tomographie synchrotron permet de s'adapter aux contraintes expérimentales. Les dispositifs de sollicitations ont donc significativement évolué et permettent même de reproduire des conditions d'élaborations complexes telles que la fabrication additive (3).

Pour les échantillons encombrants et/ou très absorbants, la jouvence de l'ESRF et la construction d'une nouvelle ligne de lumière dédiée ont significativement ouvert des possibilités. Il est ainsi possible de combiner une caractérisation globale basse résolution d'un échantillon de quelques dizaines de centimètres avec quelques caractérisations locales de résolution de 1 ou 2 micromètres.

Pendant longtemps la tomographie de laboratoire a été confinées aux essais in situ quasi-statiques ou ex-situ. Les temps d'acquisitions pour une résolution de quelques microns étaient rédhibitoires pour les essais à cinétiques d'évolution rapides. L'information cristalline, révélée par contraste de diffraction, ne pouvait être obtenue que par des approches de reconstruction très exigeantes (4) ou par un instrument spécifique. Ces contraintes ont été progressivement relaxées par l'optimisation des géométries d'acquisition, des détecteurs, des dispositifs échantillons mais aussi des algorithmes de reconstruction. Il est maintenant possible de caractériser in situ la solidification d'alliages ou d'identifier la microstructure sur un équipement conventionnel (5).

*Intervenant

Les derniers développements en cours basés sur des sources multiples et/ou les algorithmes d'intelligence artificielle devraient encore considérablement repousser les limites actuelles en laboratoire comme au synchrotron.

(1) J Villanova et al., *Mater. Today* 20, 354-359 (2017) (2) F García-Moreno et al., *Adv. Mater.* 33, 2104659 (2021) (3) P Lhuissier et al., *Rev. Sci. Instrum.* 93, 083701 (2022) (4) A King et al., *Mater. Charac.* 97, 1-10 (2014) (5) H Fang et al., *J. Appl. Cryst.* 55, 1652-1663 (2022)

La théorie de correspondance pour expliquer les plans d'habitat et les plans de jonction de la martensite

Cyril Cayron * ¹

¹ Ecole polytechnique fédérale de Lausanne (EPFL) – route de la Maladière 71b 2002 Neuchâtel, Suisse

Les plans d'habitats entre la martensite et sa phase parente (austénite) ainsi que les plans de jonctions entre les variants de martensite sont généralement calculés par la théorie phénoménologique de la cristallographie de la martensite (PTMC). Cette théorie est suffisamment souple de par ses variables d'ajustement pour expliquer la plupart des observations dans les alliages métalliques (acier, titane, alliages à mémoire de forme) et céramiques (zircone). Ses postulats et leurs mises en équations masquent cependant des principes physiques élémentaires importants. Ainsi, la PTMC mène à croire que toutes les caractéristiques cristallographiques de la martensite reposent sur la métrique des phases, en oubliant presque totalement le rôle primordiale des symétries. Le but de notre exposé est de remettre les symétries au cœur de la théorie des variants. En couplant les symétries avec la relation de correspondance entre austénite et martensite (matrice à coefficients rationnels), nous obtiendrons des équations simples et montrerons que a) les plans d'habitat et les plans de jonctions peuvent être calculés d'une manière beaucoup plus directe qu'avec la PTMC, b) certaines caractéristiques des jonctions entre variants comme le plan miroir des macles de type I (qui est aussi le plan de jonction) et l'axe de rotation de 180° des macles de type II sont des caractéristiques " génériques ", i.e. totalement indépendantes de la métrique, c) il est possible de prédire si les jonctions entre variants seront de type I ou de type II malgré l'égalité des amplitudes de cisaillement, d) il est possible de prédire les plan de jonction pour les paires de variants qui n'ont pas de solutions en PTMC, e) il est possible de prédire la sélection de variants sous contrainte lors de la transformation de phase austénite => martensite comme dans le cas de la superélasticité, ou lors de la réorientation des variants martensite => martensite à la base de l'effet mémoire, et ceci sans utiliser la matrice de " shape strain " de la PTMC. Cette approche sera appliquée aux alliages Ti et NiTi, et ses résultats seront confrontés à l'expérience (cartes EBSD et TKD).

*Intervenant

Recristallisation des aciers ferritiques inoxydables: approche expérimentale et modélisation

Louis Hennocque^{*† 1,2}, Julien Favre^{‡ 1}, Nicolas Meyer^{§ 2}, David Piot^{¶ 1},
Claire Maurice^{|| 1}, Thomas Sourisseau^{** 2}, Laurence Latu-Romain^{†† 2},
Guillaume Kermouche^{‡‡ 1}

¹ Laboratoire Georges Friedel – Ecole des Mines de Saint-Etienne, Université de Lyon, Centre National de la Recherche Scientifique – France

² Ugitech – Centre de Recherches d’UGITECH – France

Ce travail propose d’étudier et de modéliser les phénomènes de modification structurale se produisant lors du laminage à chaud d’un acier inoxydable ferritique, afin d’identifier les conditions thermomécaniques permettant d’obtenir une structure à grains fins en fin de laminage à chaud. Afin d’identifier les mécanismes d’évolution microstructurale, de nombreux essais thermomécaniques ont été réalisés en laboratoire (torsion et compression uniaxiale notamment), avec différentes vitesses de déformation et différentes températures, sur plusieurs nuances d’aciers inoxydables ferritiques qui diffèrent par leur teneur en Nb et leur microstructure initiale. Ces expériences nous ont permis, par des caractérisations optiques et EBSD (Electron Back Scattering Diffraction), d’identifier l’évolution microstructurale se produisant de manière dynamique et statique (entre les différentes étapes de déformation).

Les mécanismes que l’étude cherche à mettre en évidence et à comprendre sont la restauration, la recristallisation et la croissance des grains dans un acier inoxydable ferritique. Dans le cas de matériaux à forte énergie de défaut d’empilement (EDE) comme c’est le cas pour les matériaux ferritiques, les mécanismes de recristallisation mis en jeu sont essentiellement la transition d’une sous-structure faiblement désorientée vers des joints fortement désorientés. Ce travail vise donc à mettre en évidence l’évolution et la création de ces structures en couplant expériences (thermomécaniques et structurales) avec l’utilisation de modèles analytiques pour prédire cette dernière.

L’étude rhéologique permet en premier lieu d’identifier les paramètres importants de la nuance d’étude. La caractérisation microstructurale des différentes conditions étudiées met en évidence l’évolution de la désorientation de la sous-structure, en l’associant de surcroît avec la modélisation numérique. Cette étude détermine aussi les paramètres prédictifs de l’évolution microstructurale, en premier lieu dans des cas simples, avec des modèles connus de désorientation progressive de la sous-structure prenant en compte des paramètres rhéologiques de vitesse de déformation, de température et de déformation totale appliquées. Le modèle est ensuite enrichi en déterminant la mobilité des joints de grains du matériau à l’aide de l’étude de la variation de la teneur en Nb

*Intervenant

†Auteur correspondant: louis.hennocque@emse.fr

‡Auteur correspondant: julien.favre@emse.fr

§Auteur correspondant: nicolas.meyer@ugitech.com

¶Auteur correspondant: piot@emse.fr

||Auteur correspondant: claire.maurice@emse.fr

**Auteur correspondant: thomas.sourisseau@ugitech.com

††Auteur correspondant: laurence.latu-romain@swisssteelgroup.com

‡‡Auteur correspondant: kermouche@emse.fr

qui est un paramètre déterminant quant aux phénomènes d'épinglage de Zener et de trainage de soluté. Les mécanismes post-dynamiques associés sont actuellement à l'étude afin d'autoriser la caractérisation de la recristallisation post-dynamique. L'objectif à terme serait d'envisager un couplage modélisant l'ensemble des différents mécanismes de recristallisation.

Simulation atomistique du mouvement collectif du carbone pendant le vieillissement de la martensite

Liangzhao Huang * ¹, Philippe Maugis ²

¹ Section de recherches de métallurgie physique (SRMP) – Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives, Université Paris Saclay – France

² Institut des Matériaux, de Microélectronique et des Nanosciences de Provence – Aix Marseille Université, Centre National de la Recherche Scientifique – France

Les aciers martensitiques ont une large gamme d'applications mécaniques en raison de leur résistance élevée. Il correspond à un fer saturé en carbone avec une structure tétragonale centrée (bct). Cependant, il s'agit d'une phase métastable qui se décompose en nanodomaines sans carbone et riches en carbone au cours du vieillissement, ce qui modifie ses propriétés mécaniques. Pour bien comprendre les mécanismes de cette décomposition, les propriétés thermodynamiques et cinétiques des atomes de carbone (C) dans le fer (Fe) tétragonal centré sont étudiées à l'aide de simulations de Monte Carlo (MC). Les interactions par paire entre les atomes de carbone sont obtenues en combinant la théorie de l'élasticité linéaire et les résultats les plus récents de la théorie de la fonctionnelle de la densité (DFT). Cette base de données énergétiques est appliquée aux simulations MC pour prédire la configuration du carbone à l'état d'équilibre et le mouvement cinétique collectif des atomes de carbone dans une martensite telle qu'elle a été trempée. À partir de la simulation MC de Metropolis, nous obtenons une nouvelle phase d'état stable de la structure Fe₆C₂. Cependant, d'après les simulations cinétiques MC, il est difficile d'atteindre cette phase d'équilibre pendant le vieillissement de la martensite car, à température ambiante ou inférieure, la diffusivité du carbone est si lente qu'il faudra un temps irréaliste pour que le système atteigne l'état d'équilibre ; et à plus haute température, même si la cinétique est accélérée, la concentration en carbone de la phase d'équilibre prédite est si élevée que d'autres carbures métastables peuvent se former avant que cette phase ne soit formée. En outre, les effets de la température, de la contrainte appliquée et de l'état initial sur la cinétique de vieillissement sont mis en évidence. L'évolution de la concentration de carbone dans les clusters et l'échelle de temps de la cinétique de vieillissement sont en bon accord avec certains résultats expérimentaux existants.

*Intervenant

Simulation de l'évolution d'une interface de soudage diffusion d'alliage 800H en présence d'une population évolutive de particules de seconde phase par une approche level-set

Camille Godinot * ¹, Marc Bernacki ², Frédéric Bernard ³, Emmanuel Rigal ₁

¹ Département Technique Conversion et Hydrogène – Université Grenoble Alpes, Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives (CEA) - Grenoble, Laboratoire d'Innovation pour les Technologies des Energies Nouvelles et les nanomatériaux – France

² Centre de Mise en Forme des Matériaux – Mines Paris - PSL (École nationale supérieure des mines de Paris), Centre National de la Recherche Scientifique – France

³ Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne – Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, Université de Bourgogne, Université Bourgogne Franche-Comté [COMUE], Centre National de la Recherche Scientifique – France

Le soudage diffusion est un procédé d'assemblage de matériaux en phase solide qui consiste à venir mettre en contact des pièces métalliques sous haute pression et haute température. Ces conditions permettent la disparition graduelle des pores via les mécanismes diffusifs usuels du frittage. Parallèlement, le déplacement des joints de grains à travers l'interface de soudage peut permettre d'effacer celle-ci, si les conditions sont réunies (température suffisante et peu d'obstacles). Dans le cas du soudage diffusion de l'alliage 800H, des carbures se forment en surface et donc à l'interface lors du chauffage. Ces carbures, bien que partiellement dissous lors du palier en température et en pression, agissent comme des obstacles au mouvement des joints de grains via des mécanismes d'ancrage dit de Smith-Zener. Le franchissement de l'interface est donc rendu plus difficile, ce qui est néfaste à la qualité de la jonction.

Les outils numériques développés dans le cadre du consortium Digimu, basés sur le calcul du déplacement des interfaces via la méthode level-set en formulation par éléments finis, sont utilisés pour simuler le mouvement des joints de grains et donc l'effacement de l'interface lors d'un cycle de soudage diffusion. La présence d'une population évolutive de particules de seconde phase localisées à l'interface sera également considérée dans les simulations. L'objectif final des simulations est de fournir un jumeau numérique des mécanismes physiques à l'oeuvre afin, à terme, de pouvoir proposer des pistes pour optimiser les paramètres du procédé visant à assurer la qualité de l'assemblage tout en limitant, tant que faire se peut, le grossissement des grains pour conserver de bonnes propriétés mécaniques.

*Intervenant

Modélisation de la diffusion dans les solides : de l'échelle atomique à l'échelle macroscopique

Thomas Schuler * ¹

¹ Université Paris-Saclay, CEA, Service de recherche en Corrosion et Comportement des Matériaux, SRMP, 91191 Gif Sur Yvette, France – CEA – France

La diffusion est un phénomène thermiquement activé qui entraîne la redistribution des atomes au sein d'un matériau de manière à le faire évoluer vers son état d'équilibre. Le processus de diffusion résulte d'une succession de sauts sur des distances de l'ordre des distances interatomiques. Se pose alors la question du changement d'échelle depuis les mécanismes élémentaires à l'échelle atomique vers des modèles phénoménologiques macroscopiques du phénomène de diffusion qui peuvent être utilisés pour étudier le comportement du matériau, par exemple en lien avec une sollicitation mécanique ou un environnement chimique particulier. Ce changement d'échelle peut se résoudre analytiquement dans les cas simples, mais il fait appel à des méthodes de physique statistique sophistiquées dans des systèmes modèles qui sont plus en lien avec les matériaux réels. L'application de ces méthodes à des matériaux inhomogènes sur le plan chimique et/ou cristallographique pose de nouvelles questions qui commencent tout juste à être abordées. Au CEA/SRMP, nous développons depuis plusieurs années un code open-source (KineCluE) qui implémente ces méthodes de manière à les rendre accessibles à des utilisateurs non spécialistes. Dans cet exposé nous présenterons quelques exemples récents de résultats obtenus avec ce code dans divers matériaux présentant des mécanismes de diffusion plus ou moins complexes (zircone, carbure de bore, alliages ferritiques...), ainsi que les développements qui sont en cours actuellement pour étendre ces modèles à d'autres classes de matériaux (par exemple les alliages hautes entropie) ou pour prendre en compte la microstructure du matériau (par exemple l'effet des joints de grains sur la diffusion dans un polycristal ou l'effet du champ de déformation local induit par une dislocation).

*Intervenant

Influence d'inoculants pendant la solidification directionnelle du Cu : une étude de dynamique moléculaire dans le contexte de la fabrication additive

Quentin Bizot *¹, Vladyslav Turlo², Florence Baras³, Olivier Politano³

¹ Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne (ICB) – UMR 6303 CNRS-Université de Bourgogne Franche-Comté, BP 47870, F-21078 Dijon Cedex – France

² Laboratoire EMPA – Suisse

³ Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne – UMR 6303 CNRS-Université de Bourgogne Franche-Comté, BP 47870, F-21078 Dijon Cedex – France

Les technologies de fabrication additive de métaux suscitent un intérêt croissant, principalement en raison de leur capacité à produire des pièces avec des géométries complexes. La compréhension de la solidification rapide directionnelle qui a lieu au cours du procédé de fabrication additive est un enjeu majeur car la microstructure dépend directement des conditions de solidification. Des vitesses de solidification rapides et des gradients de température élevés produisent principalement des structures colonnaires aux propriétés anisotropes, réduisant ainsi les performances mécaniques et augmentant la tendance à la fissuration à chaud. L'objectif principal est de réussir à former des grains équiaxes qui présentent des propriétés mécaniques isotropes. La formation de grains équiaxes nécessite de faibles gradients de température qui sont parfois difficiles à obtenir, même en faisant varier les paramètres du procédé. L'injection de nanoparticules dans le bain liquide est l'une des stratégies permettant de favoriser la transition de la microstructure colonnaire à la microstructure équiaxe (1). En effet, les nanoparticules agissent comme des sites de nucléation hétérogène.

Dans ce travail, nous avons développé des simulations de dynamique moléculaire (DM) afin de suivre les processus élémentaires au cours de la solidification d'échantillons de cuivre (Cu) pur polycristallins en présence de nanoparticules de tungstène (W). Cette approche s'appuie sur les méthodes développées lors d'une précédente étude par DM de la solidification directionnelle rapide de Ni pur (2). Dans le système Cu-W, nous avons observé que l'interface solide/liquide est perturbée lorsqu'elle rencontre les nanoparticules de W. En effet, les nanoparticules de W épinglent les joints de grains lorsqu'elles se trouvent à proximité, à la manière d'un épinglage Zener. De plus, la nucléation hétérogène du Cu à partir des surfaces des inoculants de W donne lieu à des grains équiaxes pour des températures inférieures à celles associées à la nucléation homogène, facilitant ainsi la transition colonnaire à équiaxes.

Références :

- (1) J. H. Martin, B. D. Yahata, J. M. Hundley, J. A. Mayer, T. A. Schaedler et T. M. Pollock, *Nature*, 2017, 549, 365-369. doi : 10.1038/nature23894
- (2) Q. Bizot, O. Politano, V. Turlo et F. Baras, *Materialia*, 2023, 27, 101639. doi : 10.1016/j.mtla.2022.101639

*Intervenant

Hybrid *ab initio*-machine learning simulations of dislocation defect interaction.

Petr Grigorev * ¹, Thomas Swinburne

¹ Centre Interdisciplinaire de Nanoscience de Marseille (CINaM) – Aix Marseille Université : UMR7325 / UPR3118, Centre National de la Recherche Scientifique : UMR7325 / UPR3118 – CINaM-CNRS
Campus de Luminy Case 913 13288 Marseille Cedex 9, France

Understanding and optimizing dislocation behaviour by characterising dislocation interaction with point defects is a central topic in computational metallurgy. For this task, *ab initio* calculations, specifically density functional theory (DFT), are essential to capture dislocation core structures and complex bonding to impurity elements. However, the computational cost of DFT typically scales with the number of atoms as for metallic systems, which limits its direct applicability to the study of extended defects. Lack of *ab initio* data for dislocations means that interatomic potentials governing large scale MD simulations are always used in the extrapolation regime. On top of that, it is extremely challenging to estimate the accuracy and reliability of such simulations since there is no reference data.

Within this presentation I will describe how hybrid QM/ML methods can be used to study unfeasibly large systems with *ab initio* accuracy. The method is applied to study interaction of screw dislocations with defects in tungsten. The main goal is to directly estimate the unpinning stress of a dislocation from a defect. I will also discuss how this QM/ML data can be used to test and improve modern machine learning interatomic potentials.

*Intervenant

Modelling the effect of deformation on the bainite transformation kinetics

Imed-Eddine Benrabah ^{*†} ¹, Arina Deboer , Guillaume Geandier , Hugo Van Landeghem , Sébastien Allain , Yves Bréchet , Christopher Hutchinson , Hatem Zurob

¹ Institut Jean Lamour – Institut de Chimie du CNRS, Université de Lorraine, Centre National de la Recherche Scientifique – France

The bainitic transformation has been an important area of study for several decades within the scientific community, as it plays a crucial role in developing steels with superior mechanical properties. Plastic deformation can significantly affect the kinetics of bainitic transformation. Ausforming, where austenite is plastically deformed before the bainitic transformation, has been shown to play an important role in developing new grades of bainitic steels with unique properties. However, the effect of ausforming on the bainitic transformation is not yet fully understood, and various theories exist in the literature. To explore the growth kinetics of plate-like ferrite, including bainite, at temperatures above the M_s temperature, a model was developed. This model takes into account both long-range diffusion of carbon and interfacial disconnection motion to describe the bainite growth kinetics. The model was validated using existing literature and was then extended to investigate the effect of deformation on the bainitic transformation. To explore this effect, experiments were conducted using high-energy X-ray diffraction. The results indicate that ausforming accelerates the onset of the transformation but slows it down in later stages. On the other hand, applying deformation during the transformation seems to accelerate the overall kinetics of the bainitic transformation.

*Intervenant

†Auteur correspondant: imed-eddine.benrabah@univ-lorraine.fr

Modélisation de la bainite par automate cellulaire

Guichard Hugo ^{*† 1,2,3}, Victor De Rancourt ¹, Sabine Denis ^{2,3}, Benoît Appolaire ^{2,3}

¹ VALDUC – Direction des Applications Militaires – France

² Institut Jean Lamour – Institut de Chimie du CNRS, Université de Lorraine, Centre National de la Recherche Scientifique – France

³ Labex DAMAS – Université de Lorraine – France

Etudiés depuis près d'un siècle, les aciers bainitiques sont prisés pour allier résistance mécanique et ténacité élevées. Ils sont ainsi particulièrement utilisés dans les industries navales et nucléaires. Bien que le siècle passé ait apporté énormément de connaissances concernant la bainite (1), certaines zones d'ombre subsistent. En particulier, le rôle des contraintes internes lors de la transformation reste à éclaircir (2). Leur prise en compte dans un modèle à champs moyens suppose l'ajout de paramètres dont le calibrage et l'interprétation constituent une difficulté majeure. Ces modèles peinent en effet à rendre compte de la complexité du champ de contraintes dans un polycristal multiphasé.

Cette étude vise donc à modéliser la formation de bainite dans un polycristal austénitique en couplant un automate cellulaire à un solveur élasto-viscoplastique. Le modèle développé est optimisé pour les calculs de microstructures en trois dimensions, comprenant un nombre représentatif de grains austénitiques. La description de la morphologie de la bainite est restreinte à la description des blocs décrits par des ellipsoïdes. Leur géométrie et directions de croissance sont choisies à partir de la théorie phénoménologique de la transformation martensitique (3), le choix du variant cristallographique étant dicté par le champ de contrainte généré. Les lois de germination et croissance et sont adaptées à partir de modèles de germination autocatalytique (4-5) ou de diffusion (6-7) de la littérature. La partition du carbone est considérée à partir de la conservation de la masse et de conditions thermodynamiques hors équilibre à l'interface.

La calibration des paramètres du modèle sera discutée afin de prédire au mieux les cinétiques de transformation bainitiques obtenues expérimentalement (essais de dilatométrie en conditions isothermes) ainsi que les caractéristiques microstructurales.

(1) H.K.D.H. Bhadeshia, *Bainite in Steels - Transformations, Microstructure and Properties*, IOM Com. Ltd, 2001.

(2) N. Takayama; G. Miyamoto; T. Furuhashi *Acta Mater.*, 2012, vol. 60, no 5, 2387-2396.

(3) V. Raghavan; M. Cohen *Metall. Trans.*, 1971, vol. 2, no 9, p. 2409-2418

(4) M. Wechsler; D. Lieberman; T. Read *Trans. Am. Inst. Min. Metall. Eng.*, 1953, vol. 197, no 11, p. 1503-1515.

(5) G. I. Rees; H. K. D. H. Bhadeshia *Mater. Sci. Technol.*, 1992, vol. 8, no 11, p. 985-993.

*Intervenant

†Auteur correspondant: hugo.guichard@univ-lorraine.fr

- (6) M. Hillert; A. Borgenstam; J. Ågren *Scr. Mater.*, 2010, vol. 62, no 2, p. 75-77
- (7) L. Leach; J. Ågren; L. Höglund; A. Borgenstam *Metall. Mater. Trans. 2019, A*, vol. 50, no 6, p. 2613-2618

Modèle de Monte-Carlo cinétique appliqué à la maturation des alliages d'aluminium 6000

Christophe Sigli * ¹

¹ Constellium Technology Center – Constellium – France

Un modèle de Monte-Carlo cinétique à temps de résidence a été développé afin de décrire la précipitation en amas qui a lieu lors de la maturation des alliages d'aluminium 6000 pour application automobile. Le modèle utilise comme données d'entrée les coefficients de diffusion des solutés, les interactions (paires, triplets, ...) entre les solutés (Mg, Cu et Si) et les interactions entre ces solutés et une lacune. Ces interactions sont calculées à l'aide du logiciel ab-initio Quantum Espresso (<https://www.quantum-espresso.org/>). Certaines de ces interactions ont été ensuite ajustées plus finement pour reproduire au mieux les mesures expérimentales de l'évolution de la limite d'élasticité en fonction du temps de maturation. Le modèle de durcissement utilisé relie empiriquement la limite d'élasticité à l'enthalpie d'ordre à courte distance calculée par le Monte-Carlo cinétique à chaque instant. Des exemples de simulation seront présentés et comparés à des mesures expérimentales. Le modèle permet, entre autres, de simuler l'impact d'un pré-revenu ou l'impact de la température ambiante sur la cinétique de maturation en fonction de la composition de l'alliage. Il est prévu dans le futur de remplacer le modèle empirique de durcissement utilisé par un modèle d'interaction dislocation-amas.

*Intervenant

Stability and heterophase fluctuations in the bcc Ti-Zr-Nb system via *ab initio* calculations

Sally Issa ^{* 1}, Hakim Amara ², Guy Tréglia ¹, Céline Varvenne^{† 1}

¹ Centre Interdisciplinaire de Nanoscience de Marseille – Aix Marseille Université, Centre National de la Recherche Scientifique, Aix Marseille Université : UMR7325 / UPR3118, Centre National de la Recherche Scientifique : UMR7325 / UPR3118 – France

² Université Paris-Saclay, ONERA, CNRS, Laboratoire d'étude des microstructures (LEM) – ONERA, Université Paris-Saclay, Centre National de la Recherche Scientifique – France

Refractory high entropy alloys (RHEAs) having a bcc structure are of great current interest because of their excellent mechanical properties retained up to elevated temperatures. Some of them also show some transformation-induced plasticity, which call for a better understanding of their stability. Selecting the Ti-Zr-Nb system as a model alloy for group IV and V RHEAs mixing both hcp and bcc elements, we perform *ab initio* calculations on dilute to high concentration equiatomic alloys of this system, to get insights on their phase stability. Vacancy calculations versus alloy composition are also considered, as important defects existing in materials responsible for diffusion processes, and possibly influencing phase stability.

In the *dilute limit*, we show that the least substitutional contraction center introduced in the bcc Ti or Zr matrix induces a phase transition towards a more compact hcp or ω phase. This is understood using local analysis of both electronic and atomic structures; the latter agrees well with diffraction experiments. Such point defects will thus introduce important heterophase fluctuations at finite temperature, which might explain the appearance of ω phase in some concentration domains of binary Ti-Nb, Zr-Nb and Ti-Zr alloys (1).

For *high concentration cases*, phase stability is studied by considering both ordered and disordered alloys (generated as special quasi random structures). Random alloys are always more stable, and depending on alloy composition, several instabilities involving Burgers and Cook's mechanisms are observed for the hcp and ω structures. The bcc stability zone is identified as rather extended in alloy composition, due to very large local lattice distortions (2). Computation of the appropriate local order parameter shows that these bcc equiatomic alloys intrinsically comprise ω hetero-phase fluctuations, a behavior in close connection with the TRIP effect (3). Finally, vacancies are seen to enhance these phase fluctuations; an anomalous diffusion that is typical of bcc alloys (4) is thus expected in such RHEAs.

(1) S. Issa, H. Amara, G. Tréglia and C. Varvenne, *Point-defect induced phase transition in bcc Ti and Zr*, in preparation (2023),

(2) G. D. Samolyuk et al., Phys. Rev. Lett. 126, 025501(2019),

(3) Y. Ikeda et al., NPJ Comp. Mater. 34 (2021),

(4) C. Herzig and U. Köhler, Mat. Sci. For. 15, 301-322 (1987).

*Intervenant

†Auteur correspondant: celine.varvenne@cnrs.fr

DIGIMU® 5.0 : Evolution des particules de seconde phase, des sous-joints de grains et modélisation de la recristallisation dynamique continue

Pascal De Micheli ^{*†} , Karen Alvarado ¹ , Victor Grand ¹ , Marc Bernacki[‡] ¹

¹ Centre de Mise en Forme des Matériaux – Mines Paris - PSL (École nationale supérieure des mines de Paris), Centre National de la Recherche Scientifique – France

DIGIMU, logiciel issu des travaux du CEMEF MINES PARIS PSL et commercialisé Transvalor, a pour but de proposer une simulation haute-fidélité des évolutions microstructurales à l'échelle du polycristal. La prise en compte directe de la microstructure rend la modélisation plus physique et plus compréhensible, complément idéal des études expérimentales. DIGIMU 5.0, disponible fin 2023, permettra de se rapprocher encore plus de la complexité des phénomènes métallurgiques rencontrés dans différents alliages et procédés industriels.

Modéliser les évolutions de l'état de précipitation dans le polycristal

Dans DIGIMU 4.0, les particules de seconde phase (SPP) étaient supposées statiques au cours de la simulation. Dans DIGIMU 5.0, leurs interfaces sont modélisées par des fonctions level-set afin de pouvoir simuler de manière couplée les évolutions de plusieurs populations de particules et des joints de grains. Une routine utilisateur permet de définir les lois d'évolution de ces particules au niveau local: la vitesse radiale de l'interface, le taux de germination et le rayon de germination peuvent être définis en fonction de paramètres physiques (température, rayon, fraction et fraction d'équilibre de SPP...) ou phénoménologiques (temps de simulation par exemple). Si l'utilisateur dispose d'un modèle adapté et identifié pour son matériau, il peut l'implémenter dans le logiciel. Des exemples de traitements thermiques sur différents super-alliages seront présentés, avec comparaisons entre les résultats numériques et les données expérimentales.

Modéliser les évolutions des sous-joints de grains et la recristallisation dynamique continue (CDRX)

Dans DIGIMU 4.0, seuls les joints de grains fortement désorientés étaient modélisés, les sous-joints de grains étant négligés. Si une telle hypothèse est acceptable dans le cadre de la modélisation des mécanismes de recristallisation dynamique ou statique discontinues, elle n'est pas conciliable avec les matériaux à haute énergie de défaut d'empilement où les mécanismes de CDRX sont généralement prépondérants. DIGIMU 5.0 simule la migration de joints de grains d'énergie différente calculée en fonction de leur désorientation cristallographique. Cette fonctionnalité a été associée à une adaptation en champ complet du modèle de recristallisation continue de Gourdet-Monteillet. Le modèle de CDRX proposé est lui aussi défini dans une routine utilisateur, modifiable par l'utilisateur. Des exemples seront donnés pour un alliage de Zirconium, avec comparaison des résultats numériques aux données expérimentales.

*Intervenant

†Auteur correspondant: pascal.demicheli@transvalor.com

‡Auteur correspondant: marc.bernacki@minesparis.psl.eu

Conclusion

Les nouvelles fonctionnalités de DIGIMU 5.0 permettent de considérer de nouveaux matériaux et mécanismes: traitements thermiques autour de la température de solvus avec évolution des SPP, et modélisation de la CDRX pour des aciers inoxydables ferritiques, des alliages d'aluminium et de zirconium. Associées à des outils d'analyse tels que le tracé d'histogrammes, de figures de pôles, ou de courbes caractéristiques, elles font de DIGIMU l'outil idéal pour épauler les métallurgistes dans leur travail académique et industriel, ou pour former des étudiants lors de travaux pratiques dédiés à la compréhension et la prédiction des mécanismes métallurgiques à l'œuvre lors de la mise en forme des matériaux métalliques.

Modélisation et simulation 3D de la fusion d'alliages de titane lors du procédé de refusion par plasma d'arc en creuset froid (PAMCHR)

Widad Ayadh ^{*† 1,2}, Jean-Pierre Bellot ^{‡ 1}, Jean-Sébastien Kroll-Rabotin ¹,
Camille Pineau ^{§ 2}, Jérôme Delfosse ^{¶ 3}, Amandine Cardon ³, Alessia Biagi ⁴,
Stéphane Hans ^{|| 4}

¹ Labex DAMAS – Université de Lorraine – France

² Institut de recherche technologique Matériaux Métallurgie et Procédés – Institut de recherche
technologique Matériaux Métallurgie et Procédés – France

³ Safran Tech – SafranTech, , Materials – France

⁴ ERAMET – Aubert et Duval – France

La refusion par plasma d'arc (PAMCHR : *Plasma Arc Melting and Cold Hearth Refining*) est un procédé de refusion et d'affinage en creuset froid utilisé pour le recyclage des alliages de titane. Il doit garantir l'élimination des inclusions (principalement nitrures, ou particules de métaux réfractaires comme Mo ou WC) pour des raisons évidentes de sécurité aérienne. L'étude s'inscrit dans le cadre collaboratif du projet Tiare entre IRT-M2P, SAFRAN, AUBERT&DUVAL, avec sa filiale EcoTitanium et l'Institut Jean Lamour de Nancy, pour la maîtrise du recyclage des alliages de titane pour développer la filière Titane française pour application aéronautique par fusion PAMCHR.

Le procédé PAMCHR se décompose en trois principales parties. La première est l'apport de la charge d'alimentation (copeaux à recycler, éponges de Ti, alliages mères ...) et sa fusion dans un premier creuset sous l'effet d'une première torche à plasma. La deuxième partie est l'affinage du métal liquide au sein du(es) creuset(s) d'affinage. Enfin, le métal liquide est versé continûment dans la lingotière où l'alliage se solidifie.

Le travail engagé dans la thèse de L. Décultot (1), qui était consacré à l'affinage, est poursuivi en modélisant la première étape de fusion de la charge. Le modèle prend en compte les effets enthalpiques importants liés au chauffage jusqu'à la température de fusion et au changement de phase, et permet ainsi la description de l'ensemble des mécanismes thermo-hydrauliques au sein des creusets du four PAMCHR. Un bilan d'énergie global apporte une évaluation des différents postes thermiques du procédé PAMCHR. L'ensemble de ces modélisations sont implémentées grâce à l'utilisation des fonctions utilisateurs (*User Defined Functions*) dans le logiciel CFD ANSYS-Fluent.

Les simulations fournissent une analyse précise de l'écoulement turbulent du métal liquide qui est imposé par le mouvements périodiques des torches à plasma au-dessus du bain. Pour com-

*Intervenant

†Auteur correspondant: widad.ayadh@univ-lorraine.fr

‡Auteur correspondant: jean-pierre.bellot@univ-lorraine.fr

§Auteur correspondant: camille.pineau@irt-m2p.fr

¶Auteur correspondant: jerome.delfosse@safrangroup.com

||Auteur correspondant: stephane.hans@aubertduval.com

pléter cette analyse, une simulation de la Distribution des Temps de Séjour (DTS) est fournie en utilisant le cuivre comme traceur.

Le modèle est appliqué au four PAMCHR à l'échelle pilote utilisé à IRT-M2P pour comparer et valider les simulations numériques à l'expérience, et ensuite celui-ci sera appliqué au four d'échelle industrielle Ecotitanium.

(1) J. P. Bellot *et al.*, "Numerical Simulation of the Plasma Arc Melting Cold Hearth Refining Process (PAMCHR)," *Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science*, vol. 51, no. 4, pp. 1329–1338, Aug. 2020, doi: 10.1007/s11663-020-01866-0.

Modélisation des champs thermiques durant le soudage FSW et de la dureté après revenu post-soudage de l'alliage 2050-T34

Denis Carron ^{*† 1}, Sébastien Galisson ², Nathan Demazel ¹, Eric Feulvarch ³, Gilles Surdon ⁴

¹ Institut de Recherche Dupuy de Lôme, Lorient, France – Université Bretagne Sud, UMR CNRS 6027 – France

² Institut de Recherche Dupuy de Lôme, Lorient, France – Université Bretagne Sud, UMR CNRS 6027 – France

³ LTDS, UMR CNRS 5513, Saint-Etienne, France – Université de Lyon, Ecole Centrale de Lyon, LTDS – France

⁴ Dassault Aviation – Dassault Aviation, F-33701 Mérignac, France – France

Le soudage par friction malaxage est un procédé permettant l'assemblage d'alliages d'aluminium de la série 2000 très utilisés dans le domaine aéronautique et qui pourrait à terme remplacer le rivetage. Pour une meilleure maîtrise du procédé, les outils de simulation numérique doivent être capables de décrire l'histoire thermo-mécanique dans le matériau (1) et de prendre en compte les variations de l'état de précipitation et leur conséquences mécaniques, le tout avec des temps de calcul raisonnables. Cette étude concerne spécifiquement la modélisation des champs thermiques durant le soudage FSW et de la dureté après revenu post-soudage de l'alliage 2050-T34. Des essais de soudage instrumentés en microthermocouples ont été réalisés et ont permis la validation des champs de températures simulés avec le code ESI Sysweld. Malgré des cycles thermo-mécaniques très différents dans les différentes zones du joint soudé, le profil de dureté du joint soudé ne présente que de faibles variations. Cependant, suite au traitement de revenu, la dureté est nettement plus faible dans le noyau que dans le reste du joint soudé. Cela est lié à la faible densité de dislocations présentes qui ralentit la cinétique de précipitation de la phase durcissante T1(2). Dans cette étude un modèle à variables internes est utilisé pour simuler la dureté après revenu (3). Le modèle est adapté au traitement de revenu post-soudage de l'alliage 2050-T34 et est étalonné à l'aide d'essais expérimentaux dédiés et de données issues de la littérature (4). Les résultats obtenus sont discutés et comparés aux mesures expérimentales.

Références :

- (1) H. Robe and al., International Journal of Mechanical Sciences, 155 (2019) 31-40.
- (2) B. Malard et al., Acta Materialia, 101 (2015) 90-100.
- (3) Y. Li et al., Materials & Design, 183 (2019) 108-121.
- (4) S. Galisson et al., Crystals (2022), 12, 1543. <https://doi.org/10.3390/cryst12111543>

*Intervenant

†Auteur correspondant: denis.carron@univ-ubs.fr

Distribution et rôle du carbone dans les transformations de phase des aciers bainitiques mésoségrégés

Marion Bregeault * ¹, Hugo Van Landeghem ¹, Muriel Véron ¹, François Roch

¹ Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés – Institut de Chimie du CNRS, Centre National de la Recherche Scientifique, Université Grenoble Alpes, Institut polytechnique de Grenoble - Grenoble
Institute of Technology – France

Les pièces de forge utilisées pour les composants primaires des réacteurs nucléaires présentent une structure chimique hétérogène de méso-ségrégations héritées de la solidification (ségrégation à l'échelle des grains équiaxes). Les variations de composition en éléments substitutionnels persistent au cours de l'histoire thermomécanique et forment une structure en filets qui constitue la toile de fond des transformations de phases. Ce travail présente l'évolution de la distribution du carbone au cours des étapes thermiques du matériau. Celle-ci est mesurée à la microsonde de Castaing (EPMA) et modélisée à l'aide de calculs d'équilibre et de diffusion. A l'échelle des filets (100-500 μm), la teneur en carbone est homogénéisée pendant l'austénitisation, puis reste homogène à l'état brut de trempe. A l'échelle de la microstructure bainitique (5-10 μm), en revanche, la distribution évolue au cours du refroidissement. L'interaction de cette évolution avec les conditions de refroidissement (vitesse de trempe, composition en substitutionnels, taille de grains) et son influence sur les cinétiques de transformations de phases en refroidissement continu (stabilisation locale de l'austénite non-transformée, taille des carbures) est quantifiée grâce à des mesures de diffraction des rayons X in-situ sur des matériaux à gradient en synchrotron. L'influence sur la microstructure finale obtenue est aussi analysée. Enfin, une migration du carbone a lieu à l'échelle des filets pendant le revenu, se traduisant par un enrichissement significatif en carbone des zones ségréguées et une augmentation locale de la densité de carbures.

*Intervenant

Développement d'une méthodologie combinant numérique et expérimental pour prédire les déformations lors de la fabrication d'une pièce mécanique

Oriane Baulin ^{*† 1}, Marc Buvron ¹, Pierre Krumpipe ¹, Mathieu Girinon ¹, Florian Demangeot ¹, Eric Nivet ¹, Julien Delgado ¹

¹ Centre Technique des Industries Mécaniques – Centre Technique des Industries Mécaniques - Cetim (FRANCE) – France

La thématique des déformations d'une pièce mécanique lors de sa fabrication est un problème transverse. Ces dernières sont régulièrement détectées en fin de chaîne de fabrication, après l'étape d'usinage, qui est révélatrice de l'historique thermique/mécanique/métallurgique. Ainsi, il est difficile d'identifier l'étape responsable de la génération des déformations et de définir des actions correctives pertinentes.

La fiabilisation d'une gamme de fabrication permet une diminution des rebuts induisant une meilleure productivité, empreinte carbone, ... De plus, pour optimiser la gamme de fabrication, l'utilisation de la simulation numérique permet de définir la configuration optimale en réalisant moins d'essais donc en utilisant moins de matière et d'énergie, tout en gagnant du temps.

Dans le cadre d'un projet mené au CETIM visant à définir et mettre en œuvre une méthodologie couplant numérique et expérimental dans le but d'anticiper les déformations, le logiciel FORGE a été utilisé pour réaliser la simulation d'un procédé de fabrication intégrant les étapes de forgeage, traitement thermique et d'usinage. Afin de tester plusieurs paramètres, différentes géométries de pièces, ainsi que différents matériaux et traitements ont été étudiés, regroupés en trois cas concrets :

- *Un arbre de direction en acier 42CrMo4, laminé, traité et usiné*
- *Des éprouvettes Navy-C en acier 304L et acier 100CrMo7-3 traitées par trempe gaz, trempe à l'huile et bains de sels humides et secs*
- *Un serre-joint en acier 42CrMo4, forgé, ayant subi une trempe gaz et une trempe à l'huile froide*

En parallèle, des caractérisations approfondies sur l'acier 42CrMo4 ont été menées, comme l'étude de la dilation ainsi que des propriétés mécaniques des différentes phases ou encore de la plasticité de transformation. Ainsi, au regard des éléments ci-dessus, la pertinence de la méthodologie a pu être vérifiée expérimentalement, ainsi que l'influence de l'utilisation de données matériaux fiables.

*Intervenant

†Auteur correspondant: oriane.baulin@cetim.fr

Full Field model to predict microstructures in precipitate strengthened alloys

Mathilde Eymann ^{*† 1}, Michel Perez ¹, Thomas Elguedj ², Thibaut Chaise ², Pierre-Antoine Geslin ¹

¹ Matériaux, ingénierie et science [Villeurbanne] – Université Claude Bernard Lyon 1, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Centre National de la Recherche Scientifique – France

² Laboratoire de Mécanique des Contacts et des Structures [Villeurbanne] – Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Centre National de la Recherche Scientifique, Centre National de la Recherche Scientifique : UMR5259 – France

The precipitation of a secondary phase in an alloy can lead to significant strengthening, especially in aluminum and nickel alloys, widely used in the transport industry. It is therefore essential to predict the precipitation state of these alloys and its influence on the mechanical properties, as function of their thermal history which can be complex in the case of specific processes such as additive manufacturing or welding . In this framework we develop a numerical approach modeling the microstructural evolution of precipitate strengthened alloys such as Al-Sc and Inconel 718. It is a full field model where precipitates are represented with shape function (see Fig.1.a). It is based on the following ingredients : (i) the classical nucleation theory to nucleate new precipitates, (ii) Gibbs-Thomson condition imposed at the interface of the precipitates, (iii) spatio-temporal integration of the non- stationary diffusion equation, (iv) a mass balance at the surface of precipitates to compute their growth rate.

This model relies on two different description for the precipitates: continuous and discrete on the numerical grid. A special care has been brought to ensure mass conservation of solutes while using this dual description. This approach allows to overcome the limitations of mean field model for precipitation by including spatial representation of precipitates and a non-stationary evolution of the solute field. Moreover this model does not rely on a diffuse description of the interfaces and is thus numerically more efficient than phase field approaches, allowing to simulate more significant volumes containing ~ 10000 precipitates.

Eventually, the microstructures obtained with the simulations will be used in a dislocation dynamics code to model the interactions between dislocations and precipitates. This model will allow us to deduce the elastic limit from a non idealized microstructure.

*Intervenant

†Auteur correspondant: mathilde.eymann@gmail.com

Etudier la plasticité des métaux et alliages depuis l'échelle atomique : pourquoi, comment, et pour quels résultats?

David Rodney * ¹

¹ Institut Lumière Matière (ILM) – CNRS : UMR5306, Université Claude Bernard - Lyon I (UCBL) – UMR5306 CNRS Université Claude Bernard Lyon 1 Domaine Scientifique de La Doua Bâtiment Kastler, 10 rue Ada Byron 69622 Villeurbanne CEDEX, Franc, France

La plasticité macroscopique des métaux et alliages provient du mouvement collectif d'un très grand nombre de dislocations. Ce processus est intrinsèquement multi-échelles, partant de l'échelle atomique des coeurs de dislocations et allant jusqu'à l'échelle de la microstructure. Sa modélisation demande de chaîner des méthodes de simulation à différentes échelles, allant de calculs de structure électronique pour décrire les propriétés de coeur des dislocations jusqu'aux simulations par éléments finis à l'échelle des grains, en passant par les échelles intermédiaires de la dynamique moléculaire et de la dynamiques des dislocations. Dans cet exposé, j'attacherai une attention particulière au durcissement par solution solide, un processus métallurgique très classique qui a été remis au premier plan par le développement des alliages concentrés à haute entropie. Les solutés peuvent affecter les dislocations à différents niveaux, de leur structure de coeur à leur glissement à longue distance, en fonction de l'alliage considéré, de la position des solutés (interstitielle ou substitutive), de la concentration, de l'ordre à courte portée, ... Je montrerai notamment comment des calculs de structure électronique ont montré que des solutés interstitiels peuvent induire une reconstruction des coeurs de dislocations, réduisant considérablement leur mobilité. À plus grande échelle, nous verrons comment la dynamique des dislocations permet d'étudier la plasticité dans des solutions solides aléatoires, en tenant compte des corrélations spatiales émergeant à la fois des solutés et des interactions à longue portée de long des dislocations.

*Intervenant

Formation de joints de grains lors de la solidification polycristalline

Damien Tourret * ¹

¹ Institute IMDEA Materials [Madrid] – Espagne

Les joints de grains (GB pour *Grain Boundaries* en anglais) ont une influence cruciale sur le comportement mécanique des matériaux, par exemple par leurs interactions particulières avec les dislocations et macles, ou en donnant lieu à des régions ségréguées en soluté dans les alliages. Les GB évoluent généralement à l'état solide à travers une série de post-traitements thermomécaniques complexes. Cependant, leur forme et leur existence initiales remontent souvent à l'étape initiale de solidification à partir de la phase liquide lors d'un procédé de solidification (coulée, soudage, fabrication additive, etc.). L'importance des GB est clairement reconnue à l'échelle macroscopique (e.g. effet Hall-Petch), et la compétition de croissance des grains est déjà utilisée dans la conception de composants technologiques (e.g. sélecteurs de grains dans les aubes de turbine monocristallines). Cependant, notre compréhension de la sélection des GB lors de la solidification polycristalline reste, au mieux, qualitative, et un certain nombre de questions restent sans réponse.

Nous aborderons ici la compétition de croissance des grains lors de la solidification (cellulaire ou dendritique), principalement à l'échelle du GB individuel. À l'aide de simulations de champ de phase (PF pour *Phase Field*) quantitatives, étayées par des observations expérimentales, nous discuterons des mécanismes sous-jacents à la sélection dynamique de GB dans la solidification. Nous montrerons que la sélection de GB lors de la croissance polycristalline est non déterministe et qu'elle est beaucoup plus complexe que l'image classique basée uniquement sur l'orientation cristallographique des grains par rapport au gradient de température (1). Nous montrerons que les résultats PF peuvent être utilisés pour calibrer les paramètres numériques utilisés dans les modèles multi-échelles (2). Enfin, nous discuterons de la sélection et de la stabilité morphologique des GB en trois dimensions, sur la base d'observations d'expériences en microgravité et de simulations PF correspondantes (3).

Les simulations quantitatives, désormais réalisables à des échelles de longueur et de temps pertinentes, ont apporté de nouvelles informations sur la sélection de l'orientation GB lors de la solidification polycristalline. Cependant, il reste encore beaucoup à explorer, en particulier lorsque l'on considère les polycristaux tridimensionnels massifs.

(1) D. Tourret, et al. *Acta Materialia* 122, 220-235 (2017)

(2) A. Pineau, et al. *Acta Materialia* 155, 286-301 (2018)

(3) Y. Song, F.L. Mota, D. Tourret, K. Ji, B. Billia, R. Trivedi, N. Bergeon & A. Karma. *Cell invasion during competitive growth of polycrystalline solidification patterns*. *Nature Communications*, *in press*.

*Intervenant

Défis dans la décarbonation de fonte ductile à Saint-Gobain PAM

Neill McDonald ^{*†} ¹, Ludovic Hericher ¹, Fabien Bruneseaux ¹

¹ Saint-Gobain PAM Canalisation – Entreprise privée – France

Saint-Gobain PAM, société créée en 1856, produit des systèmes complets de canalisation en fonte ductile pour les marchés d'eau. Afin de fabriquer de la fonte, divers outils de fusion sont utilisés, notamment des hauts-fourneaux (80% de la production) et des cubilots. Le métal est ensuite transformé dans des machines de centrifugation ou les procédés de fonderie. Soucieux de réduire son impact environnemental, en particulier ses émissions de CO₂, PAM a lancé un programme ambitieux pour modifier ou remplacer ses outils de fusion.

Or, il y a un lien fort entre le procédé de fusion, les matières premières employées et les propriétés du produit final. La fonte ductile est un matériau métallique performant obtenu grâce à la présence de graphite sous forme sphéroïdale ainsi qu'un contrôle strict des phases métallurgiques présentes. Ces deux conditions dépendent de plusieurs paramètres, notamment la chimie du métal, la présence ou non de certaines impuretés/oligo-éléments et les cycles thermiques.

Le passage d'une fonte de haut-fourneau, faite à partir de minerai et de coke, à une fonte " électrique " avec une part importante de ferrailles, présente des avantages mais aussi plusieurs défis. Côté avantage, l'utilisation de ferrailles permet de réduire l'extraction de minerai et son impact environnemental important. En termes de difficultés, il faut minimiser les impuretés afin d'empêcher la formation de phases nocives comme de la cémentite. Il est également nécessaire de limiter voire éliminer les variations brusques en chimie, même en restant dans les spécifications, afin de ne pas perturber la cadence des machines de transformation.

Ces défis seront présentés dans le contexte spécifique de la fonte et de l'évolution des outils de fusion à PAM.

*Intervenant

†Auteur correspondant: neill.mcdonald@saint-gobain.com

Optimisation de l'utilisation des terres rares lourdes dans le recyclage en voie courte des aimants NdFeB

Gatien Bacchetta ^{*† 1}, Sorana Luca , Cyril Rado , Jean-Paul Garandet

¹ CEA Tech en régions – Univ. Grenoble Alpes, CEA-LITEN – France

Les aimants NdFeB sont des matériaux riches en terres rares, essentiels aux technologies de la mobilité électrique, l'électronique moderne et la production d'électricité bas carbone. Pour répondre à la demande en forte croissance et aux enjeux de criticité des terres rares, les projections montrent qu'il est nécessaire de pouvoir recycler efficacement les aimants contenus dans les différents équipements en fin de vie.

Il existe actuellement plusieurs voies de recyclage des aimants : i) la voie longue, qui consiste à extraire par des procédés chimiques les différents éléments contenus dans les aimants et ii) la voie courte qui consiste à utiliser l'aimant en fin de vie pour fabriquer des nouveaux aimants. Parmi les différents procédés de recyclage d'aimants en voie courte, le procédé mis en œuvre dans cette étude consiste à réduire, par décrépitation à l'hydrogène et broyage par jet de gaz (jet-mill), les aimants en fin de vie en poudre, qui sera par la suite utilisée pour fabriquer de nouveaux aimants. Cependant dans les méthodes proposées actuellement, les terres rares lourdes (TRL) contenues dans les aimants ne sont pas utilisées de manière optimale.

L'objet de cette étude est de proposer une approche innovante d'utilisation efficace des TRL contenues dans les aimants en fin de vie. La méthode utilisée est basée sur le co-frittage d'un mélange de poudres visant à localiser les TRL en périphérie des grains magnétiques là où le retournement de l'aimantation s'initie. Cette méthode permet de conserver une rémanence élevée et d'obtenir une bonne coercitivité en utilisant une faible quantité de TRL. Ainsi, un aimant en fin de vie est utilisé pour fabriquer plusieurs nouveaux aimants, avec des performances magnétiques compatibles avec des systèmes de la mobilité électrique.

Des aimants d'éoliennes contenant différents teneurs en TRL ont été utilisés comme matière entrante dans le procédé de recyclage. Ils ont été réduits en poudre grossière par décrépitation à l'hydrogène puis broyés au jet-mill avant d'être mélangés à une poudre sans TRL. Les poudres compactées ont été densifiées sous vide à des températures allant de 950°C à 1050°C. Les aimants denses ont subi un traitement thermique de recuit afin de développer une microstructure adaptée à l'augmentation de la coercitivité. L'étude a mis en évidence l'influence des paramètres du procédé : température de frittage, température de recuit et taux de mélange, sur les propriétés magnétiques des aimants ainsi obtenus. Afin d'optimiser la localisation des TRL en périphérie des grains magnétiques, les poudres riches en TRL ont été broyées à une granulométrie plus fine que les poudres sans TRL, afin de réduire les distances de diffusion.

Les résultats expérimentaux ont été corrélés à ceux de simulations numériques par éléments finis de la diffusion du Dy, permettant de relier les données existantes en termes de coefficients de diffusion aux microstructures obtenues. La faisabilité d'un tel procédé de recyclage est discutée

*Intervenant

†Auteur correspondant: gatien.bacchetta@cea.fr

au regard des résultats obtenus et des contraintes imposées par le recyclage des aimants en fin de vie.

Substitution du cobalt par un alliage nickel-bore dans les carbures cémentés.

Fabienne Delaunois ^{*†} ¹, Alexandre Mégret , Veronique Vitry

¹ University of Mons (UMONS) – 20 Place du Parc 7000 Mons, Belgique

Dans le domaine des carbures cémentés, le cobalt est le liant le plus utilisé car il apporte la meilleure compatibilité avec le carbure de tungstène. Néanmoins, son utilisation soulève de nombreuses questions, tant économiques (prix fluctuant, ressources en Afrique) qu'éthiques (travail d'enfants dans les mines, santé). Son remplacement par un autre liant métallique est ainsi fortement étudié par la communauté scientifique, et le nickel apparaît comme un candidat potentiel. Son utilisation apporte néanmoins de nombreux problèmes comme des phases diminuant les propriétés mécaniques mais surtout sa température de frittage plus élevée que celle du cobalt. Une solution pour limiter cette température de frittage élevée est d'inclure une petite quantité de bore lors du mélange des poudres. En effet, le diagramme de phase nickel-bore possède une transformation eutectique, ce qui permet une réduction de la température de frittage. De meilleures propriétés mécaniques (dureté et ténacité) sont également observées par rapport à un échantillon ne contenant pas de bore.

*Intervenant

†Auteur correspondant: fabienne.delaunois@umons.ac.be

Alliage d'aluminium recyclé par voie solide : influence du traitement thermique pré-extrusion sur la formation d'oxydes

Théo Duchateau ^{*† 1,2}, Mathilde Laurent-Brocq ¹, Lola Lilensten ²,
Vladimir Esin ³, Clémence Pinot ^{1,2,4}, Erman Tekkaya ⁵, André Schulze ⁵

¹ Institut de Chimie et des Matériaux Paris-Est – Université Paris-Est Créteil Val-de-Marne - Paris 12,
Centre National de la Recherche Scientifique - CNRS – France

² Institut de Recherche de Chimie Paris – Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Paris - Chimie
ParisTech-PSL, Centre National de la Recherche Scientifique – France

³ Centre des Matériaux – Mines Paris - PSL (École nationale supérieure des mines de Paris), Centre
National de la Recherche Scientifique – France

⁴ Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique – Centre National de la Recherche Scientifique,
Nantes Université - École Centrale de Nantes – France

⁵ Technische Universität Dortmund [Dortmund] – Allemagne

La production de l'aluminium à partir de minerai est très énergivore, son recyclage a deux principaux avantages : économiser de l'énergie et utiliser des déchets. Actuellement, le recyclage des alliages à base d'aluminium de corroyage se fait en 2 étapes, des semi-produits sont élaborés par refusion puis ils sont mis en forme par déformation plastique. Le recyclage par voie solide a pour objectif de réduire la consommation énergétique pendant le recyclage en soustrayant l'étape de refusion. Les copeaux issus de procédés industriels sont compactés, recuits et extrudés (1). Dans ce travail, un tel procédé a été appliqué à des copeaux d'alliage d'aluminium 6060. Le matériau extrudé a ensuite été caractérisé et comparé à un matériau de référence élaboré par les méthodes conventionnelles. Un réseau d'oxydes de magnésium a été observé dans l'aluminium recyclé par voie solide. Il correspond aux anciens joints de copeaux. Ces oxydes limitent la bonne cohésion et induisent des pertes de propriétés mécaniques (2).

Pour améliorer le procédé, l'objectif est de limiter l'épaisseur de la couche d'oxydes en surface des copeaux tout au long des différentes étapes de recyclage. Cette étude se concentre sur les paramètres du recuit pré-extrusion pendant lequel la cinétique d'oxydation est rapide. Pour cela, une nouvelle gamme d'échantillons a été élaborée à partir de copeaux recuits à différentes températures et durées. La concentration moyenne d'oxygène est mesurée à chaque étape du procédé avec un analyseur par fusion réductrice. Les copeaux sont observés par spectroscopie de photoélectrons X (XPS) afin de caractériser leur couche d'oxydes. Les extrudés sont observés au microscope électronique à balayage (MEB) et au microscope électronique à transmission (MET) pour caractériser le réseau d'oxydes. Enfin, une méthodologie, en utilisant la spectroscopie dispersive en énergie (EDS), a été définie pour quantifier les anciens joints de copeaux dans les extrudés. Les résultats expérimentaux seront comparés aux modèles d'oxydation de la littérature.

Références :

(1) J. R. Duflou *et al.*, "Environmental assessment of solid state recycling routes for aluminium alloys: Can solid state processes significantly reduce the environmental impact of aluminium recycling?," *CIRP Ann Manuf Technol*, vol. 64, no. 1, pp. 37–40, 2015, doi: 10.1016/j.cirp.2015.04.051.

*Intervenant

†Auteur correspondant: theo.duchateau@cnrs.fr

(2) F. Kolpak, A. Schulze, C. Dahnke, and A. E. Tekkaya, "Predicting weld-quality in direct hot extrusion of aluminium chips," *J Mater Process Technol*, vol. 274, Dec. 2019, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2019.116294.

Outil graphique pour la réduction directe : description du point de fonctionnement du procédé Midrex NG

Thibault Quatravaux *† 1,2

¹ Institut Jean Lamour – LabEX DAMAS, Université de Lorraine, CNRS : UMR7198 – France

² anciennement ArcelorMittal Maizières Research SA – ARCELORMITTAL – France

La production d’acier est actuellement majoritairement produite par les usines sidérurgiques intégrées comprenant une cokerie, une unité d’agglomération et des hauts fourneaux nécessaires à l’obtention de la fonte. Ces procédés de transformation du minerai de fer en fonte sont les plus gros émetteurs de CO₂ de l’industrie sidérurgique, représentant 70 % des émissions totales. La réduction directe est la principale alternative aux usines intégrées pour produire de l’acier. Le minerai est réduit à l’état solide en présence d’un gaz réducteur obtenu généralement à partir de gaz naturel, permettant de diminuer les émissions de CO₂ d’environ 50 %. Les procédés de réduction directe, inventés dans les années 70, couvrent environ 8 % de la production totale.

L’objet de cette étude concerne la mise au point d’une méthodologie graphique pour décrire le point de fonctionnement du four Midrex NG, procédé de réduction directe qui représente 60 % de la production mondiale de minerai de fer pré-réduit.

Tout flux gazeux circulant au sein de l’unité industrielle est représenté sur un diagramme par un vecteur dont les composantes correspondent à différents ratios stœchiométriques entre le débit gazeux et la productivité de l’outil. Ce diagramme reporte aussi les contraintes thermodynamiques associées à la réduction des oxydes de fer mises en évidence dans le diagramme de Chaudron.

Du point de vue industriel, l’outil graphique peut aider à la surveillance et à l’optimisation du point de fonctionnement du procédé. A titre d’exemple, il permet de réaliser un diagnostic simple sur la cohérence des mesures des débitmètres et des analyseurs de gaz.

L’approche graphique étant plus intuitive qu’un modèle numérique équivalent, elle représente aussi un support favorisant le dialogue au sein d’une communauté de chercheurs, d’ingénieurs, de techniciens et d’opérateurs, dans le but de mieux comprendre le procédé et son optimisation. Enfin, cet outil peut être appliqué à la compréhension et à une meilleure définition du point de fonctionnement d’une unité Midrex. En ce sens, il présente aussi un intérêt pédagogique.

*Intervenant

†Auteur correspondant: thibault.quatravaux@univ-lorraine.fr

Comment augmenter l'efficacité du recyclage de l'aluminium ?

Bertrand Huneau ^{*† 1}, Thomas Corre ¹

¹ Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique – Centre National de la Recherche Scientifique, Nantes Université - École Centrale de Nantes – France

Depuis le milieu des années 1990, la production d'aluminium est en forte croissance, de l'ordre de 5%/an (1). L'aluminium étant au cœur de l'électrification dans les différents scénarios de transition énergétique (2), sa production devrait continuer à augmenter d'ici 2050. Le chiffre d'une croissance mondiale d'environ 3%/an est par exemple annoncé dans une étude récente (3). Dans ce contexte, il convient de s'interroger sur les leviers à disposition pour assurer cette production tout en diminuant son impact environnemental. Parmi les solutions envisagées pour améliorer globalement l'efficacité énergétique de la production d'aluminium, celle du recyclage est la plus efficace. Le recyclage de l'aluminium permet en effet de réduire l'énergie de production ainsi que les émissions de gaz à effet de serre jusqu'à 20 fois (4).

On présentera tout d'abord quelques scénarios prospectifs récents pour illustrer le fait que la part d'aluminium recyclé doit forcément augmenter dans la production totale (4-6).

On discutera ensuite de la faisabilité d'une augmentation du taux de recyclage de l'aluminium. Ceci nous amènera à présenter trois grands types de limites au recyclage pour analyser dans quelle mesure elles peuvent être repoussées :

- Les limites techniques liées à la collecte et au tri de l'ensemble des matériaux d'un produit, puis des différents métaux, jusqu'au tri des familles d'alliages d'aluminium ;
- Les limites métallurgiques qui interviennent quand on procède à la fusion de nuances d'alliages d'aluminium différentes (même issues d'une même famille) ;
- Les limites structurelles qui sont liées à l'augmentation de la production et qui rendent inefficace à long terme le recyclage, même avec un taux de recyclage de 100%, qui est une cible irréaliste mais aussi non optimale d'un point de vue énergétique.

En guise de conclusion, on pourra voir qu'une sobriété des usages est certainement le meilleur levier pour augmenter l'efficacité du recyclage de l'aluminium.

Références :

(1) <https://international-aluminium.org>

(2) IEA (2021), The Role of Critical World Energy Outlook Special Report Minerals in Clean Energy Transitions.

*Intervenant

†Auteur correspondant: bertrand.huneau@ec-nantes.fr

- (3) L. Grégoir *et al.* (2022), Metals for Clean Energy: Pathways to solving Europe's raw materials challenge.
- (4) D. Raabe *et al.* (2022), Making sustainable aluminum by recycling scrap: The science of "dirty" alloys. *Progress in Materials Science*, vol. 128, 100947.
- (5) E. Van der Voet *et al.* (2019), Environmental implications of future demand scenarios for metals: methodology and application to the case of seven major metals. *Journal of Industrial Ecology*, vol. 23, pp. 141-155.
- (6) O. Vidal (2020), Impact de différents scénarios énergétiques sur les matières premières et leur disponibilité future. *Annales des Mines - Responsabilité et environnement*, vol. 99, pp. 19-23.

La décarbonation de la sidérurgie grâce à la réduction directe par l'hydrogène

Fabrice Patisson ^{*† 1}, Olivier Mirgaux ¹

¹ Institut Jean Lamour, Labex DAMAS, CNRS, Université de Lorraine, Nancy, France – Institut Jean Lamour (UMR-CNRS 7198), Université de Lorraine – France

La production d'acier est responsable d'environ 7% des émissions de CO₂ anthropiques. Cette situation résulte de l'emploi massif de carbone fossile (charbon, coke et gaz naturel) par la sidérurgie. Le principal émetteur de CO₂ est ainsi le haut fourneau, dans lequel les hautes températures et les fonctions de réducteur chimique sont assurées par le coke et le charbon. Un procédé alternatif, dit de réduction directe, basé sur le gaz naturel et son reformage, permet de réduire de moitié les émissions. Pour aller plus loin, une solution est la réduction directe par l'hydrogène, dont le produit gazeux est la vapeur d'eau. Nous verrons comment, d'hypothèse de travail au temps du projet ULCOS, ce procédé est aujourd'hui sur le devant de la scène industrielle.

L'Institut Jean Lamour a contribué à l'étude et à la promotion de ce nouveau procédé. A partir d'expériences de thermogravimétrie et de caractérisation des échantillons, nous avons mis en évidence le rôle de l'évolution morphologique à l'échelle des grains et de la température sur la cinétique de réduction. Un modèle qui simule la réduction d'une boulette industrielle de minerai en a été tiré. Pour tester la viabilité de la réduction directe dans un four à cuve sous H₂ pur, nous avons développé un modèle mathématique multiparticulaire détaillé du réacteur. La résolution numérique est basée sur la méthode des volumes finis. La version complète, adaptée à la simulation des unités de réduction directe classiques, tient compte de 10 réactions chimiques et a été validée par comparaison à des données d'usine. Les résultats des simulations sous H₂ pur montrent qu'il est a priori possible d'obtenir une excellente métallisation dans un réacteur plus compact que les fours de réduction directe actuels. Ce modèle est un outil d'aide au design du nouveau procédé.

En conclusion, nous discuterons les obstacles à lever et les recherches qui restent à entreprendre pour développer à grande échelle ce procédé prometteur.

*Intervenant

†Auteur correspondant: fabrice.patisson@univ-lorraine.fr

La transition énergétique : exigences pour les matériaux et matériaux nécessaires pour la transition

Yves Brechet * ¹

¹ Saint Gobain – compagnie saint gobain – France

La décarbonation de notre économie et la transition énergétique pose des défis nombreux et difficiles à la métallurgie et à la science des matériaux. La réduction de l’empreinte carbone des matériaux eux-mêmes, le développement de matériaux réduisant l’empreinte carbone des usages, le développement de matériaux pour les nouvelles technologies de l’énergie, les technologies pour développer une économie circulaire, sont autant de domaines où la métallurgie et la science des matériaux, aussi bien en tant que technologie qu’en tant que discipline scientifique, jouent un rôle essentiel pour passer du discours à l’action.

*Intervenant

Ingénierie des défauts: une alternative prometteuse pour la fabrication additive en métal

Florent Hannard ^{*† 1}, Matthieu Marteleur , Aude Simar , Thomas Pardoën

¹ Institute of Mechanics, Materials and Civil Engineering [Louvain] (IMMC) – Place du Levant, 2 bte L5.04.01 1348 Louvain-la-Neuve, Belgique

Il reste difficile pour la fabrication additive (FA) métallique de rivaliser avec les techniques conventionnelles en matière de fiabilité et de reproductibilité. Effectivement, différents défauts métallurgiques ont été identifiés dans les matériaux produits par fusion laser sur lit de poudre (LPBF), tels que des particules de poudre non fondues ou des porosités en mode "trou de serrure". Bien que ces défauts soient préjudiciables aux propriétés mécaniques, une génération contrôlée de ces défauts offrirait la possibilité de créer des structures architecturées pendant la FA. L'objectif de cette étude est de développer des matériaux métalliques architecturés denses (ArMMs) en organisant les défauts LPBF pour former des interfaces plus faibles. L'introduction de zones faibles dans des matériaux structurels peut sembler contre-intuitif, mais ces interfaces peuvent modifier les mécanismes d'endommagement et améliorer la ténacité du matériau si elles sont bien organisées. Tout d'abord, nous décrirons les stratégies et paramètres de fabrication qui ont permis de générer avec succès des interfaces plus faibles en contrôlant la génération de défauts "trou de serrure". Ensuite, nous présenterons la caractérisation mécanique de matériaux architecturés fabriqués en Ti-6Al-4V, impliquant des essais mécaniques couplés à la tomographie à rayons X. Ces essais ont confirmé l'activation de nouveaux mécanismes d'endommagement par rapport au matériau homogène et leur impact sur les propriétés mécaniques est quantifié.

*Intervenant

†Auteur correspondant: florent.hannard@uclouvain.be

Fabrication et caractérisation d'un démonstrateur pré-industriel pour l'énergie fabriqué par WAAM multi-matériaux dans le cadre du projet européen Grade2XL

Flore Villaret ^{*† 1}, Sylvain Guyot ², Anne-Sophie Torr ³

¹ Matériaux et Mécanique des Composants – EDF RD – France

² EDF Centre d'Ingénierie Hydraulique – EDF CIH – France

³ Naval Group Research [Bouguenais] – Naval Group Research [Bouguenais] – France

Le procédé WAAM (Wire Additive Arc Manufacturing) est une technique de fabrication additive bien adaptée pour la fabrication des pièces de dimensions métriques. Le WAAM est une technologie d'intérêt pour de nombreux industriels, dont l'industrie de l'énergie. Cette communication propose d'exposer la démarche de qualification et les résultats de la caractérisation d'un démonstrateur de porte anneau hydraulique fabriqué en WAAM, une pièce de sécurité constituant les robinets de coupure des barrages hydrauliques. Cette étude a été réalisée dans le cadre du projet Européen Grade2XL visant à développer la fabrication additive WAAM multimatériaux. Le démonstrateur présenté ici est composé de trois alliages différents : un acier faiblement allié pour la partie structurelle de la pièce, un acier inoxydable sur les parties en contact avec l'eau pour les propriétés anti-corrosion, et un revêtement en alliage cupro-aluminium sur une zone de contact avec une autre pièce (propriété anti-friction). La fabrication du démonstrateur a nécessité de lever plusieurs verrous, comme celui de la compatibilité métallurgique et thermomécanique des nuances entres-elles, lors de la fabrication et des post-traitements (traitement thermique notamment). Après des essais sur de petites fabrications, une pièce représentative d'une fraction du démonstrateur final à l'échelle 1 :1 a pu être réalisée et utilisée pour conduire différentes caractérisations métallurgiques, mécaniques et de résistance à la corrosion visant à valider le procédé WAAM pour la fabrication du prototype destiné à être implanté dans l'aménagement industriel.

*Intervenant

†Auteur correspondant: flore.villaret@edf.fr

Elaboration de composites AlSi7Mg0.6/SiC par Fusion Laser sur Lit de Poudre

Marie-Reine Manlay * ¹, Jean-Paul Garandet ¹, Mathieu Soulier ¹, Camille Flament ¹

¹ Univ. Grenoble Alpes – CEA, LITEN, DTNM, F-38000 Grenoble – France

Les composites Al/SiC sont utilisés depuis de nombreuses années, notamment dans les industries automobile et aéronautique, dans un but d'amélioration de propriétés mécaniques. Plus récemment, le développement de procédés de fabrication additive tels que la fusion laser sur lit de poudre (FLLP) a offert la possibilité d'associer géométrie complexe et matériaux hautes performances. Néanmoins, ce procédé exige de revoir le mode de fabrication des composites élaborés jusqu'à présent en fonderie. En effet, les températures atteintes par le procédé FLLP sont bien plus élevées qu'en fonderie, ce qui induit un verrou technique pour l'élaboration de composites Al/SiC par FLLP : l'instabilité du SiC dans l'aluminium fondu à partir de 940 K, amenant à la formation d'un carbure d'aluminium Al₄C₃ fragile et hydrosoluble détériorant les propriétés mécaniques et la durée de vie des pièces.

Cette étude porte sur le développement de composites AlSi7Mg0.6/SiC élaborés par FLLP. Plus précisément, il s'agit d'aborder la problématique de la cinétique de dissolution du SiC dans l'aluminium fondu, dans le but d'empêcher ou au moins de limiter la décomposition du SiC en Al₄C₃. Des poudres composites Al/SiC ont ainsi été élaborées par greffage de renforts SiC de différentes tailles, de 35 nm à 4.5 μm, sur une poudre de matrice AlSi7Mg0.6, puis imprimées par FLLP. Les pièces obtenues ont été caractérisées de manière approfondie, notamment en termes de phases et de microstructure, par des analyses de diffraction des rayons X (DRX), microscopie électronique à balayage (MEB) et microscopie électronique en transmission (MET). Un résultat important de cette étude est que seules les particules de SiC de 4.5 μm sont partiellement préservées.

Pour appuyer ces résultats expérimentaux, un modèle numérique basé sur la diffusion a été mis au point afin d'étudier la cinétique de dissolution de la poudre de SiC en fonction de différents paramètres thermophysiques et de procédé. Les résultats du modèle sont cohérents avec les résultats expérimentaux, et une conclusion générale de ce travail est qu'une particule submicronique thermodynamiquement instable ne peut pas survivre au procédé FLLP.

*Intervenant

Contrôle local des microstructures et propriétés en LPBF

Roland Logé * ¹, Reza Esmailzadeh , Claire Navarre , Milad Hamidi , Cyril Cayron , Steven Van Petegem

¹ Thermomechanical Metallurgy Laboratory – PX Group Chair, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL) – Suisse

Le procédé de fabrication additive Laser Powder Bed Fusion (LPBF) permet de fabriquer des pièces métalliques de formes géométriques complexes avec une excellente précision dimensionnelle. Il n'est cependant pas encore optimal pour la fabrication de multi-matériaux, bien que des développements récents aillent en ce sens. Une approche alternative pour fabriquer des matériaux composites ou architecturés consiste à varier les paramètres du laser de façon à modifier significativement les microstructures et propriétés locales d'un matériau unique, d'une zone à une autre. Le traitement laser inclut à la fois le passage à l'état liquide et le traitement thermique à l'état solide, permettant une résolution spatiale de l'ordre de quelques dizaines de microns, sans besoin de traitements thermiques ultérieurs. Le concept est illustré à partir de phénomènes de transformation de phase et de recristallisation dans le Ti-6Al-4V et l'acier 316L, dont les évolutions de microstructures sont corrélées en temps réel aux traitements laser, via des mesures DRX au Synchrotron.

*Intervenant

Écrouissage d'un acier 316L élaboré par fabrication additive : caractérisation mécanique, microstructurale et simulation.

Léo Monier ^{* 1}, Arthur Després^{† 1}, Muriel Veron^{‡ 1}, Jean-Jacques Blandin^{§ 1}, Guilhem Martin^{¶ 1}, Flore Villaret^{|| 2}, Yang Shen^{** 2}

¹ Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés – Université Grenoble Alpes, Institut polytechnique de Grenoble - Grenoble Institute of Technology – France

² Matériaux et Mécanique des Composants – EDF RD – France

L'acier inoxydable 316L élaboré par fabrication additive fusion laser lit de poudre a des exigences de limite élastique et de ductilité pour son utilisation dans le domaine du nucléaire. Il y a alors un besoin d'examiner le comportement plastique du matériau en fonction du traitement thermique. La microstructure obtenue par fabrication additive du 316L comporte des différences avec son équivalent forgé, où l'on peut citer : une texture cristallographique, des ségrégations chimiques, une importante quantité de dislocations organisées en cellules, la présence d'oxydes. L'objectif de ce travail est d'essayer d'évaluer l'impact de ces différences sur l'écrouissage du matériau. Il est notamment dit dans la littérature que la texture peut avoir un impact très important en favorisant ou non la formation de macles lors de la déformation (1) ; mais aussi que les dislocations organisées en cellules favorisent le maillage ce qui permet d'obtenir un excellent compromis limite élastique/allongement à rupture (2). Des pièces en acier inoxydable 316L ont été fabriquées pour obtenir deux microstructures différentes. Des traitements thermiques sont appliqués sur ces microstructures dans l'objectif de progressivement enlever les spécificités de la microstructure issue de solidification. Une approche expérimentale et de simulation est mise en place. Pour l'approche expérimentale, des essais de tractions sont effectués dans différentes directions par rapport à la direction de construction et sur les différentes microstructures. Des caractérisations au cours de la déformation sont réalisées au MEB et au MET, notamment pour examiner le maillage. Pour l'approche de simulation, un modèle de plasticité basé sur le modèle Kocks & Mecking prenant en compte le maillage est implémenté pour discuter de l'impact des différents éléments microstructuraux sur les paramètres du modèle.

(1) Wang et al, 2020, Material science and engineering A

(2) Wang et al, 2017, Nature Materials

*Intervenant

†Auteur correspondant: arthur.despres@grenoble-inp.fr

‡Auteur correspondant: muriel.veron@grenoble-inp.fr

§Auteur correspondant: jean-jacques.blandin@grenoble-inp.fr

¶Auteur correspondant: guilhem.martin@simap.grenoble-inp.fr

||Auteur correspondant: flore.villaret@edf.fr

**Auteur correspondant: yang.shen@edf.fr

Caractérisation du mode keyhole pour la fabrication additive en fusion laser sur lit de poudre : influence de la répartition d'énergie du spot laser sur le lit de poudre.

Maxence Guillon ^{*† 1}, Pauline Lambert ¹, Julien Sijobert ², Xavier Boulnat ³, Joel Lachambre ³, Christophe Desrayaud ¹, Thomas Elguedj ⁴

¹ Laboratoire Georges Friedel – Ecole des Mines de Saint-Etienne, Université de Lyon, Centre National de la Recherche Scientifique – France

² Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes – Ecole Centrale de Lyon, Ecole Nationale des Travaux Publics de l'Etat, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Saint Etienne, Centre National de la Recherche Scientifique – France

³ Matériaux, ingénierie et science [Villeurbanne] – Université Claude Bernard Lyon 1, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Centre National de la Recherche Scientifique – France

⁴ Laboratoire de Mécanique des Contacts et des Structures [Villeurbanne] – Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Centre National de la Recherche Scientifique, Centre National de la Recherche Scientifique : UMR5259 – France

La fabrication additive métallique permet la conception de pièces métalliques denses, sur mesure et avec des géométries complexes. Parmi les procédés existants, la fusion laser sur lit de poudre (ou Laser Powder Bed Fusion, L-PBF) est largement déployé aujourd'hui pour un grand nombre d'applications. En L-PBF, le mode keyhole, déjà très connu dans les procédés de soudure, est un régime qui est atteint quand la densité d'énergie du laser est suffisamment élevée et concentrée. Se produit alors à la surface du bain liquide des phénomènes d'évaporation et la formation d'une cavité profonde. Cette cavité, par compétition des forces de tension de surface et d'évaporation du métal, est très instable. Son effondrement est à l'origine de la création de pores sphériques caractéristiques. De plus, la répartition d'énergie du laser a une influence sur la formation de la cavité keyhole. En changeant la distance focale de travail, on peut modifier la répartition d'énergie par la modification de la taille du spot laser, et avoir une influence sur l'apparition du mode keyhole.

Dans ce travail, on cherche à mettre en évidence le lien entre l'apparition du phénomène keyhole et la répartition d'énergie du laser sur le lit de poudre par la modification de la distance focale, de la puissance et de la vitesse du laser. Le but est de montrer que la répartition d'énergie joue un rôle primordial dans les paramètres de fabrication.

Une étude approfondie de la forme du faisceau laser utilisée pour cette étude a révélé un décalage du plan focal non négligeable. En effet, la forme du faisceau ainsi que sa répartition d'énergie évoluent très rapidement en fonction du temps. A cause de la chauffe des éléments dans le chemin optique, le point focal du laser a tendance à se décaler et à réduire la distance focale lors de l'élaboration d'une couche. C'est-à-dire que, pour une distance de travail fixe, l'état du faisceau laser entre le début d'une couche et la fin de cette couche est très différent. Il en résulte alors une évolution importante de l'interaction laser-matière pendant le procédé et donc a une influence sur la formation et l'intégrité des cordons au fur et à mesure de la construction.

*Intervenant

†Auteur correspondant: maxence.guillon@emse.fr

Couplée à cette étude de faisceau, des cordons unitaires lasés sur des substrats de 316L ont été réalisés en se plaçant dans les conditions d'un régime keyhole. Plusieurs jeux de paramètres de fabrication (puissance, vitesse et distance focale de travail) sont comparés afin de mieux comprendre l'interaction laser-matière pendant un procédé de L-PBF. L'état du chemin optique a également été pris en compte dans la réalisation de ces essais. Cette double étude s'attache à la caractérisation de la forme du cordon formé par le passage du laser en surface ainsi qu'à l'interaction dans la matière avec différentes répartitions d'énergie. La profondeur de la cavité formée et la génération des pores keyhole sont étudiées grâce à des coupes métallographiques et des mesures en tomographie. De plus, une étude de la microstructure par EBSD révèle aussi l'importance du gradient thermique dans le bain liquide pendant le procédé.

Le rôle de la refusion pour la fabrication de Zr-Cu-Al-Nb par fusion laser sur lit de poudre

Camille Pauzon ^{*† 1}, Rémi Daudin ¹, Pierre Lhuissier ¹, Jean-Jacques Blandin ¹

¹ Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés – Institut de Chimie du CNRS, Centre National de la Recherche Scientifique, Université Grenoble Alpes, Institut polytechnique de Grenoble - Grenoble Institute of Technology – France

La fabrication additive et en particulier la fusion laser sur lit de poudre représente un tournant stratégique pour la production de pièces de plus grande taille et complexité que celles permises par les approches traditionnelles d'arc melting et d'injection. Parmi les travaux publiés dans ce contexte, un défi émerge, lié à la définition d'une fenêtre étroite de paramètres laser permettant de consolider les couches successives tout en évitant la germination et croissance de cristaux. A cette fin, certaines études rapportent des optimisations paramétriques fines et notamment l'utilisation de stratégies de double lasage, aussi dites de refusion. Aucun consensus sur l'utilisation, le rôle et la mise en œuvre de cette refusion n'a été clairement formulé. Du côté des métaux cristallins, cette approche a été utilisée dans le cadre de l'utilisation de mélange de poudres, afin de garantir une meilleure homogénéité chimique du bain de fusion et ainsi du matériau brut de fabrication. Cet argument est repris dans le contexte des alliages amorphes: la double fusion favoriserait le caractère amorphe du matériau; bien que la poudre soit déjà homogène chimiquement et amorphe en sortie d'atomisation.

La refusion de l'AMLOY-Zr01 par fusion laser sur lit de poudre est ici étudiée, en considérant d'une part son effet sur la population de défauts présente dans le matériau construit, et d'autre part son influence sur le caractère amorphe et la stabilité thermique du verre. Cet objectif est réalisé par l'association des moyens expérimentaux suivants: micro-tomographie aux rayons X, calorimétrie différentielle à balayage, microscopie électronique à balayage et diffraction des rayons X, sur des échantillons fabriqués sur une machine industrielle EOS M290.

*Intervenant

†Auteur correspondant: camille.pauzon@simap.grenoble-inp.fr

Étude de la relation entre la microstructure et les propriétés d'aimants NdFeB réalisés par fabrication additive

Aymeric Wolz ^{*† 1}, Olivier Tosoni ¹, Jean-Paul Garandet ², Camille Flament ³

¹ LABORATOIRE DES MATÉRIAUX ET COMPOSANTS MAGNÉTIQUES – Univ. Grenoble Alpes, CEA-LITEN – France

² LABORATOIRE DE MODÉLISATION ET MATÉRIAUX POUR LA MÉTALLURGIE – Univ. Grenoble Alpes, CEA-LITEN – France

³ LABORATOIRE DE CARACTÉRISATIONS AVANCÉES POUR L'ÉNERGIE – Univ. Grenoble Alpes, CEA-LITEN – France

Les aimants permanents NdFeB sont des composants clés de la transition énergétique car ils permettent d'améliorer le rendement de systèmes de conversion tels que les éoliennes et les moteurs électriques. Afin d'optimiser les performances de ces systèmes, les concepteurs utilisent des formes d'aimants de plus en plus complexes que le procédé de fabrication standard (pressage et frittage de poudre) ne permet pas de produire sans une étape d'usinage coûteuse. Ceci ajouté à la nécessité de réduire la consommation de terres rares a poussé la communauté scientifique à développer des procédés à la forme (*net shape*) pour les aimants NdFeB, ce qui pose naturellement la question du potentiel de la fabrication additive (FA).

Les propriétés magnétiques des aimants frittés sont intimement liées à une microstructure très spécifique produite lors du frittage de poudre, exempte de Fe- α et composée majoritairement de grains de phase magnétique Nd₂Fe₁₄B de quelques μm séparés par une phase intergranulaire riche en terres rares. Il n'est pas trivial de retrouver une microstructure comparable par d'autres procédés de fabrication. Parmi les méthodes de FA, la fusion laser sur lit de poudre (FLLP) se caractérise par la fusion complète de la poudre suivie d'une trempe très rapide; elle peut produire des pièces denses avec des microstructures très fines, parfois submicroniques. Depuis 2017, des études sur la FLLP des aimants NdFeB sont menées(1,2) mais il n'existe encore aucune poudre commerciale de NdFeB de composition adaptée au procédé et les propriétés restent très inférieures à celles des aimants frittés du marché.

Le CEA-LITEN dispose d'une ligne pilote de fabrication d'aimants NdFeB frittés (alliage, décrépitation sous hydrogène, broyage jet mill et frittage sous vide), et a développé une adaptation du procédé standard permettant de produire une poudre a priori non conventionnelle, mais dont il a été possible de montrer qu'elle se prêtait bien à une mise en œuvre dans un procédé FLLP. Les propriétés magnétiques, et en particulier la coercitivité, se révèlent très sensibles aux paramètres machine : vitesse et puissance du laser, focalisation et diamètre du spot, espacement entre les cordons. L'analyse des microstructures par microscopie électronique apporte un éclairage sur l'origine de ces différences : les conditions de fabrication optimales sont celles qui favorisent l'émergence d'une structure équiaxe très fine exempte de Fe- α et de croissance dendritique. Pour les meilleurs jeux de paramètres, les propriétés magnétiques suivantes ont été obtenues après recuit : $H_{cj} = 1440\text{kA.m}^{-1}$, $B_r = 0.69\text{ T}$ et $BH_{max} = 78\text{ kJ/mm}^3$, qui sont encourageantes. Les

*Intervenant

†Auteur correspondant: aymeric.wolz@cea.fr

travaux en cours et futurs viseront à identifier et comprendre les mécanismes qui favorisent le développement de ce type de microstructure dans une plus large gamme de paramètres.

Références:

- (1) Jaćimović et al. (2017), *Net Shape 3D Printed NdFeB Permanent Magnet*, Advanced Engineering Materials, DOI: 10.1002/adem.201700098
- (2) Goll et al. (2021), *Additive Manufacturing of Bulk Nanocrystalline FeNdB Based Permanent Magnets*, Micromachines, DOI: 10.3390/mi12050538

Caractérisation expérimentale des mécanismes de durcissement d'un alliage d'aluminium élaboré par le procédé L-PBF

Louise Toualbi ^{*† 1}, Yann Le Bouar , Frederic Fossard , Jean Sébastien Merot , Maria Tsoutsouva , Pauline Stricot , Agnès Bachelier-Locq , Quentin Barres , Mathieu Fevre

¹ ONERA-The French Aerospace Lab – ONERA – France

Avec l'avènement des procédés de Fabrication Additive, de plus en plus d'études ont été menées ces dernières années sur la définition de nouvelles nuances d'alliages, non seulement pour éviter les phénomènes de fissuration lors du processus de fabrication, mais aussi pour tirer profit des potentialités offertes par ces nouveaux procédés. Le procédé L-PBF, pour Laser Powder Bed Fusion, intéresse tout particulièrement l'industrie de l'aéronautique pour sa capacité à élaborer des pièces métalliques de géométrie complexe. Dans le cas des alliages d'aluminium à durcissement structural, la solidification hors équilibre des matériaux élaborés par L-PBF entraîne des caractéristiques métallurgiques particulières avec notamment la formation de phases métastables et l'introduction de dislocations d'origine thermique ainsi que leur épinglage sur les précipités nanométriques. Ceci confère au matériau brut d'élaboration des caractéristiques remarquables permettant d'éviter la mise en œuvre d'un traitement thermique post-élaboration. Il est donc intéressant de développer des nuances d'alliage spécifiques permettant de profiter pleinement des spécificités du procédé L-PBF. La définition de ces nuances dédiées à la Fabrication Additive passe par la compréhension des phénomènes fondamentaux liés aux vitesses de solidification et de refroidissements très rapides qui caractérisent les procédés de Fabrication Additive.

Dans le cadre de ce travail, on s'intéresse au cas d'un alliage modèle binaire Al-Fe élaboré par L-PBF. L'objectif de ce travail est d'apporter une meilleure compréhension des mécanismes métallurgiques et thermiques mis en jeu lors de l'élaboration qui permettent le durcissement structural de l'alliage à l'état brut de fabrication. Pour cela, une caractérisation fine par microscopie électronique (en transmission et à balayage) et en diffraction des rayons X est menée sur les différents états métallurgiques (brut d'élaboration et traités thermiquement). Cette étude montre l'influence des paramètres de fabrication sur la microstructure et met en évidence le fait que la taille des cellules de solidification contrôle en grande partie le comportement mécanique. Enfin, la caractérisation des microstructures en microscopie électronique en transmission permet d'analyser les interactions entre les précipités nanométriques et les dislocations issues de la thermique du procédé, ce qui permet une meilleure compréhension des mécanismes de durcissement. On se propose maintenant d'évaluer la contribution des différents éléments de microstructure au durcissement par le biais d'une modélisation phénoménologique. Ce modèle, identifié à partir d'essais mécaniques réalisés sur les différents états métallurgiques étudiés, servira à proposer des voies d'optimisation chimique en vue de la définition d'un alliage qui bénéficiera, dans l'état brut de fabrication, d'un comportement mécanique combinant écrouissage et durcissement par précipitation.

*Intervenant

†Auteur correspondant: louise.toualbi@onera.fr

Caractérisation et optimisation du frittage d'un acier outil H13 durant le procédé de fabrication avec des fils fondus métalliques (FFFm)

Jordan Lacorne * ^{1,2}, Xavier Boulnat ^{2,3}, Aurélien Etiemble ⁴, Sandra Simon
⁴, Eric Maire ^{2,5}

¹ Institut National des Sciences Appliquées de Lyon – Université de Lyon, Institut National des Sciences Appliquées, ECAM Lyon – France

² Matériaux, ingénierie et science [Villeurbanne] – Université Claude Bernard Lyon 1, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Centre National de la Recherche Scientifique – France

³ Institut National des Sciences Appliquées de Lyon – Institut National des Sciences Appliquées, Université de Lyon – France

⁴ ECAM Lyon – ECAM Lyon – France

⁵ Institut National des Sciences Appliquées de Lyon – Université de Lyon, Institut National des Sciences Appliquées, MATEIS -INSA Lyon – France

La fabrication additive (FA) est un secteur en pleine expansion dans la production industrielle et un des piliers de l'industrie 4.0. Parmi les différentes techniques de FA métallique (Binder Jetting, Laser Power Bed Fusion, Stéréolithographie...), la fabrication avec des fils fondus métalliques (FFFm) est la technologie la plus abordable économiquement et la moins dangereuse (pas de manipulation des poudres). Néanmoins, des progrès sont nécessaires lors du frittage afin d'améliorer la densité et les propriétés des pièces finales. Les filaments utilisés sont composés de liants thermoplastiques permettant de convoier la poudre métallique. La FFFm nécessite deux étapes post impression, le déliantage pendant lequel les liants thermoplastiques sont dégradés thermiquement et le frittage, pendant lequel la pièce poreuse est densifiée. L'objectif de cette étude est d'appréhender et d'optimiser l'étape de frittage pour un acier outil AISI H13 (X40CrMoV5-1). Cette nuance d'acier possède des propriétés mécaniques supérieures à celles du 316L (habituellement utilisé en FFFm) tout en conservant une bonne résistance à l'oxydation. Le frittage est influencé par plusieurs paramètres dont les deux plus influents sont la température et la durée de frittage. Un contrôle précis de ces paramètres est nécessaire afin de déterminer une fenêtre de frittage où la densité et la microstructure sont optimisées. Cette étude a pour objectif de comprendre et d'optimiser les propriétés mécaniques finales (dureté) à partir des mécanismes de densification et de l'évolution de la microstructure. Pour cela, une caractérisation de la porosité (taille et quantité) sera effectuée par tomographie aux rayons X. Des mesures au dilatomètre TMA permettront de suivre le retrait en fonction de la température, les mécanismes de densification ainsi que les changements de phases lors du refroidissement. Des mesures de diffraction de rayon X et des observations micrographiques permettront de déterminer la microstructure et les phases en présence après le frittage. Ces caractérisations permettront de comprendre les différents phénomènes physiques afin d'optimiser les propriétés mécaniques finales.

*Intervenant

Fabrication additive par Laser-Fil de l'alliage Ti-6Al-4V : relations procédés – microstructures – propriétés

Achraf Ayed ¹, Yannick Balcaen ¹, Joel Alexis ^{*† 2}, Pierre Michaud ³

¹ Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tarbes – Laboratoire Génie de Production – France

² Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tarbes (ENIT) – Laboratoire Génie de Production – 47 avenue
d'Azereix 65000 Tarbes, France

³ ESTIA INSTITUTE OF TECHNOLOGY – Ecole Supérieure des Technologies Industrielles Avancées
(ESTIA) – France

Cette étude contribue à une meilleure compréhension, donc une maîtrise, du procédé de fabrication additive laser-fil (LMD-wire) afin de garantir une santé matière et des propriétés mécaniques satisfaisantes à des pièces en alliage de titane Ti-6Al-4V. Les paramètres étudiés pour le procédé LMD-W ont été le débit de fil (WFS), la puissance délivrée du laser (P) et la vitesse de translation de la tête (TS).

Concernant les dépôts unitaires, les évolutions des caractéristiques géométriques de ces monocordons ont été étudiées ; le rapport WFS/TS semble pertinent. Dans notre cas, on a obtenu des monocordons aux angles de mouillage proches de 90° pour des rapports WFS/TS de six. Lorsque l'énergie linéique augmente, la profondeur des zones refondues et des zones affectées thermiquement augmente. Elle entraîne également des modifications de macrostructure avec un élargissement des ex-grains β mais ne semble en revanche pas impacter les microstructures.

En vue de la fabrication de massifs, des essais de juxtaposition de monocordons selon différentes stratégies ont été effectués. Ceux-ci ont montré l'importance de cette étape pour garantir l'intégrité métallurgique des objets fabriqués en lien avec la morphologie des monocordons. Ces essais ont également montré l'impact de la stratégie sur le choix de ce pas.

Différents murs ont été produits par la suite. L'étude morphologique a montré un meilleur état de surface, une meilleure régularité et une flèche moindre des murs obtenus par LMD – W comparés à des murs élaborés par WAAM.

Les analyses métallurgiques ont permis de déterminer les macro- et microstructures associées à chaque mur imprimé, ainsi que leurs évolutions lors de l'avancée des procédés. Les résultats montrent un fort impact de la stratégie de construction dans l'agencement des ex-grains β . La quantification du phénomène de rechargement thermique lors de la construction d'un massif tridimensionnel explique l'apparition de la microstructure α lamellaire et non α' . Des analyses microstructurales par EBSD ont confirmé l'existence de relations entre la stratégie et la macro/microstructure

Les propriétés mécaniques résultantes en traction de ces murs ont été étudiées et l'influence de la stratégie sur l'anisotropie des propriétés entre le plan vertical et horizontal a été mise en évidence.

*Intervenant

†Auteur correspondant: joel.alexis@enit.fr

Mise en œuvre d'un alliage NiCrBSi par procédé L-PBF

Anthony Ty ¹, Morgane Mokhtari ¹, Yannick Balcaen * ², Olivier Dalverny ¹, Joel Alexis * † ³

¹ Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tarbes – Institut National Polytechnique (Toulouse) – France

² Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tarbes – Institut National Polytechnique de Toulouse - INPT – France

³ Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tarbes – Laboratoire Génie de Production – France

Les alliages dits autofondants à base nickel sont largement utilisés comme matériaux de revêtement en raison de leur résistance exceptionnelle à l'usure et à la corrosion à haute température. Les dépôts de NiCrBSi sont classiquement mis en œuvre par des procédés de projection. Ils présentent une microstructure complexe composée d'une matrice riche en nickel avec des phases dures dispersées en fortes proportions qui le rendent assimilable à un cermet.

Le procédé L-PBF est particulièrement bien adapté aux pièces complexes et très peu d'études de cas et d'articles de recherche portent sur la fabrication additive des alliages de type NiCrBSi. Les quelques articles soulignent les problèmes liés au manque de fusion et aux fissures. En outre, les informations concernant la microstructure de l'alliage NiCrBSi produit par L-PBF sont très limitées. Les hautes vitesses de solidification associées à ce procédé permettraient d'obtenir des microstructures jusqu'à présent impossible à produire avec les moyens d'élaboration conventionnels. Les propriétés d'usage en résultant pourraient être bien supérieures à celles connues aujourd'hui.

Dans cette étude, la fenêtre de fabricabilité est explorée en utilisant plusieurs dispositifs L-PBF commerciaux. Afin de limiter la fissuration, le plateau de fabrication est préchauffé à différentes températures jusqu'à 500 °C. Différentes stratégies de balayage sont également étudiées. La densité de fissuration ainsi que la présence d'infondus sont données en fonction des paramètres. La densité des fissures diminue comme la densité d'infondus grâce au préchauffage du plateau à 500 °C et à une sélection minutieuse des paramètres de fabrication.

La microstructure est également examinée à différentes échelles. Elle semble composée d'une large gamme de cristaux nanométriques dispersés dans la matrice. Leur nature et leur morphologie sont influencées par la refusion lors de la superposition des couches, à l'échelle des bains de fusion.

*Intervenant

†Auteur correspondant: joel.alexis@enit.fr

Performances d'une structure architecturée " double dureté " pour blindages légers

Cécile Davoine *¹, Gerald Portemont[†]

¹ DMAS, ONERA, Université Paris Saclay [Châtillon] – ONERA, Université Paris-Saclay – France

L'association d'un matériau rigide et fragmentable avec un matériau métallique ductile offre des propriétés d'absorption d'énergie mécanique intéressantes (1). Tandis que le matériau rigide dissipe l'énergie par fragmentation, le matériau ductile absorbe le résiduel par déformation plastique. Dans les structures de blindage, les céramiques sont généralement soutenues par des plaques métalliques, avec ou sans couche composite intercalée entre elles. L'originalité de cette étude a été de s'intéresser aux performances à l'impact d'une structure architecturée " double dureté " pour des applications de blindages légers. Une première série d'essais quasi-statiques en flexion encastrée a permis de faire le choix de la géométrie la plus prometteuse entre trois configurations géométriques iso-densité grâce à la mesure de l'énergie dissipée. Une seconde série d'essais dynamiques a ensuite été associée à des mesures de déformation par corrélation d'image en camera ultra-rapide afin de déterminer et de comparer les modes d'endommagement d'éprouvettes architecturées par rapport à des éprouvettes entièrement métalliques présentant la même densité. Cette campagne expérimentale a permis de montrer un gain en termes de résistance à la perforation puisqu'aucune éprouvette dynamique n'a été fissurée côté impact, et ce pour des vitesses d'impact globalement plus élevées. Cet effet bénéfique a pu être attribué à un phénomène de fragmentation important sous l'impacteur dans le cas dynamique due à une localisation de la déformation dans cette zone. On constate en effet que l'alumine est réduite en poudre dans les quelques microsecondes suivant l'impact, le confinement de celle-ci à l'intérieur du matériau ductile grâce à l'architecture apportant une réelle plus-value.

*Intervenant

[†]Auteur correspondant: gerald.portemont@onera.fr

Etude multi-échelle du comportement à rupture d'un alliage NiCr élaboré par fabrication additive (L-PBF) sous différentes sollicitations mécaniques

Sélia Benmabrouk * ¹, Benoit Vieille ¹, Eric Hug ², Ronan Henry ¹

¹ Groupe de physique des matériaux – CNRS : UMR6634, INSA Rouen, Université de Rouen Normandie – France

² Laboratoire de cristallographie et sciences des matériaux – CNRS : UMR6508, Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs de Caen, Université de Caen – France

Le comportement à rupture des alliages base-nickel a été largement étudié au cours des dernières décennies afin de prévenir toute rupture prématurée d'une pièce en service. Cependant l'essor de la fabrication additive (FA) apporte aujourd'hui de nouvelles problématiques de par les microstructures complexes qui en résultent. L'objectif de ces travaux de thèse est de contribuer à mieux comprendre le rôle joué par la microstructure sur les mécanismes de rupture d'un alliage NiCr élaboré par fusion laser sur lit de poudre (L-PBF), en considérant différentes sollicitations (statique et dynamique) et différentes échelles (millimétrique et micrométrique).

La microstructure d'un matériau FA dépendant fortement de sa méthode d'élaboration, l'étude se focalise sur plusieurs paramètres : deux directions de construction (horizontale et verticale) et deux angles de rotation entre les couches (67° et 90°). Une densité optimale peut être obtenue pour des énergies volumiques produisant des microstructures très différentes, ainsi trois valeurs sont examinées : 60, 90 et 120 J/mm³. Des éprouvettes coulées sont considérées à titre de comparaison avec des matériaux conventionnels.

La première approche consiste à réaliser des essais de flexion trois points en accord avec la norme ASTM E1820 afin d'étudier les mécanismes de propagation de fissure. Le but est d'obtenir la courbe de résistance spécifique à chaque configuration de fabrication. En effet la littérature souligne des écarts parfois considérables entre les valeurs de ténacité pour différents paramètres de fabrication, ainsi que des mécanismes de rupture intergranulaires ou transgranulaires (1).

Par ailleurs, les alliages métalliques de type NiCr ayant parfois un comportement visqueux pour des vitesses de chargement différentes, des essais de flexion trois points dynamiques (Charpy) sont réalisés. Des courbes de résistance dynamiques sont également tracées à l'aide d'une méthode de calcul proposée dans la littérature (2). Des travaux menés sur un alliage base-nickel ont conclu à des différences marquées selon les choix de directions de construction et les procédés mis en œuvre (FA ou laminage) (2).

Enfin, des effets d'échelle ayant été observés dans le cas du comportement à rupture de métaux conventionnels (3), des essais de flexion sur poutre encastrée sont considérés à l'échelle microscopique. Ces essais s'appuient sur une méthode proposée dans la littérature qui s'inspire de la démarche macroscopique recommandée dans la norme ASTM E1820 (3).

*Intervenant

Les courbes de résistance obtenues pour les différentes conditions d'essai sont enfin comparées afin d'appréhender l'influence des paramètres de fabrication sur le comportement à rupture, étayée par une analyse microscopique du chemin de fissuration en lien avec la microstructure.

(1) Fracture behavior of Hastelloy X elaborated by laser powder bed fusion: Influence of microstructure and building direction, B. Vieille, A. Duchaussoy, S. Benmabrouk, R. Henry, C. Keller, *Journal of Alloys and Compounds*, 2022, 918, 165570

(2) Effects of microstructure anisotropy on dynamic fracture behaviors of a selective laser melting nickel-based superalloy, Y. Zhao, B. Gong, Y. Wang, Y. Gu, *Materials Science & Engineering A*, 2022, 858, 144133

(3) Size-dependent fracture toughness of tungsten, J. Ast, M. Göken, K. Durst, *Acta Materialia*, 2017, 138, 198-211

Élaboration de métamatériaux en Ni-20wt.%Cr par fabrication additive : vers l'optimisation des propriétés mécaniques et acoustiques

Rémy Ribot ^{*† 1}, Lydie Mas ¹, Cendrine Folton ¹, Bruno Morvan ², Eric Hug ¹

¹ Laboratoire de cristallographie et sciences des matériaux – Université de Caen Normandie, Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs de Caen, Institut de Chimie du CNRS, Centre National de la Recherche Scientifique, Institut de Recherche sur les Matériaux Avancés – France

² Laboratoire Ondes et Milieux Complexes – Université Le Havre Normandie, Centre National de la Recherche Scientifique – France

Le concept de métamatériaux est une notion récente pour désigner un matériau artificiel ayant des propriétés mécaniques et physiques inhabituelles. La recherche sur les métamatériaux s'est considérablement développée grâce aux structurations hiérarchiques et à porosités multiples (1). Ces architectures ont ouvert de nouvelles perspectives en termes de propriétés mécaniques (matériaux à coefficients de Poisson négatifs) et sur le contrôle de la propagation des ondes acoustiques (réfraction négative, focalisation et absorption parfaite). Les métamatériaux élaborés en fabrication additive (FA) présentent des défis uniques en matière de conception (complexité de la structure, précision du processus de fabrication, reproductibilité et caractérisation des propriétés).

L'objectif de ce travail est d'optimiser la synthèse de structures architecturées en Ni-20wt.%Cr par le procédé fusion laser sur lit de poudre de manière à obtenir des propriétés mécaniques et acoustiques originales.

Le premier axe de ce travail est consacré à la réalisation d'un métamatériau constitué de diffuseurs métalliques architecturés pour l'absorption acoustique par FA. Les diffuseurs sont des sphères poreuses de porosités cylindriques, parallèles à la direction de construction. La stratégie et l'énergie volumique de fabrication adoptées permettent l'élaboration du diffuseur avec une faible proportion de défauts. Ces stratégies de fabrication peuvent modifier les propriétés acoustiques et mécaniques finales.

Le deuxième axe porte sur l'étude des propriétés acoustiques et mécaniques du métamatériau. Des mesures de diffusion et d'absorption sont menées pour la caractérisation des propriétés acoustiques du diffuseur. Concernant les propriétés mécaniques, des essais de compression sont réalisés pour estimer la tenue mécanique de la structure, ainsi que des mesures par ultrasons pour les caractéristiques élastiques.

Un troisième axe s'intéresse aux mécanismes élémentaires de déformation des structures minces constituant l'architecture de la structure, en lien avec les conditions d'élaboration et la microstructure résultante. Pour cela, des parois minces (épaisseurs comprises entre 0,2 mm et 2

*Intervenant

†Auteur correspondant: 21714021@etu.unicaen.fr

mm) sont élaborées par FA pour différents paramètres d'élaboration. Des essais de traction permettent d'accéder aux propriétés mécaniques, en lien avec le nombre de grains dans l'épaisseur, et les différents paramètres caractérisant la microstructure (taille de grain et des cellules dendritiques, texture cristallographique, précipitation interdendritique, contraintes résiduelles (2)). L'objectif de ce travail est de mettre en évidence un effet de taille lié à la microstructure sur les propriétés mécaniques et les conséquences de ces effets potentiels sur l'intégrité mécanique (3) du métamatériau.

L'ensemble de cette étude doit conduire à terme à l'élaboration de métamatériaux métalliques aux propriétés acoustiques et mécaniques optimisées.

Références :

- (1) C. Lagarrigue, J.-P. Groby, O. Dazel, V. Tournat, *Appl. Acoustics* **102** (2016) 49.
- (2) E. Hug, M. Lelièvre, C. Foltan, A. Ribet, M. Martinez-Celis, C. Keller *Mat. Sci. Eng. A.* **834**, (2022) 142625.
- (3) X.Y. Lou, M. Li, R.K. Borger, S.R. Agnew, R.H. Wagoner, *Int. J. Plast.* **23**, (2007) 86.

Effet des post traitements thermiques sur l'anisotropie des propriétés mécaniques de l'alliage Ti-6Al-4V élaboré par L-PBF

Quentin Gaillard ^{*† 1,2}, Xavier Boulnat ², Sophie Cazottes ², Sylvain Dancette ², Christophe Desrayaud ¹

¹ École des Mines de Saint-Étienne – Mines Saint-Etienne, Univ Lyon, CNRS, UMR 5307 LGF, Centre SMS, F-42023 Saint-Etienne France – France

² Institut National des Sciences Appliquées de Lyon – Université de Lyon, INSA de Lyon, Laboratoire MATEIS CNRS UMR 5510 – France

Ces dernières années, la fabrication additive de l'alliage Ti-6Al-4V (TA6V) par procédé de fusion laser sur lit de poudre (L-PBF: Laser Powder Bed Fusion) est devenue suffisamment mure pour parvenir à élaborer des composants à vocation structurelle pour certaines applications spécifiques. Néanmoins, des opérations post-procédé semblent inévitables pour satisfaire aux exigences en terme de comportement mécanique statique et dynamique des composants.

Du fait des fortes vitesses de refroidissement mises en jeu au cours du procédé L-PBF, les pièces brutes de fabrication sont constituées d'une microstructure martensitique alpha' qui consiste en de fines aiguilles enchevêtrées. La phase alpha' germe au refroidissement dans des grains beta préliminaires dont la morphologie colonnaire est orientée parallèlement à la direction de fabrication. Cette anisotropie microstructurale affecte le comportement en traction et en particulier la ductilité des échantillons construits avec différentes orientations.

Avec pour double objectif de relaxer les contraintes résiduelles accumulées pendant l'élaboration et de décomposer la phase martensitique en une structure alpha+beta d'équilibre, des traitements thermiques (TT) post-procédé sont réalisés sur les pièces brutes en TA6V. La transformation de phase induite par ces TT permet d'équilibrer le compromis résistance / ductilité qui dépend principalement de la taille des lattes alpha et de la fraction de phase beta.

Dans cette étude, un large panel de TT post-procédés sont réalisés sur des ébauches d'éprouvettes en TA6V, imprimées avec des orientations verticales et horizontales par rapport à la direction de fabrication. Ces ébauches sont par la suite usinées en éprouvettes de traction. La microstructure et les propriétés statiques dans l'état brut de fabrication et après traitements thermiques sont présentés en détail. En particulier, les mécanismes de déformation et d'endommagement conduisant à une anisotropie sur l'allongement à rupture sont analysés au travers d'essais de traction in situ couplés à des caractérisations par EBSD. Finalement, les effets des post-TT sur l'évolution de l'anisotropie des propriétés mécaniques sont discutés.

*Intervenant

†Auteur correspondant: quentin.gaillard@emse.fr

Vers la fabrication de matériaux à gradients de fonctionnalité par fabrication additive (fusion sur lit de poudre par faisceau d'électrons)

Alexandre Margueret * ¹, Guilhem Martin[†] ¹, Pierre Lhuissier[‡] ¹, Lucas Varoto[§] ¹, Guillaume Croset[¶] ¹

¹ Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés – Centre National de la Recherche Scientifique, Université Grenoble Alpes, Institut polytechnique de Grenoble - Grenoble Institute of Technology – France

La fabrication additive métallique suscite un engouement important tant dans le monde académique que dans le monde industriel car elle permet de réaliser des géométries complexes inaccessibles par des procédés conventionnels. A l'heure actuelle, un grand effort a déjà été fait sur la conception de nouveaux alliages spécifiques, sur les stratégies d'élaboration et sur les traitements thermiques ultérieurs. Néanmoins, les travaux sur l'élaboration de matériaux à gradients contrôlés et progressifs sont moins répandus et se confrontent à la difficulté de gestion des paramètres procédés notamment dans le plan de construction. Le développement de ces derniers pourrait permettre d'ajouter des propriétés fonctionnelles au sein des matériaux, limiter la rupture à l'interface entre deux matériaux possédant des propriétés distinctes, accélérer le développement de nouveaux alliages en modifiant progressivement la composition d'un matériau (par couplage avec des essais mécaniques), ...

Néanmoins, la réalisation de ces derniers requiert de contrôler l'ensemble des paramètres du faisceau (vitesse, intensité, stratégies de balayage) et de comprendre leurs impacts sur les propriétés finales du matériau. Une machine ouverte et évolutive, nommée Freemelt ONE, a été choisie pour fabriquer ce type de matériaux.

Nous avons déjà réalisé des échantillons présentant des gradients contrôlés de porosité dans le plan de construction et dans la direction de construction en utilisant une poudre recyclée. Ces échantillons ont été caractérisés par tomographie aux rayons X. Actuellement, nous travaillons sur la fabrication de matériaux à gradients contrôlés de microstructures. Puis, nous nous tournerons vers les gradients contrôlés de composition qui sont les plus compliqués à réaliser car ils nécessitent de contrôler les paramètres faisceau mais aussi l'apport des différentes poudres (avec le moins de contamination possible).

*Intervenant

[†]Auteur correspondant: guilhem.martin@simap.grenoble-inp.fr

[‡]Auteur correspondant: pierre.lhuissier@simap.grenoble-inp.fr

[§]Auteur correspondant: lucas.varoto@grenoble-inp.fr

[¶]Auteur correspondant: guillaume.croset@grenoble-inp.org

Aluminium alloys for MELD manufacturing

Maureen Puybras ^{*† 1,2}, Michel Perez , Véronique Massardier-Jourdan ,
Damien Fabregue , Thomas Dorin , Matthew Barnett

¹ Matériaux, ingénierie et science [Villeurbanne] – Université Claude Bernard Lyon 1, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Centre National de la Recherche Scientifique – France

² Deakin University [Waurin Ponds] – Australie

Aluminium alloys are widely used in industrial applications such as aerospace, marine, automotive, packaging... This study focuses on alloys used in marine environments. Thanks to its high resistance to corrosion and light weight, aluminium magnesium alloy is the perfect candidate. However, it has been shown that one of the major issues occurring in this type of alloy is the phenomenon of sensitization. Sensitization happens when magnesium precipitate at the grain boundary, which may lead to inter granular corrosion and stress cracking in such corrosive environment. This deteriorates strongly the integrity of the material and must be avoided as this obliges the manufacturers to carry out regular maintenance. One of the solution would be to add second phase to enhance the heterogeneous nucleation on this second phase and protect grain boundaries. In the specific case of Al-Mg alloys, some studies of addition of scandium and zirconium have shown promising abilities to act as nucleation sites for magnesium atoms. Plus, Sc is one of the largest strengthener in aluminium with reports of 100MPa for each 0.1%wt of Sc added. Addition of Zr leads to the formation of Al₃(Sc, Zr) dispersoids which considerably stabilizes the precipitates thermally. This study will then focus on the influence of scandium-zirconium on magnesium precipitation. On the other hand, this study intends to develop a new way to repair or prevent such issues by using a new technique of additive manufacturing based on the principle of additive friction stir deposition: MELD manufacturing, a process patented by Aeroprobe Corporation. In order to take full advantage of MELD, and merge this to environmental issues, all post-processing should be minimised, particularly with regard to heat treatments. Age hardenable alloys series - 2xxx, 6xxx and 7xxx - should then be avoided. Therefore, 5xxx series of alloys, which are known to be hardened mainly by Mg in solid solution, seem to be a great candidate for MELD applications. However, there is no study to this date regarding the behaviour of these dispersoids during MELD process and sensitization of alloys after this process has not been studied either. This work will explore the MELD of Al-Mg alloys containing common dispersoids formers (Sc, Zr) and assess the feasibility of using MELD to readily recycle aluminium alloys containing these elements. This intends to prevent the sensitization in these alloys and reduce the global environmental footprint of their production.

*Intervenant

†Auteur correspondant: maureen.puybras@insa-lyon.fr

Influence des traitements thermiques sur les propriétés de résistance à la flexion par choc de l'acier inoxydable 17-4PH obtenu par fabrication additive

Eric Nivet * ¹, Julien Delgado *

¹ Centre Technique des Industries Mécaniques – Centre Technique des Industries Mécaniques - Cetim (FRANCE) – France

L'acier inoxydable 17-4PH (1.4542) est aujourd'hui un des matériaux offrant des propriétés mécaniques relativement élevées avec une bonne résistance à la corrosion dans différents environnements. Il s'agit d'un acier inoxydable martensitique à durcissement structural dont les propriétés mécaniques d'emploi sont obtenues après un traitement thermique de durcissement secondaire appelé vieillissement ou revenu. Il est employé notamment dans les secteurs du nucléaire ou bien de l'aéronautique.

Une pièce mécanique obtenue par fusion laser à partir de cette nuance doit obligatoirement subir des traitements thermiques spécifiques, que ce soit un revenu de détente pour diminuer les contraintes résiduelles (liées au phénomène de retrait lors de la solidification des cordons ainsi qu'aux transformations métallurgiques au cours du refroidissement) ou bien une mise en solution avec un vieillissement pour obtenir les propriétés mécaniques d'usage.

Cette étude se décompose en plusieurs axes. Le premier concerne la réalisation d'analyses thermiques pour définir les points de transformation du matériau, en utilisant différentes méthodes comme la DSC ou bien la dilatométrie de trempe, corrélées à des calculs thermodynamiques. Le second axe se propose de vérifier l'aptitude du matériau à la résistance aux chocs après un cycle de traitements thermiques adapté en comparaison avec un acier issu de la filière conventionnelle (barre corroyée) en relation avec sa microstructure. Les traitements thermiques qui maximisent la résilience seront ceux notamment préconisés par la norme ASTM A564M sous la référence H1150. Le code RCC-M (Règles de Conception et de Construction des Matériels mécaniques des îlots nucléaires des réacteur à eau pressurisée) sera pris en référence pour la spécification de résistance aux chocs à la température de 0°C pour les pièces de classe de sureté de niveau 1. Une étude expérimentale de fractographie numérique quantitative (TORTOISE) sera présentée afin de déterminer à partir du relief et du microrelief de rupture la ténacité du matériau.

*Intervenant

Nucleation burst in additively manufactured Inconel 718: 3D characterization of ISRO-induced equiaxed microstructure

Julien Zollinger * ¹, Ivan Cazic , Thomas Schenk , Maxime El Kandaoui ,
Benoît Appolaire

¹ Institut Jean Lamour, CNRS – Université de Lorraine, ARTEM Campus – Université de Lorraine,
Centre National de la Recherche Scientifique : UMR7198 – Institut Jean Lamour - CNRS - Université
de Lorraine. Campus Artem 2 allée André Guinier BP 50840 54011 Nancy Cedex, France

The origin of isosahedral short range order (ISRO)-mediated nucleation in additively manufactured Inconel 718 is investigated in this work. 3D EBSD-EDS characterisation of the equiaxed grain zone revealed a 5-fold symmetry axis emerging from the surface of a TiC particle. Using high resolution electron microscopy, the Nb₂Ni and Ni₆Nb₇ phases have been identified around a TiC particle for the first time in this alloy. Such phases are associated with local Nb enrichment around the TiC particles. The Nb-rich liquid and the solidification conditions of the additive manufacturing process induce the formation of phases containing a high concentration of icosahedral clusters and are thought to be the origin of ISRO-mediated nucleation in this alloy.

*Intervenant

Sinter-based Additive Manufacturing of dense or porous metallic parts: metallurgical challenges

Xavier Boulnat * ¹, Gabriel Bonnard , Maël Pontoreau , Marion Coffigniez , Quentin Saby , Jordan Lacorne , Eric Maire , Many Others

¹ Université de Lyon, INSA Lyon, MATEIS UMR CNRS 5510 – Université de Lyon, INSA de Lyon, Laboratoire MATEIS CNRS UMR 5510 – France

Sinter-based additive manufacturing of metallic alloys involves strong challenges at each step of the process. Most of sinter-based processes involve the use of one or few polymeric binders that will interact with the metallic powder. Thus, whatever the shaping process (materials extrusion, stereolithography, binder jetting, direct-ink writing, etc), designing a proper debinding and sintering heat treatment remains a challenge for most alloys.

Due to metallurgical specificities of each alloy, there is a need of dedicated thermal analysis to understand and tailor how the binders will degrade and what will be the consequences on the sintered parts, especially due to the microstructural evolution of the metallic powders. Thus, we have to take into account both the densification kinetics of the powder particles and the microstructure evolution, such as second phase precipitation or phase transformation.

Here, we chose to focus on few challenges involved in the debinding and sintering treatments of various alloys and sinter-based AM processes:

- Ti-6Al-4V alloy after direct-ink writing ;
- 316L stainless (austenitic) steel after stereolithography ;
- H13 tool (martensitic) steel after binder jetting and Fused Filament Fabrication

We illustrate how a systematic thermal analysis (dilatometry, calorimetry, etc) can lead to a better understanding of the powder/binder interaction, and how a customized debinding/sintering treatment can be built for each system. Thermodynamic calculations can be used to select the processing temperatures window when supersolidus sintering or precipitation is involved.

To go further, *in situ* synchrotron X-ray diffraction and/or micro-tomography can be used to assess the densification kinetics of the powders with regard to phase transformations in the metallic systems.

Finally, we will present some key properties of the sintered parts, which will be compared with parts made by laser powder bed fusion.

*Intervenant

Influence des conditions de recuit continu et de la microstructure sur la prise d'hydrogène dans les aciers galvanisés à chaud : Apport de la modélisation numérique

Thomas Dieudonné * ¹

¹ ArcelorMittal Maizières Research – ArcelorMittal Research SA, Voie Romaine BP 30320, 57283 Maizières-lès-Metz – France

Les aciers à très haute résistance (AHSS) laminés à froid présentent un bon compromis résistance/formabilité pour la réalisation de pièces de structure et de sécurité pour l'automobile, telles que longerons, traverses et renforts. Afin d'améliorer leurs propriétés de résistance à la corrosion, ces aciers peuvent être revêtus d'une couche de Zinc par galvanisation au trempé à chaud.

Après laminage à froid, la bande d'acier est recuite sous atmosphère et température contrôlées selon un cycle thermique bien défini permettant d'obtenir la microstructure désirée, puis elle est plongée dans un bain de zinc liquide à 460°C. **Le recuit réalisé sous une atmosphère réductrice composée de diazote N₂ et de dihydrogène H₂ induit une absorption d'hydrogène atomique non négligeable dans le substrat.** A la sortie du bain de galvanisation, la couche de zinc en surface de la bande constitue une barrière à la désorption d'hydrogène pendant le refroidissement et le stockage de la bobine à température ambiante dans l'attente de son utilisation pour la réalisation de pièces embouties.

Cet hydrogène absorbé pendant le process peut alors être néfaste pour le grade d'acier revêtu en entraînant une dégradation de sa formabilité ou une rupture différée après emboutissage à froid.

Il est donc important de contrôler cet hydrogène absorbé et de pouvoir prédire la quantité introduite dans l'acier en fonction des paramètres de recuit et de l'évolution de la microstructure pendant ce recuit.

Un modèle numérique a été développé au centre Produits d'ArcelorMittal Maizières, via le logiciel de simulation numérique par éléments finis COMSOL®[®], pour prédire cette quantité d'hydrogène absorbée dans l'acier lors du recuit de galvanisation en fonction des paramètres de recuit et de la microstructure. Ce modèle physique utilise les lois de Sievert et Fick pour estimer la solubilité et la diffusivité de l'hydrogène dans l'acier en fonction de la température de recuit. En complément, l'influence du piégeage par les défauts microstructuraux dans les différentes phases pendant le recuit est décrite dans le modèle par l'approche de McNabb et Foster.

*Intervenant

Evaluation de la méthode Additive Friction Stir Deposition pour la réparation : réponse mécanique de la zone réparée

Florian Girault ^{*† 1,2}, Louise Toualbi ¹, Cécile Davoine ¹, Thibaut Bouilly ³, David Miot ³, Alexandre Tanguy ², Simon Hallais ², Eric Charkaluk ²

¹ ONERA-The French Aerospace Lab – ONERA – France

² Laboratoire de mécanique des solides – Ecole Polytechnique, Mines Paris - PSL (École nationale supérieure des mines de Paris), Centre National de la Recherche Scientifique – France

³ Centre National d'Études Spatiales [Paris] – Centre national d'études spatiales - CNES (FRANCE) – France

La réparation de pièces industrielles endommagées est devenue un challenge industriel critique : réduction des coûts, augmentation de la durée de vie et réduction des rebuts d'usinage représentent quelques-uns de ses enjeux. Dans l'industrie aérospatiale, cela se traduit par le développement de lanceurs réutilisables et le besoin de réutiliser une partie des pièces structurales des fusées. L'utilisation de techniques de réparation conventionnelles par Fabrication Additive, qui impliquent un dépôt de matière en phase liquide, est rendue difficile par les caractéristiques métallurgiques des alliages d'aluminium à durcissement structural usuellement utilisés dans l'industrie spatiale, ainsi que par la difficulté de mettre en œuvre un traitement thermique de la zone réparée afin de restaurer ses caractéristiques métallurgiques, en particulier dans le cas de pièces massives.

Cette étude se concentre sur la méthode de fabrication additive par friction malaxage (AFSD pour *Additive Friction Stir Deposition* en anglais), avec comme objectif de valider ce moyen de réparation dans le contexte de lanceurs réutilisables. En outre, le comportement de l'interface entre la pièce endommagée et le matériau déposé fera l'objet d'une attention particulière.

La méthodologie proposée consiste dans un premier temps à analyser la santé matière et la microstructure des échantillons réparés en s'appuyant notamment sur des techniques de microscopie optique et électronique, et en particulier la cristallographie locale au niveau de l'interface entre le substrat et la matière déposée. Ensuite une campagne expérimentale est entreprise afin de caractériser le comportement mécanique des pièces réparées. Des tests de traction *in situ* sous MEB sont réalisés, couplés à une corrélation d'images afin d'accéder aux champs de déformation microstructuraux locaux. Simultanément, des lois de comportement élastoplastiques sont établies pour le matériau initial et pour le matériau déposé, afin de préparer des simulations numériques pour la zone réparée et son interface.

*Intervenant

†Auteur correspondant: florian.girault@onera.fr

Fragilisation par l'hydrogène d'un acier martensitique et bainitique

Alexia D'orazio *¹, Abdelali Oudriss², Lucie Leclair³, Bruno Cofino³, Bernard Resiak³, Xavier Feugas¹

¹ La Rochelle Université – Laboratoire des sciences de l'ingénieur pour l'environnement, LaSIE, UMR CNRS 7356, Laboratoire des sciences de l'ingénieur pour l'environnement, LaSIE UMR CNRS 7356 – France

² La Rochelle Université – Laboratoire des sciences de l'ingénieur pour l'environnement, LaSIE, UMR CNRS 7356, Laboratoire des sciences de l'ingénieur pour l'environnement, LaSIE UMR CNRS 7356 – France

³ RD Industrial Operations, ArcelorMittal Research – ArcelorMittal Maizières Research SA – France

L'impact de l'hydrogène sur le comportement mécanique d'un acier à haute résistance a été étudié dans ce travail. Deux états métallurgiques pour une même composition chimique ont été comparés : martensitique revenue obtenue suite à une trempe et un revenu, et bainitique obtenue après une trempe bainitique. Dans un premier temps, les deux microstructures ont été caractérisées (EBSD, DRX, MET) afin d'identifier les différents défauts qui peuvent affecter la solubilité de l'hydrogène et donc la fragilisation par l'hydrogène (FPH) (Frappart11, Creus16, Cupertino23). Dans un second temps, la solubilité apparente de l'hydrogène a été évaluée grâce à des chargements par polarisation cathodique dans une solution d'acide sulfurique. Une plus faible solubilité a été observée pour la bainite comparée à la martensite. Finalement, une caractérisation mécanique a été effectuée sur des tests de traction avec des éprouvettes chargées et non-chargées. Quatre vitesses de déformation différentes ont été étudiées (de 10⁻³ à 10⁻⁶ s⁻¹). L'objectif était de décorrélérer l'influence de la vitesse de déformation et de celui de l'hydrogène sur les propriétés mécaniques. Les résultats montrent une sensibilité à la FPH (perte de ductilité) proche pour les deux microstructures pour les grandes vitesses de déformation, mais des comportements opposés aux faibles vitesses. En effet, des ruptures fragiles ont été observées pour les éprouvettes martensitiques tandis que les ruptures restent ductiles pour la bainite. Les différences de comportement entre les deux microstructures seront discutées.

(Frappart11) S. Frappart, A. Oudriss, X. Feugas, 2011. *Hydrogen trapping in martensitic steel investigated using electrochemical permeation and thermal desorption spectroscopy*. Scripta Materialia, vol. 65, no 10, p. 859-862.

(Creus16) J. Creus, A. Oudriss, R. Milet, C. Berziou, P. Girault, C. Rebere, S. Cohendoz, X. Feugas, J.M. Sobrino, H. Morillot, 2016. *Influence of baking time at different temperatures on the hydrogen embrittlement of quenched and tempered martensitic (QTM) steel*. NACE - International Corrosion Conference Series, 3, pp. 2229-2240.

(Cupertino23) L. Cupertino Malheiros, A. Oudriss, F. Thébault, M. Piette, X. Feugas, 2023. *Hydrogen diffusion and trapping in low alloy tempered martensitic steels*. Metallurgical Transaction A. to be published.

*Intervenant

Evolution des propriétés mécaniques d'alliages d'aluminium pour l'aéronautique au cours du vieillissement en service

Thomas Perrin *¹, Pierre Heugue², Alexis Deschamps¹, Arthur Després¹, Frederic De Geuser³

¹ Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés – Université Grenoble Alpes, Institut polytechnique de Grenoble - Grenoble Institute of Technology – France

² Safran Transmission Systems – Safran Transmission Systems – France

³ Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés – Centre National de la Recherche Scientifique – France

Les carters et couvercles des boîtiers de transmission de puissance des turboréacteurs aéronautiques sont principalement réalisés en alliages d'aluminium durcis par précipitation avec comme exigence la résistance au vieillissement thermique au cours du fonctionnement. La microstructure de ces alliages évolue au cours du sur-vieillessement avec des conséquences négatives sur les propriétés mécaniques (1), (2). Comme les pièces aéronautiques aspirent à résister à de plus fortes températures (jusqu'à 250°C) pendant de plus longues durées (jusqu'à 90 000h), des modèles prédictifs doivent être mis en place.

Dans ce cadre, une base de données expérimentale de microstructures et de caractérisations mécaniques issues de trois alliages d'aluminium sur-vieillis (deux alliages série 2XXX et un alliage de fonderie A357 avec addition de cuivre) est mise en place pour mieux comprendre le lien entre microstructures et propriétés.

Des échantillons subissent des traitements thermiques isothermes à trois températures (150°C, 175°C et 200°C) pour des durées allant jusqu'à 15 000h. L'évolution de la précipitation fine (fraction volumique et dimensions des précipités) est suivie par diffusion centrale des rayons X (SAXS). Des observations en microscopie électronique en transmission (MET) permettent de déterminer la nature des précipités et identifier les changements de phases qui peuvent subvenir durant ces vieillissements à long terme. Les propriétés mécaniques sont évaluées par dureté et traction à température ambiante.

Dans le but d'obtenir des caractérisations à haut débit, des vieillissements sous gradient de température (de 170°C à 240°C) sont également mis en place. Ce spectre continu de températures permet une caractérisation de microstructures par diffusion centrale des rayons X (SAXS) à l'aide de scan 1D des échantillons au synchrotron (3), pour ainsi acquérir les évolutions de cinétique à toutes les températures simultanément. Des cartographies de dureté sont aussi utilisées pour évaluer les propriétés mécaniques le long de ces échantillons à gradient de température de vieillissement.

Nous discuterons de la chute des propriétés mécaniques lors du sur-vieillessement en fonction des mécanismes potentiellement mis en jeu selon l'alliage, la température de vieillissement et la durée du traitement thermique.

*Intervenant

Références

- (1) T. R. Prabhu *Engineering Science and Technology, an International Journal*, **2017**, vol. *20*, 133-142.
- (2) C. Rockenhäuser et al. *Materials Science and Engineering: A*, **2018**, vol. *716*, 78-86.
- (3) F. De Geuser et al. *Philosophical Magazine*, **2014**, vol. *94*, 1451-1462.

Impact de l'état structural des verres métalliques base Zr-Cu sur les propriétés mécaniques et le comportement tribologique

Paul Laffont * ¹, Rémi Daudin , Jean-Jacques Blandin , Alexis Lenain , Sébastien Gravier , Solène Stoens , Pierre-Henri Cornuault , Guillaume Colas

¹ Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés – Institut de Chimie du CNRS, Centre National de la Recherche Scientifique, Université Grenoble Alpes, Institut polytechnique de Grenoble - Grenoble
Institute of Technology – France

Les verres métalliques massifs (VMs) bien connus pour leur grande limite d'élasticité et leur grande dureté présentent un intérêt réel dans le cas d'application pour la micro mécanique. Cependant la durée de vie de pièces vouées à de tels usages est limitée par leur résistance à l'usure. De plus, pour la plupart des métaux et alliages cristallins il est possible de relier la résistance à l'usure avec la dureté : plus grande est la dureté, meilleure est la résistance à l'usure. Dans le cas des VMs cette loi ne semble pas permettre d'expliquer la grande variété de comportements observés. Ainsi il semble possible de suggérer que les différences entre les mécanismes de déformations (Shear Bands (SB) vs mouvements de dislocations) peuvent avoir un impact sur le comportement tribologique des alliages métalliques amorphes. Les travaux menés ont pour but d'étudier la potentielle corrélation entre la résistance à l'usure avec à la fois la dureté et la plasticité car ces deux propriétés sont directement reliées à la germination et la propagation des SB. Pour ce faire, deux compositions de VMs ont été sélectionnés (Cu47Zr46Al7 et Cu28Zr60Al12, at%) puis étudiés sous différents états structuraux (brut d'élaboration, relaxé, partiellement cristallisé et microalloying). Des essais de micro scratch ont été réalisés afin de caractériser les liens entre le taux d'usure et les coefficient de frottements avec les variations de dureté et plasticité pour les différents état. Ces résultats permettent de mettre avant l'importance de l'état structural du verre métallique vis à vis des conditions de frottements et de proposer des mécanismes de déformation en accord l'usure observée. Ce travail améliore la connaissance en tribologie sur les VM et nous permettra de développer des nuances spécifiques ayant une bonne résistance à l'usure pour répondre à des application données.

*Intervenant

Etude multi-échelles pour la compréhension des phénomènes de fragilisation par les métaux liquides : cas de laitons α en présence de l'eutectique Ga-In

Ingrid Prorior Serre ^{*† 1}, Marco Ezequiel , Marwa Moula , Thierry Auger , Eva Heripre , Zehoua Hadjem-Hamouche , Antoine Clement , Eric Leroy , Julie Bourgon , Loic Perriere , Maxime Vallet

¹ Univ. Lille, CNRS, INRAE, Centrale Lille, UMR 8207 - UMET - Unité Matériaux et Transformations, F-59000 Lille, France – CNRS, Université de Lille – France

Lorsqu'il est en présence de métal liquide, un alliage métallique ductile à l'air peut être sensible à la fragilisation par les métaux liquides (FML), ce qui se traduit par une perte de ductilité pouvant provoquer une rupture fragile partielle ou totale. La sensibilité à la FML d'un alliage métallique dans un métal liquide donné dépend de différentes conditions (matériaux, chimie du métal liquide, vitesse, température, microstructure). Ainsi, il a été montré l'inexistence de spécificité à la FML : tout métal ou alliage métallique peut, sauf à démontrer le contraire, être sensible à la FML en présence d'un métal liquide pour des conditions spécifiques données. La dépendance de la sensibilité à la FML à de nombreux facteurs ainsi, que les différentes interactions possibles entre le matériau et le métal liquide expliquent que les mécanismes menant à la FML sont encore mal connus. Différents modèles existent mais leur validité n'est vérifiée que pour des cas très spécifiques sans que des observations notamment aux échelles microscopiques et nanoscopiques puissent les expliciter.

Afin d'avancer sur la compréhension et la prédiction des phénomènes de FML, nous avons donc étudié en détail la sensibilité à la FML de laitons α en présence de l'eutectique Ga-In (EGaIn), non seulement les conditions de sensibilité à la FML, mais aussi l'étude des mécanismes aux échelles macroscopiques, microscopiques et nanoscopiques par également des observations *in-situ*, et la modélisation des phénomènes à différentes échelles. L'EGaIn étant liquide à température ambiante, ce métal liquide permet des observations *in-situ* lors d'essais mécaniques. De plus, l'étude du comportement de différents alliages proches doit permettre d'étudier des évolutions de composition, de mécanisme de plasticité, de mouillage sur la sensibilité à la FML.

La sensibilité à la FML du cuivre et de laitons contenant 15, 20, 25 et 30 % dépend de la microstructure, la dureté, la composition en zinc et la vitesse de déformation. Le facteur le plus important semble la composition de l'alliage du cuivre, et donc à travers cela les mécanismes de plasticité du matériau solide. Dans les cas menant à la FML, pour des essais macroscopiques, la rupture est ductile puis fragile de type intergranulaire ce qui s'explique par la formation de l'intermétallique CuGa₂ et une déformation plastique importante nécessaire pour amorcer la FML. Les essais avec observations *in situ* au MEB et MET confirment la rupture fragile aux interfaces après une déformation plastique du matériau en présence de métal liquide. La corrélation entre micro-essais de flexion et simulations par éléments finis a permis d'évaluer une

*Intervenant

†Auteur correspondant: ingrid.prorior-serre@univ-lille.fr

ténacité en présence de métal liquide pour le Cu₃₀Zn, cohérente avec celle obtenue à partir de simulations à l'échelle atomique.

Ce travail a été financé par l'ANR à travers le projet ANR GauguIn (No ANR-18-CE08-0009-01).

Hydrogen/plasticity interaction in nickel-based superalloys: Effect of γ' -Ni₃Al precipitate state and hardening mechanisms

Siva Prasad Murugan * ¹, Abdelali Oudriss, Xavier Feaugas

¹ Laboratoire des Sciences de l'Ingénieur pour l'Environnement, UMR CNRS 7356 – La Rochelle Université – France

Hydrogen-deformation interactions and their role in plasticity mechanisms are well accepted as the key features in understanding hydrogen embrittlement (HE) (1). Yet it is known that the solute hydrogen deteriorates the ductility of nickel, there are antagonistic aspects in the hydrogen effects on the plasticity, i.e., hydrogen-induced hardening and softening in metallic materials (1-4). In this work, we have studied the consequence of γ' -Ni₃Al precipitation on hydrogen storage and the consequences on the different plasticity mechanisms in nickel-based superalloy. Consequently, it demonstrates the individual and synergistic effects of hydrogen on the plasticity mechanisms of Waspaloy with various γ' -Ni₃Al precipitation states (size and lattice misfit) from a hydrogen embrittlement perspective. Using micro indentation and TEM characterization three regimes of plasticity mechanisms (weakly coupled shearing, strongly coupled shearing, and Orowan bypassing) were characterized. The solubility of hydrogen and the misfit of precipitate are correlated, and their evolution coincides with the three regimes previously defined. Antagonist softening and hardening effects of hydrogen are related and commented on the base of TEM observations and precipitate state. Subsequently, a series of nanoindentation tests were performed on the samples in hydrogen pre-charged and uncharged conditions to question these nanoscale behaviors obtained from nanoindentation in micro and macroscales. The statistical analysis of indentation results showed distinctive effects of hydrogen and precipitates on deformation mechanisms: (a) different plasticity mechanism regimes according to the precipitate size; (b) hydrogen-induced hardening and/or softening in different above-mentioned regimes of plasticity.

Keywords: *Hydrogen, Nickel, Waspaloy, Nanoindentation, Plasticity, Ni₃Al precipitate*

(1) X. Feaugas, D. Delafosse, Chapter 9 - Hydrogen and Crystal Defects Interactions: Effects on Plasticity and Fracture, Editor(s): Christine Blanc, Isabelle Aubert, Mechanics - Microstructure - Corrosion Coupling, Elsevier, (2019) 199-222.

(2) M.A. Ghermaoui, A. Oudriss, A. Metsue, R. Milet, K. Madani, X. Feaugas, A multiscale approach of hydrogen induced softening on f.c.c. nickel single crystal oriented for multi-slips: elastic screening effect, Scientific Report, 9(1) (2019) 13042

(3) G. Hachet, A. Oudriss, A. Barnoush, R. Milet, D. Wan, A. Metsue, X. Feaugas, The influence of hydrogen on cyclic plasticity of $\langle 001 \rangle$ oriented nickel single crystal. Part I: Dislocation organizations and internal stresses, International Journal of Plasticity 126 (2020) 102611.

(4) G. Hachet, A. Oudriss, A. Barnoush, T. Hajilou, D. Wang, A. Metsue, X. Feaugas, Antagonist softening, and hardening effects of hydrogen investigated using nanoindentation on cyclically pre-strained nickel single crystal, Materials Science and Engineering: A, 803 (2021) 140480.

*Intervenant

Assemblage par thermocompression à basse température de films de cuivre poreux obtenus par électrodéposition ou par dissolution sélective d'alliages

Lucas Chachay ^{*† 1}, Jean-Michel Missiaen ¹, Rémi Daudin ¹, Didier Bouvard ¹, Jonathan Schoenleber ², Marie-Pierre Gigandet ², Jean-Yves Hihn ², Goulven Janod ³, Yvan Avenas ³, Rabih Khazaka ⁴

¹ Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés – Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, SIMAP, 38000 Grenoble, France – France

² Univers, Transport, Interfaces, Nanostructures, Atmosphère et environnement, Molécules (UMR 6213) – Institut National des Sciences de l'Univers, Centre National de la Recherche Scientifique, Université de Franche-Comté – France

³ G2Elab-Electronique de puissance – Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, G2Elab, 38000 Grenoble, France – France

⁴ Safran Tech – Safran Tech, Electrical Electronic Systems Research Group, Châteaufort, France – France

La tendance actuelle en électronique de puissance est de développer des modules fonctionnant à des températures allant jusqu'à 150-200°C, en particulier pour les applications aéronautiques. Cela nécessite de remplacer les alliages de brasage classiquement utilisés par des joints plus conducteurs et compatibles avec les températures élevées. Le frittage de pâte d'argent a été développé à cette fin. Il s'agit d'un moyen efficace mais coûteux d'assembler des composants à basse température tout en garantissant une conductivité électrique et thermique élevée et des propriétés mécaniques importantes à haute température. L'utilisation de films de cuivre poreux constituent une alternative peu coûteuse qui suscite de plus en plus d'intérêt. Ces films peuvent être fabriqués par dissolution sélective d'alliage ou par voie électrochimique. Ces films sont ensuite densifiés et attachés aux éléments à assembler par thermocompression à basse température (environ 300°C), ce qui permet de préserver l'intégrité des composants électroniques. Dans cet article, des films de cuivre poreux élaborés par dissolution sélective d'alliages MnCu et par électrodéposition de Cu sous flux d'hydrogène (DHBT), ont été thermocompressés pour fixer une puce sur un substrat DBC (Direct Bonded Copper). Pendant la thermocompression, des contraintes axiales allant jusqu'à 40 MPa et des températures allant jusqu'à 350°C ont été appliquées pendant 15 à 60 minutes. L'influence des différents paramètres du procédé sur la densité finale, la morphologie, la microstructure et les propriétés du joint a été étudiée à l'aide d'observations en microscopie électronique à balayage (MEB), en microscopie acoustique à balayage (SAM), de mesures thermiques et électriques et de tests de cisaillement.

*Intervenant

†Auteur correspondant: lucas.chachay@grenoble-inp.fr

Nondestructive defect density measurement at atomic level – New opportunities using non-radioactive positron generators.

Pierre Bregeault * ¹, Jean-Michel Rey * † ¹

¹ POSITHOT – POSITHOT – France

Among the ageing mechanism, the most difficult to measure is the evolution of the defect density, dislocations or vacancies, at early stages, well before the appearance of cracks. To be effective a sensitivity to defects in the nanometer range is needed, linked with the ability to generate information about defects which are present at the ppm level, or one defect every million of atoms. To be efficient a nondestructive process is suitable, especially in order to widen the use of the technique to maintenance application for high value-added equipment's withstanding high fatigue stress.

As surprising as it may be, such a technique already exists: it is called "positron annihilation spectroscopy", or PAS, positron being the antimatter counter part of the electron. It has been developed since the 1970's in academic research laboratories, but never went to industrial application due to the scarce availability of positrons. Only radioactive sources were available to produce positrons until recently.

The situation changed with a development done at CEA Saclay for fundamental science. It led to building a compact positron generator. Further on the startup POSITHÔT decided to industrialize this development to offer transportable non-radioactive positron generators, and nondestructive defect analysis equipment requiring them.

The results obtained on the damage analysis of a superalloy used in the space industry will be presented and explained. This will allow highlighting the specific features of the analysis of defects using antimatter, and the ability to identify open cracks as opposed to closed defects. To conclude the value of the innovation will be exposed as tool to reduce uncertainties in long term maintenance predictions justifying its use as a new metrology for defect and defect density.

*Intervenant

†Auteur correspondant: jean-michel.rey@posithot.com

Fluage à haute température d'un alliage Ni-20wt.%Cr : impact des dimensions et de la microstructure sur les mécanismes de déformation

Jade Papin ^{*† 1}, Gael Marnier ², Cendrine Folton ¹, Yanick Ateba Betanda ³, Xavier Sauvage ⁴, Eric Hug ¹

¹ Laboratoire de cristallographie et sciences des matériaux – Université de Caen Normandie, Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs de Caen, Institut de Chimie du CNRS, Centre National de la Recherche Scientifique, Institut de Recherche sur les Matériaux Avancés – France

² École Nationale Supérieure d'Ingénieurs de Caen – Normandie Université – France

³ Aperam Alloys Imphy – ARCELORMITTAL – France

⁴ Groupe de physique des matériaux – Université de Rouen Normandie, Institut national des sciences appliquées Rouen Normandie, Centre National de la Recherche Scientifique, Institut de Recherche sur les Matériaux Avancés – France

L'alliage Ni-20Cr est employé notamment dans la conception d'éléments chauffants. Il est utilisé sous la forme de fils fins dans lesquels les mécanismes de fluage à haute température restent mal compris. En particulier, le rôle joué par les phénomènes de recristallisation dynamique, l'impact des microstructures initiales (taille de grains, ordre à courte distance, texture cristallographique...), composition initiale en chrome, ou les effets de taille sur le comportement mécanique en température et la durée de vie des composants. L'objectif principal de ce travail de thèse et la finalité pour l'industriel est d'obtenir des modèles qui permettent de prédire la durée de vie (propriété d'usage) sur fil fin, connaissant le comportement au fluage sur le matériau massif. Cela faciliterait le développement de nouveaux alliages pour des résistances électriques. Pour commencer, des essais mécaniques (traction monotone et fluage à différentes températures) ont été réalisés pour caractériser les propriétés mécaniques de ce matériau sous forme de produits laminés (quelques millimètres) à différentes températures (de 800 à 1100 °C) et pour plusieurs niveaux de contraintes pour les essais de fluage (de 10 à 100 MPa).

Les premiers résultats obtenus permettent d'établir des lois de fluage de Norton avec deux coefficients distincts selon la température, représentatifs de deux mécanismes : fluage dislocations à basse température et fluage diffusion à des températures plus élevées. Ces deux mécanismes de fluage sont également mis en évidence et identifiés selon une cartographie d'Ashby. L'ensemble de nos résultats nous permet de tracer une carte d'Ashby conventionnelle du Ni20Cr dans le domaine température contrainte étudié.

La seconde partie de cette étude consiste à reproduire les essais de fluage sur le matériau à plus petites dimensions à l'aide d'un dispositif original pour accéder à la durée de vie en fonction de la température et de la contrainte appliquée. Les résultats obtenus sont en accord avec le comportement du matériau laminé, malgré une forte dispersion des mesures. La réduction des dimensions ne semble donc pas impacter le comportement en fluage de l'alliage.

Enfin, dans une dernière partie, une étude de la microstructure a été entreprise pour compren-

*Intervenant

†Auteur correspondant: jade.papin@ensicaen.fr

dre les mécanismes d'endommagement du matériau dans les deux domaines de fluage identifiés. L'observation des éprouvettes de fluage a révélé des mécanismes de rupture : typiquement : une forte striction à haute température, ou une absence presque totale d'une déformation de l'éprouvette à plus basse température. Aux faibles températures, on observe une rupture intergranulaire et des porosités aux joints de grains. Les ruptures à des températures supérieures montrent peu de trous mais une forte striction et une recristallisation de l'éprouvette dans les zones déformées. Cette caractérisation de l'endommagement est complétée par des analyses en microscopie électronique à balayage (EBSD pour les mécanismes de recristallisation et les modifications de textures) et à transmission (microstructure initiale et après différents niveaux de déformation). Elles permettent de comprendre les mécanismes de déformation à l'échelle locale et de mieux cerner le rôle joué par la plasticité et les mécanismes de diffusion.

Plateforme HYCOMAT : un moyen dédié à l'étude de la compatibilité des métaux avec l'hydrogène gazeux – Etude de soudures du réseau de gaz naturel en présence d'un mélange hydrogéné

Guillaume Benoit ^{*† 1}, Denis Bertheau^{‡ 1}, Gilbert Henaff^{§ 1}, Laurent Alvarez^{¶ 2}

¹ Institut Pprime – Université de Poitiers, Centre National de la Recherche Scientifique, ENSMA, Université de Poitiers : UPR3346, ENSMA : UPR3346, Centre National de la Recherche Scientifique : UPR3346 – France

² Terega – TEREGA – France

Ces dernières années, la nécessité de réduction d'émissions de gaz à effet de serre a engendré un intérêt accru envers l'utilisation de l'hydrogène comme vecteur énergétique. Dans le développement d'une économie " hydrogène ", il importe de garantir l'intégrité structurale de nombreux composants de transport et de stockage, ce qui soulève la question de la compatibilité des alliages exposés à des pressions élevées d'hydrogène gazeux. Cette question est particulièrement prégnante dès lors que l'on doit considérer la présence de défauts de type fissure au sein du composant structural. C'est précisément de façon à fournir des éléments de réponse à ce type de questionnement que la plateforme HYCOMAT a été conçue à partir de 2005 et progressivement déployée à compter de 2008 à l'institut Pprime. Elle se compose aujourd'hui de 2 bancs d'essais mécaniques sous pressions de gaz avec des caractéristiques différentes, d'une cellule de perméation et d'une cellule de vieillissement sous pression alimentés par un réseau de gaz sous pression. Cet ensemble permet de réaliser une large gamme d'essais mécaniques sous sollicitation statique, monotone ou cyclique dans une large gamme de pression et de température, avec ou sans pré-exposition etc. L'objectif de cet exposé est de présenter ces équipements et la métrologie associée, et d'illustrer les capacités à l'aide de résultats concernant une étude sur la résistance à la fissuration de soudures de tuyauterie exposées à un mélange d'hydrogène et de gaz naturel sous haute pression. Des analyses complémentaires, notamment à base d'observations microfractographiques, sont présentées pour interpréter ces résultats.

*Intervenant

†Auteur correspondant: guillaume.benoit@ensma.fr

‡Auteur correspondant: denis.bertheau@ensma.fr

§Auteur correspondant: gilbert.henaff@ensma.fr

¶Auteur correspondant: laurent.alvarez@terega.fr

Fissuration assistée par l'environnement des alliages d'aluminium : paramètres métallurgiques critiques et influence de l'hydrogène

Christine Blanc * ¹

¹ Centre inter-universitaire de recherche et d'ingénierie des matériaux – Institut National Polytechnique de Toulouse - INPT – France

Les alliages d'aluminium sont largement utilisés dans divers domaines industriels ; cependant, le retour d'expériences montre que l'un des problèmes majeurs pour la durabilité des pièces de structure constituées de ces matériaux est lié à leur sensibilité à la fissuration assistée par l'environnement (FAE). Il existe une littérature abondante sur ce sujet, et tous les résultats publiés concluent que la sensibilité à la FAE repose sur un couplage complexe entre les caractéristiques microstructurales, les processus électrochimiques, les processus élémentaires liés à l'hydrogène, ainsi que l'état mécanique local.

Cette présentation a pour but de passer en revue les travaux réalisés au cours des 15 dernières années au CIRIMAT, et de présenter également des résultats plus récents et non publiés, sur la sensibilité des alliages d'aluminium à la corrosion, à la FAE et à la fragilisation par l'hydrogène (FPH). L'accent sera mis sur l'influence de certains précipités sur les processus de corrosion ainsi que sur la diffusion et le piégeage de l'hydrogène, mais aussi sur les interactions hydrogène/dislocations, et enfin sur la contribution des différents types de joints de grains à l'endommagement. La discussion portera également sur l'influence des conditions d'exposition à l'environnement agressif sur la durée de vie des pièces de structure, en considérant en particulier le rôle de l'hydrogène sur les processus de corrosion.

Les travaux présentés ont été réalisés en collaboration avec des doctorants (Christel Augustin, Céline Larignon, Mathilde Guérin, Marie-Laetitia de Bonfils Lahovary, Loïc Oger, Emilie Mondou) et des collaborateurs (Eric Andrieu, Grégory Odemer, Jérôme Delfosse, Joël Alexis, Lydia Lafont, Lionel Peguet, David Sinopoli, Manon-Chloé Lafouresse). Les auteurs remercient l'ANRT, l'ANR, la DGA, le FUI, le FEDER, la Région Occitanie, l'Europe, le gouvernement français pour leur soutien financier.

*Intervenant

Les enjeux matières premières et énergie dans un monde en transition

Olivier Vidal * 1

¹ Université Grenoble Alpes, ISTERRE, CNRS – Université Grenoble Alpes – France

La consommation de métaux a doublé depuis le début du 21^e siècle et si la tendance se poursuit, nous devons d'ici 2050 en produire plus que nous n'en avons produits depuis le début de l'humanité. C'est dans ce contexte tendu que se pose la question de l'approvisionnement en métaux pour bâtir une nouvelle infrastructure de production, stockage, transport et utilisation d'énergie, avec deux visions opposées : certains anticipent une pénurie dans le courant du siècle alors que d'autres affirment que l'évolution technologique et l'exploitation de ressources non conventionnelles ainsi que le recyclage permettra de satisfaire une demande qui augmente de 3 à 5% par an depuis un siècle. Je présenterai brièvement un modèle dynamique que nous développons, qui est capable de reproduire les consommations historiques depuis les années 60 de dix grandes régions mondiales. Ce modèle est utilisé pour se projeter dans le futur. Il indique qu'il n'existe pas de futur unique et que les deux visions optimistes et pessimistes peuvent être vraies, mais à des moments différents. La modélisation permet également de mieux comprendre les couplages entre PIB/habitant, infrastructure, demande en matière et énergie, réserves, capacités de production et impacts environnementaux.

*Intervenant

Liste des auteurs

Abe, Taichi, 13
Ahtoy, Evangeline, 79
Alexis, Joel, 131
alexis, joel, 130
Allain, Sébastien, 41, 54, 92
Alvarado, Karen, 97
Alvarez, Laurent, 156
Amara, Hakim, 96
Amini, Massih-Reza, 10
Ammar, Kais, 17
Antoni-Zdziobek, Annie, 61, 79
APPOLAIRE, Benoît, 93, 141
Ask, Anna, 73
ATEBA BETANDA, Yanick, 154
Aubry, Pascal, 2, 63
Auger, Thierry, 149
Augustin, Rémi, 24
AVENAS, Yvan, 152
Ayadh, Widad, 99
Ayed, Achraf, 130

Bacchetta, Gatien, 108
Bachelier-Locq, Agnès, 128
Balbaud-Célérier, Fanny, 33
Balcaen, Yannick, 130, 131
Baral, Paul, 57
Baras, Florence, 90
Barbier, David, 46
Bardel, Didier, 62
Barnett, Matthew, 139
Barres, Quentin, 73, 128
Baulin, Oriane, 103
Belkacemi, Lisa, 45
Bellot, Jean-Pierre, 99
BENMABROUK, Sélia, 133
Benoit, Guillaume, 156
BENRABAH, Imed-Eddine, 92
Bergheau, Jean-Michel, 57
Bernacki, Marc, 88, 97
Bernard, Frédéric, 88
BERTHEAU, Denis, 156
Berveiller, Sophie, 19, 27, 38
BESSON, Rémy, 22
Biagi, Alessia, 99

Bizot, Quentin, 90
BLANC, Christine, 157
BLANDIN, Jean-Jacques, 125, 148
Blandin, Jean-Jacques, 40, 122
Blanquet, Elisabeth, 33
Boller, Elodie, 82
Bonnard, Gabriel, 142
Bonnet, Frédéric, 12, 21, 41
Bouayoune, Adam, 64
Bouilly, Thibaut, 144
BOUJROUF, Chaymaa, 61
Boulnat, Xavier, 16, 123, 129, 137, 142
Boundeder, Luisa, 28
Bourgon, Julie, 149
Bouscaud, Denis, 38
Bouvard, Didier, 152
Braccini, Muriel, 61
BRACHET, Jean-Christophe, 59
Braun, James, 18
Brechet, Yves, 117
Bregeault, Marion, 102
BREGEAULT, PIERRE, 153
Bruneseaux, Fabien, 107
Brunet, Magali, 75
Bréchet, Yves, 92
Bustarret, Etienne, 33
Buttard, Maxence, 82
BUVRON, Marc, 103
Béchade, Jean-Luc, 64

Cardon, Amandine, 99
CARRON, Denis, 101
Castro, Celia, 81
Cavarroc, Marjorie, 23
Cayron, Cyril, 84, 121
Cazic, Ivan, 141
cazottes, sophie, 47, 137
Cervellon, Alice, 15
Chachay, Lucas, 152
Chaise, Thibaut, 47, 104
Champion, Yannick, 61
Chapelle, Pierre, 42
Charkaluk, Eric, 144
Charobert, Philippe, 14

Cheong, Kuan Hong, 41
 Chevallier, Philippe, 3
 Choisez, Laurine, 49
 Ciuffini, Andrea Francesco, 77
 CLEMENT, Antoine, 149
 Coelho de Carvalho, Luisa, 79
 Coffigniez, Marion, 49, 142
 Cofino, Bruno, 145
 Colas, Guillaume, 148
 Cormier, Jonathan, 15
 Cornuault, Pierre-Henri, 148
 Corre, Thomas, 114
 Cosquer, Yohan, 25
 Costa Salazar, Miguel, 71
 Couchet, Clélia, 41
 Couturier, Audrey, 14
 Couzinié, Jean-Philippe, 3
 Croset, Guillaume, 138

 D'ORAZIO, Alexia, 145
 Da Costa, Gérald, 81
 Dalverny, Olivier, 131
 Damas Resende, Pedro, 62
 Dancette, Sylvain, 137
 Daudin, Rémi, 125, 148, 152
 Davoine, Cécile, 132, 144
 De Carlan, Yann, 63
 De Geuser, Frederic, 10, 146
 DE MICHELI, Pascal, 97
 de Rancourt, Victor, 93
 DeBoer, Arina, 92
 Deffrennes, Guillaume, 13
 DELAUNOIS, FABIENNE, 110
 Delfosse, Jérôme, 8, 99
 Delgado, Julien, 103, 140
 Demangeot, Florian, 103
 Demazel, Nathan, 101
 Denand, Benoît, 12, 71
 Denax, Léa, 17
 Denis, Sabine, 71, 93
 Deschamps, Alexis, 10, 12, 68, 146
 deschamps, alexis, 33
 Desgranges, Clara, 7
 Després, Arthur, 122, 146
 Desrayaud, Christophe, 123, 137
 Dhers, Jean, 16
 Dieudonné, Thomas, 143
 Dirras, Guy, 3
 Dorin, Thomas, 139
 Duchateau, Théo, 111

 Edalati, Kaveh, 44

 Edelati, Kaveh, 80
 El Hachi, Younes, 36, 38
 El Kandaoui, Maxime, 141
 Elguedj, Thomas, 104, 123
 Epifano, Enrica, 25
 Esin, Vladimir, 45, 111
 Esmaeilzadeh, Reza, 121
 Etiemble, Aurélien, 129
 Eymann, Mathilde, 104
 Ezequiel, Marco, 149

 Fabregue, Damien, 46, 139
 FANG, Haixing, 82
 Favre, Julien, 85
 Feaugas, Xavier, 145, 151
 Fekih, Maissa, 69
 Fernandez, Vincent, 82
 FEULVARCH, Eric, 101
 FEVRE, Mathieu, 128
 Fischer, Evelyne, 13
 Flament, Camille, 120, 126
 Folton, Cendrine, 135, 154
 Fontaine, Clémence, 29
 Forest, Samuel, 17, 73
 Fossard, Frederic, 128
 FRACZKIEWICZ, Anna, 5, 16, 34
 Fracziewicz, Anna, 31
 Frincu, Bianca, 67

 Gaillard, Quentin, 137
 Galisson, Sébastien, 101
 Gallet, Julien, 47
 Gandolfi, Juliette, 3
 GARANDET, Jean-Paul, 108, 120, 126
 Geandier, Guillaume, 12, 41, 54, 71, 92
 Germain, Aurèle, 24
 GERMAIN, Lionel, 14, 69
 Geslin, Pierre-Antoine, 104
 GEY, Nathalie, 14, 69
 GHANBAJA, Jaafar, 71
 Ghanes, Sabrina, 25
 Gigandet, Marie-Pierre, 152
 Girault, Florian, 144
 GIRINON, Mathieu, 103
 GODINOT, Camille, 88
 Gokelaere, Paul, 59
 Gossé, Stéphane, 13
 GRAND, Victor, 97
 GRAVIER, Sébastien, 148
 Grigorev, Petr, 91
 Grosseau-Poussard, Jean-Luc, 64
 Grün, Peter, 2

Guerin, Pierre, 10
 Guillon, Maxence, 123
 GUILLONNEAU, Gaylord, 57
 GUILLOT, Ivan, 2
 GUILLOU, Raphaëlle, 64
 Gutman, Lucie, 56
 GUYOT, Sylvain, 119

Hadjem-Hamouche, Zehoua, 149
 Hallais, Simon, 144
 Hallstedt, Bengt, 13
 Hamidi, Milad, 121
 hannard, florent, 49, 118
 Hans, Stéphane, 99
 Hatta, Muhammad Fakhry, 65
 Henaff, Gilbert, 156
 Hennocque, Louis, 85
 Henry, Ronan, 133
 Hericher, Ludovic, 107
 Heripre, Eva, 149
 Heugue, Pierre, 146
 HIHN, Jean-yves, 152
 Hillig, Holger, 2
 Hocini, Azziz, 3
 Hor, Anis, 36
 hoummada, khalid, 51
 Huang, Liangzhao, 87
 Hug, Eric, 133, 135, 154
 Hugo, Guichard, 93
 Huneau, Bertrand, 114
 Hungria-Hernandez, Teresa, 75
 Hutchinson, Christopher, 92
 Hutchison, John, 75
 Héraud, Lorène, 36

Irmer, Daniel, 45
 IRUELA, Solène, 61
 Issa, Sally, 96

Jacques, Pascal, 49
 Jakse, Noel, 33
 Janod, Goulven, 152
 Jean-Marc, Joubert, 59
 Joubert, Jean-Marc, 13
 Jourdan, Julien, 42

Kaspar, Jörg, 2
 Kennedy, Jacob, 56
 Kermouche, Guillaume, 57, 85
 Khazaka, Rabih, 152
 Kohout, Nicolas, 14
 Kroll-Rabotin, Jean-Sébastien, 99
 Krumpipe, Pierre, 103

Ksibi, Amani, 12

Labaïz, Mohamed, 78
 Lachambre, Joel, 123
 Lacorne, Jordan, 129, 142
 Laffont, Paul, 148
 Laheurte, Pascal, 27
 Lambert, Pauline, 123
 Landes, Jérémy, 72
 Lapertot, Gérard, 52
 LATU-ROMAIN, Laurence, 85
 Laurent-Brocq, Mathilde, 17, 111
 Lavrskyi, Mykola, 14
 LE BOUAR, Yann, 128
 Le Saux, Matthieu, 64
 Lebel, Florimonde, 54
 Leclair, Lucie, 145
 Lefebvre, Williams, 80, 81
 Legris, Alexandre, 63
 Legros, Marc, 75
 Lehmann, Jean, 79
 LENAIN, Alexis, 148
 Leroy, Eric, 149
 Lhuissier, Pierre, 10, 40, 82, 125, 138
 Lilensten, Lola, 29, 111
 LIU, Zheheng, 65
 Logé, Roland, 121
 Loubet, Jean-Luc, 57
 Loukachenko, Natalia, 14
 Luca, Sorana, 108
 LUDWIG, Wolfgang, 62, 65, 82
 Ludwig, Wolfgang, 38

Macchi, Juan, 80, 81
 Madelain, Martin, 63
 Maire, Eric, 49, 129, 142
 MALARD, BENOIT, 36, 38
 Manlay, Marie-Reine, 120
 Marceaux dit Clément, Arthur, 56
 Margueret, Alexandre, 138
 Marnier, Gael, 154
 Marteleur, Matthieu, 118
 Martens, jonathan, 42
 MARTIN, Guilhem, 40, 82, 122, 138
 Martinez-Ostomujof, Tomas, 69
 Mas, Fanny, 10
 Mas, Lydie, 135
 Massardier-Jourdan, Véronique, 46, 51, 139
 Mathevon, Alexandre, 46
 Maugis, Philippe, 51, 87
 Maurice, Claire, 57, 85
 McDonald, Neill, 107

Menou, Edern, 8, 15, 23, 24, 34
 Menut, Denis, 33
 Meraghni, Fodil, 19, 27
 Mereib, Diaa, 3, 17
 MEROT, Jean Sébastien, 128
 Meyer, Nicolas, 85
 Michaud, Pierre, 130
 Miot, David, 144
 Mirgaux, Olivier, 116
 Missiaen, Jean-Michel, 152
 Mokhtari, Morgane, 131
 MONCEAU, Daniel, 25
 Monceau, Daniel, 7
 Monier, Léo, 122
 Monnier, Judith, 17
 Morvan, Bruno, 135
 Mottay, William, 51
 Moula, Marwa, 149
 Mouron, Raphaël, 52
 Moussa, Charbel, 45
 Murugan, Siva Prasad, 151
 Mégret, Alexandre, 110

 Najmark, Sarah, 28
 Nakonechna, Olha, 80, 81
 Navarre, Claire, 121
 Neyrat, Julien, 23
 Nivet, Eric, 103, 140

 OLIVER, Warren C., 57
 Ollagnier, Arnaud, 46
 Orgéas, Laurent, 33
 Others, Many, 142
 Oudich, Fayssal, 79
 Oudriss, Abdelali, 145, 151

 Panicaud, Benoit, 64
 Papillon, Anthony, 40
 PAPILLON, Justine, 49
 Papin, Jade, 154
 Pardoën, Thomas, 118
 Parry, Guillaume, 61
 Pascal, Céline, 79
 Patisson, Fabrice, 116
 Pauzon, Camille, 125
 Peltier, Laurent, 19, 27
 Perez, Michel, 46, 47, 104, 139
 Perez, Thomas, 7
 Perrière, Loïc, 17, 149
 Perrin, Carine, 51
 Perrin, Thomas, 146
 Perrière, Loïc, 3

 Perrut, Mikael, 25
 Pineau, Camille, 99
 Pinot, Clémence, 111
 Piot, David, 85
 Pirès, Rémy, 17
 PISCH, Alexander, 13
 Politano, Olivier, 90
 Pontoreau, Maël, 142
 PORTEMONT, GERALD, 132
 Poulain, Régis, 3
 Prima, Frédéric, 29
 Proriot Serre, Ingrid, 149
 Proudhon, Henry, 65, 73
 Puybras, Maureen, 139

 Quatravaux, Thibault, 42, 113

 RADO, Cyril, 52, 108
 Rame, Jérémy, 15
 Rampelberg, Cécile, 54
 Ramstein, Gérard, 34
 Rapetti, Abel, 15
 Renollet, Yves, 73
 Resiak, Bernard, 145
 REY, JEAN-MICHEL, 153
 RIAHI, Koutheir, 5
 Ribis, Joel, 63
 Ribot, Rémy, 135
 Rigal, Emmanuel, 16, 88
 Robin, Eric, 52
 Rocabois, Philippe, 46
 Roch, François, 51, 56, 102
 Rodney, David, 105
 ROIRAND, Hugo, 36
 Rouesne, Elodie, 64
 Roure, Sophie, 40
 RUSINOWICZ, Morgan, 61
 Réthoré, Julien, 62

 Saby, Quentin, 142
 Saintier, Nicolas, 36
 SALVO, Luc, 82
 Sanviemvongsak, Tom, 7
 Sauvage, Xavier, 44, 80, 154
 Schenk, Thomas, 141
 Schoenleber, Jonathan, 152
 Schuler, Thomas, 89
 Schulze, André, 111
 Sennour, Mohamed, 45
 Shen, Yang, 122
 sigli, christophe, 95
 Sijobert, Julien, 123

Simar, Aude, 118
 SIMON, Sandra, 129
 Skiba, Olivier, 71
 Sophie, Cazottes, 46
 Sornin, Denis, 69
 SOULIER, Mathieu, 120
 Sourisseau, Thomas, 85
 Sourmail, Thomas, 54
 Stoens, Solène, 148
 STRICOT, Pauline, 73, 128
 Strozyk, Hervé, 42
 Surdon, Gilles, 101
 Swinburne, Thomas, 91

 Tafforeau, Paul, 82
 Taleb, Ahlem, 78
 Tamura, Ryo, 13
 Tancret, Franck, 5, 15, 16, 34
 Tanguy, Alexandre, 144
 TEIXEIRA, Julien, 41, 54, 71
 Tekkaya, Erman, 111
 Terayama, Key, 13
 Thiaudière, Dominique, 64
 Thiercelin, Léo, 19
 Thilly, Ludovic, 65
 Tiphéne, Gabrielle, 57
 Toffolon-Masclat, Caroline, 18, 59
 Torr, Anne-Sophie, 119
 Tosoni, Olivier, 126
 TOUALBI, Louise, 73, 144
 Toualbi, Louise, 128
 Tourret, Damien, 106
 Traversier, Mathieu, 16
 Trégliat, Guy, 96
 Tsoutsouva, Maria, 128
 Turlo, Vladyslav, 90
 Ty, Anthony, 131

 Vaissière, Alan, 45
 Vallet, Maxime, 149
 VAN LANDEGHEM, Hugo, 12, 92, 102
 VAN PETEGEM, Steven, 121
 Varoto, Lucas, 40, 138
 Varvenne, Céline, 96
 Vary, Clément, 2
 Vaubois, Thomas, 8, 23, 25
 Vaugoude, Adrien, 63
 Verdier, Marc, 61
 Veron, Muriel, 122
 Vidal, Olivier, 158
 Videau, Loic, 18
 Vieille, Benoit, 133

 Vigano, Nicola, 65
 Villanova, Julie, 82
 Villaret, Flore, 119, 122
 Villeroy, Benjamin, 17
 VITRY, VERONIQUE, 110
 VOLPI, Fabien, 61
 Vurpillot, François, 81
 Véron, Muriel, 102

 WOLZ, Aymeric, 126
 Wright, Jonathan P., 38

 Založnik, Miha, 56
 Zollinger, Julien, 56, 141
 Zupan, Marc, 75
 Zurob, Hatem, 92