



**HAL**  
open science

# Modélisation du procédé de fluotournage du tantale et du traitement thermique associé

Marie Houillon

► **To cite this version:**

Marie Houillon. Modélisation du procédé de fluotournage du tantale et du traitement thermique associé. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2009. Français. NNT : 2009ENMP1650 . tel-00443562

**HAL Id: tel-00443562**

**<https://pastel.hal.science/tel-00443562>**

Submitted on 30 Dec 2009

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Ecole Doctorale 364 : Sciences Fondamentales et Appliquées

**N°attribué par la bibliothèque**

|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|

## **T H E S E**

pour obtenir le grade de  
**Docteur de l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris**  
Spécialité «Mécanique Numérique»

présentée et soutenue publiquement par

**Marie HOUILLON**

Soutenue le 5 novembre 2009

<p align="center"><b>MODELISATION DU PROCEDE DE FLUOTOURNAGE DU TANTALE ET DU TRAITEMENT THERMIQUE ASSOCIE</b></p>
--

*Directeurs de thèse : Elisabeth Massoni et Roland Logé*

Jury :

M.	Laszlo TOTH	Rapporteur
M.	Gérard BERNHART	Rapporteur
Mme	Valérie LLORCA	Examinateur
M.	Jean-Claude GELIN	Examinateur
Mme	Élisabeth MASSONI	Examinateur
M.	Roland LOGE	Examinateur



## Remerciement

Je tiens à exprimer ma reconnaissance à la direction de l'Ecole des Mines de Paris qui m'a donné la possibilité de réaliser ce travail de thèse au CEMEF.

Je remercie Roland Logé, Elisabeth Massoni qui ont encadré ce travail, Valérie Llorca, Eric Ramel, Wilfried Geslin et Romain Grastien (CEA Valduc) qui ont contribué à la réalisation de ce projet ainsi que les membres du jury qui ont accepté de juger ce travail, notamment Jean-Claude Gelin qui en a assuré la présidence, Laszlo Toth et Gerard Bernhart qui ont rapporté cette thèse.

Cet travail a été réalisé avec la participation précieuse du personnel du groupe MSR, Suzanne Jacomet, Bernard Triger et Gilbert Fiorucci ainsi que du personnel de l'équipe MEA, Alain Le Floc'h, Francis Fournier, Marc Bouyssou et Erick Brotons.

Je suis reconnaissante envers Athida Khin pour le travail qu'elle a fourni pour cette thèse au cours de son stage au CEMEF.

Tout au long de ces quatre années passées sur la cote d'azur, j'ai eu beaucoup de plaisir à côtoyer Pascal, Claudia, Ben, Pierre, Sabine, Céline, Melinda, Nico, Franck, Larbi, Christophe et tant d'autres. Je remercie donc toutes ces personnes d'avoir été présentes.

J'ai également été accompagnée à distance pendant tout ce temps par mes amis d'école, Guigou, Re, Ro, Bo, Masch, Nath, Captain, avec qui nos retrouvailles rares mais régulières sont toujours un grand bonheur. J'ai également une pensée particulière pour Jool.

Je remercie mes parents et mes frères pour le soutien et la confiance qu'ils me donnent depuis toujours.

Merci enfin à Charles d'avoir été à mes côtés, d'avoir été l'absorbeur de stress, panique et autres pathologies de thésard et de m'avoir suivi jusqu'à Montigny le Bretonneux, où l'aventure continue.





# Table des matières

<b>I. Introduction.....</b>	<b>5</b>
I.1.Les procédés de mise en forme incrémentaux.....	6
I.1.1.Le fluotournage.....	6
I.1.2.Repoussage, fluotournage conique, fluotournage cylindrique.....	7
I.1.3.Les variables de procédé en fluotournage cylindrique.....	12
I.1.4.Défauts rencontrés en fluotournage.....	13
I.1.5.Changements microstructuraux.....	16
I.1.6.Modélisation du fluotournage.....	16
I.1.7.Conclusion.....	16
I.2.Comportement mécanique et métallurgique du tantale.....	17
I.2.1.Comportement mécanique du tantale et modélisation.....	17
I.2.2.Localisation de la déformation à grande vitesse de déformation, restauration et recristallisation dynamique.....	19
I.2.3.Microstructure de déformation et recristallisation statique.....	21
I.3.Plan de la thèse.....	23
<b>II. Caractérisation du comportement du cuivre et du tantale en fonction de la densité de dislocations.....</b>	<b>27</b>
II.1.Introduction.....	27
II.2.Comportement, modèle et identification.....	27

II.2.1.Modèle rhéologique.....	27
II.2.2.Application au tantale.....	31
II.2.3.Application au cuivre.....	52
II.3.Relation HDD (Hardness Dislocation Density).....	56
II.3.1.Définition de la relation HDD.....	58
II.3.2.Identifications des paramètres de Tabor.....	62
II.4.Implémentation de la loi de comportement dans le code éléments finis Forge.....	74
II.4.1.Intégration temporelle implicite.....	75
II.4.2.Lissage et définition du terme visqueux.....	76
II.5.Conclusion.....	79
<b>III. Modélisation du procédé de fluotournage.....</b>	<b>81</b>
III.1.Modèle de simulation numérique du fluotournage en 3D.....	81
III.1.1.Les équations d'équilibre.....	81
III.1.2.Elasto-viscoplasticité.....	81
III.1.3.La gestion du contact avec des outils rigides.....	84
III.2.Essais de fluotournage de pièces en plomb.....	87
III.2.1.Matériel et plan expérimental.....	87
III.2.2.Résultats.....	92
III.2.3.Analyse.....	94
III.2.4.Validation du modèle numérique.....	96
III.3.Essais de fluotournage de pièces en cuivre.....	97
III.3.1.Matériel et plan expérimental.....	98

III.3.2.Résultats.....	100
III.3.3.Validation de la simulation numérique.....	103
III.4.Simulation numérique du fluotournage du tantale.....	107
III.5.Bilan.....	111
<b>IV. Formulation ALE spécifique aux procédés incrémentaux.....</b>	<b>113</b>
IV.1.Introduction .....	113
IV.2.Formulation ALE.....	113
IV.2.1.Les maillages lagrangien, eulérien et ALE .....	114
IV.2.2.La gestion du maillage dans la méthode ALE .....	118
IV.3.Développements spécifiques liés aux procédés incrémentaux.....	122
IV.3.1.Détermination de la vitesse de maillage.....	123
IV.3.2.Gestion des surfaces libres.....	131
IV.4.Application de la formulation ALE .....	137
IV.4.1.Formage incrémental.....	137
IV.4.2.Fluotournage.....	141
IV.4.3.Intérêt de la formulation ALE.....	144
IV.5.Conclusion.....	146
<b>V. Modélisation de l'étape de traitement thermique du tantale fluotourné</b> .....	<b>149</b>
V.1.Introduction.....	149
V.2.Mécanisme de restauration: mesure et modèle.....	150
V.2.1.Les modèles de restauration de la littérature.....	150
V.2.2.Modèle proposé pour le tantale.....	151

V.2.3. Identification expérimentale des paramètres du modèle de restauration du tantale.....	152
V.2.4. Analyse du modèle de restauration.....	156
V.2.5. Application du modèle de restauration statique aux pièces en tantale fluotournées.....	157
V.3. Mécanismes de recristallisation et de croissance de grain.....	159
V.3.1. Recristallisation du tantale par platine chauffante.....	159
V.3.2. Étude de la croissance de grain dans le tantale.....	188
V.4. Conclusion.....	195
<b>VI. Bilan.....</b>	<b>197</b>
VI.1. Conclusion.....	197
VI.2. Perspectives.....	198

# I. Introduction

Le comportement mécanique et l'évolution microstructurale d'un métal lorsqu'il est soumis à diverses sollicitations thermomécaniques est une vaste problématique. Dans ce manuscrit, on s'intéresse à un matériau en particulier: le tantale, et à des sollicitations particulières: le fluotournage suivi d'un traitement thermique.

Plus précisément, on cherche à savoir dans quel état métallurgique se trouve ce matériau lorsqu'il a subi ces sollicitations. L'étude nécessite diverses caractérisations du matériau et implique de la modélisation. En effet, on cherche à comprendre mais aussi prédire le comportement mécanique et thermique du matériau.

Dans un premier temps, on va chercher à savoir dans quel état se trouve le tantale à la suite d'une étape de fluotournage. Ceci implique de connaître l'évolution de la métallurgie en conséquence d'une sollicitation thermomécanique. Pour répondre à cette problématique, on utilise des essais mécaniques simples et bien maîtrisés, dont on tire un modèle d'évolution thermomécanique introduit ensuite dans un code de simulation de mise en forme utilisant la méthode des éléments finis.

Dans un deuxième temps, on doit identifier l'évolution du tantale soumis à un traitement thermique. Une fois de plus, on caractérise l'évolution du matériau dont on connaît bien l'état initial, en fonction des traitements thermiques utilisés. Cette caractérisation alimente un modèle d'évolution de la microstructure du tantale au cours d'un traitement thermique.

Enfin, on connecte les deux sollicitations, ceci implique de pouvoir utiliser des variables d'état communes. Plus exactement, les variables issues de la modélisation du fluotournage doivent pouvoir alimenter le modèle d'évolution de la microstructure en traitement thermique. Les deux variables considérées dans ce travail ont été la taille de grain et la densité de dislocations totale. Le lien entre mise en forme et évolution de microstructure lors du traitement thermique s'est essentiellement fait à travers la seule variable densité de dislocations. Cette variable présente l'avantage de représenter l'énergie stockée par le matériau. Ainsi, l'étape de fluotournage charge le tantale en énergie d'origine mécanique, puis l'étape de traitement thermique décharge le matériau de son énergie au cours des mécanismes de restauration et de recristallisation. Nous développons donc des modèles de comportement mécanique et thermique en fonction de la densité de déformation.

Le fluotournage est modélisé au moyen du code Forge utilisant la méthode des éléments finis. Ce code permet de réaliser une modélisation thermomécanique du procédé de fluotournage. On présente aussi des travaux de fluotournage dont les résultats sont confrontés à ceux de la modélisation.

Le fluotournage est un procédé qui déforme très localement le matériau, générant d'importants

gradients de vitesse de déformation et de contrainte. De ce fait, la modélisation par éléments finis doit être faite sur un maillage fin localement. L'outil se déplaçant, ce maillage fin doit se déplacer également par rapport à la matière. La méthode ALE que l'on présente permet de régulariser le maillage, c'est à dire, en conservant la connectivité des noeuds, on les déplace de sorte à maintenir à chaque pas de temps, un maillage suffisamment fin très localement.

En préambule, on présente ci-dessous un état de l'art rapide des travaux réalisés en modélisation du fluotournage ainsi que de ceux portant sur le comportement mécanique et métallurgique du tantale. On termine ensuite par une présentation du plan de thèse.

## **I.1. Les procédés de mise en forme incrémentaux**

### ***I.1.1. Le fluotournage***

On définit le fluotournage [VER83] comme un procédé par lequel on met en forme des pièces à symétrie de révolution sans production de copeaux. Lors de la mise en forme, les pièces sont solidaires d'un mandrin en rotation. Une force ponctuelle est appliquée sur le flan de la pièce qui, déformée plastiquement, épouse in fine les formes du mandrin. Les ébauches sont des tôles ou des pièces préformées également axisymétriques. La réduction de l'épaisseur de la pièce est ce qui caractérise le fluotournage par rapport au procédé de repoussage où là encore il s'agit de faire adopter à une pièce en rotation, la forme d'un mandrin sous l'action d'un outil avançant le long de l'axe de rotation. [KAL82]

Il existe deux types de fluotournage différenciés par la forme finale de la pièce: le fluotournage conique et le fluotournage cylindrique où la forme finale de la pièce est respectivement conique et cylindrique. Les différences ne se limitent pas à cela, les mécanismes de déformation sont différents et par conséquence obéissent à des lois différentes

Le caractère empirique du savoir faire lié à ce procédé a fait de celui-ci un art plus qu'une science, où l'expérience de l'opérateur a longtemps été le seul garant de réussite.[PAC76]

En effet, la géométrie de l'outil, la nature de la force appliquée, la nature du mouvement relatif de l'outil par rapport à la pièce et de la pièce par rapport au mandrin sont autant de paramètres qui vont gouverner la qualité et l'aboutissement au produit désiré. Ce niveau d'incertitude constitue l'inconvénient principal de ce mode de mise en forme et rend difficile sa mise au point. Mais les avantages ne manquent pas. La réduction du coût et de la quantité de matière utilisée, l'application de faibles charges par l'outil et la souplesse d'utilisation pour des formes complexes distinguent le fluotournage d'autres procédés de mise en forme.

Le début du 20e siècle a vu l'émergence du fluotournage dans l'industrie des produits domestiques, telle que la fabrication des conteneurs ménagers. Puis au milieu du 20e siècle, la puissance hydraulique et l'automatisme a généré une nouvelle ère du fluotournage où la précision

s'est améliorée et les dimensions des pièces se sont accrues, où une plus grande complexité dans la géométrie des pièces a été possible, ouvrant ainsi un nouveau marché d'applications: l'aéronautique, l'aérospatiale, et le nucléaire notamment.

Les études réalisées jusqu'ici montrent deux types de pratique. Dans un cas, on va prédire par des relations empiriques ou analytiques le comportement d'un matériau en fluotournage en comparant les résultats que l'on en tire avec l'expérimentation et, dans le deuxième cas plus récent, on va évaluer le même comportement numériquement et valider les résultats expérimentalement. Les recherches les plus poussées ont été faites sur l'influence des conditions opératoires sur le produit final.

Les études expérimentales se font généralement avec de l'aluminium, du plomb ou des aciers, selon que l'objectif de la recherche a des applications directes ou des fins cognitives.

### ***1.1.2. Repoussage, fluotournage conique, fluotournage cylindrique***

Les trois procédés sont très différents en termes d'écoulement de matière, contraintes et déformations et sont donc étudiés individuellement. Cependant, les fluotours peuvent être utilisés dans les trois cas, si bien qu'il n'est pas rare de trouver, dans la littérature, des études juxtaposant et même comparant les trois procédés.

Wong et al. [WON03] [WON04] [WON05] ont écrit une synthèse concernant les trois modes précédemment cités à savoir, le repoussage, le fluotournage conique et cylindrique. La figure 1 qui suit illustre et classe les trois procédés en question, en mettant en valeur leur principale différence, c'est-à-dire la variation d'épaisseur. Elle est nulle en repoussage, imposée par la géométrie (par la loi sinus) en fluotournage conique et librement imposée en fluotournage cylindrique.



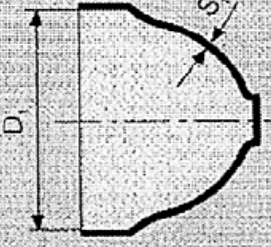

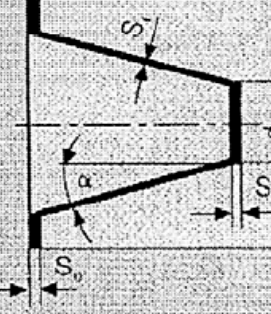

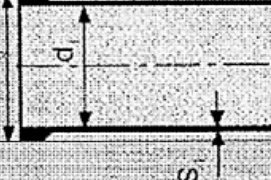

Standard	Process	Starting blank	Wall thickness
Compression forming DIN 8582  Tension forming DIN 8584, T4	Spinning 	 Disc blank $D_0 > D_1$	Approx. constant: $S_1 = S_0$
Flow forming DIN 8582  Spinning DIN 8583, T2	Shear forming 	Disc blank or preform 	In the base: $S_1 = S_0$  In the worked area: $S_1 = S_0 \frac{\sin \alpha}{\sin \beta}$
	Cylindrical flow forming 	Cup or bush 	In the worked area: $S_1 = \frac{1}{2} (D_1 + d)$

Figure 1: Procédés de repoussage et de fluotournage [RUN94]

### a) Le repoussage

On le définit comme un procédé où le diamètre de l'ébauche est réduit sans variation de l'épaisseur. Une seule molette est utilisée d'une manière générale sauf pour les métaux durs. Dans ce dernier cas, on utilisera deux molettes en vis-à-vis pour équilibrer les forces appliquées [VER83].

De la déformation plastique a lieu sous la molette. En effet la molette génère des contraintes de tension radiales et des contraintes de compression tangentielles. Les contraintes de tension ont tendance à faire écouler le matériau dans la direction de progression de la molette et amincissent la pièce, ce qui est compensé par un effet d'épaississement dû aux contraintes de compression (figure 2).

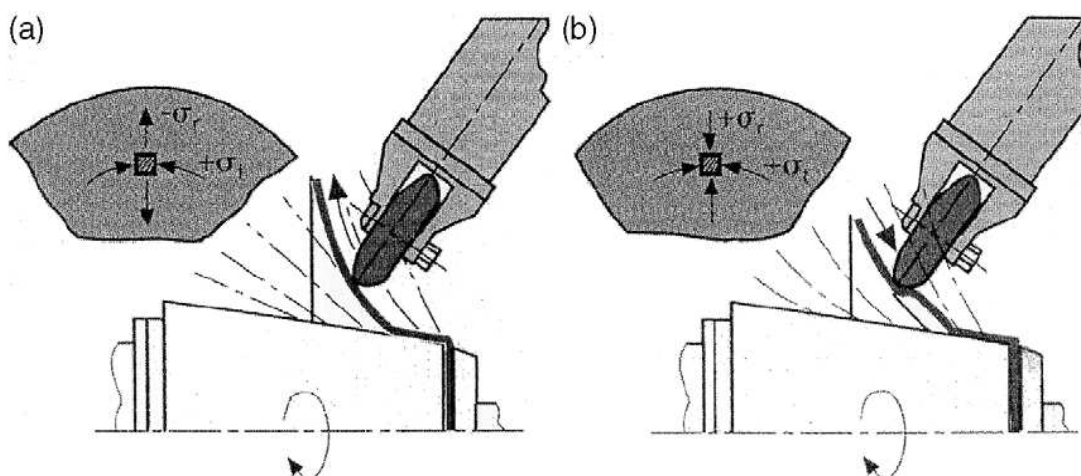


Figure 2: Procédé de repoussage [RUN94]

### b) Le fluotournage conique

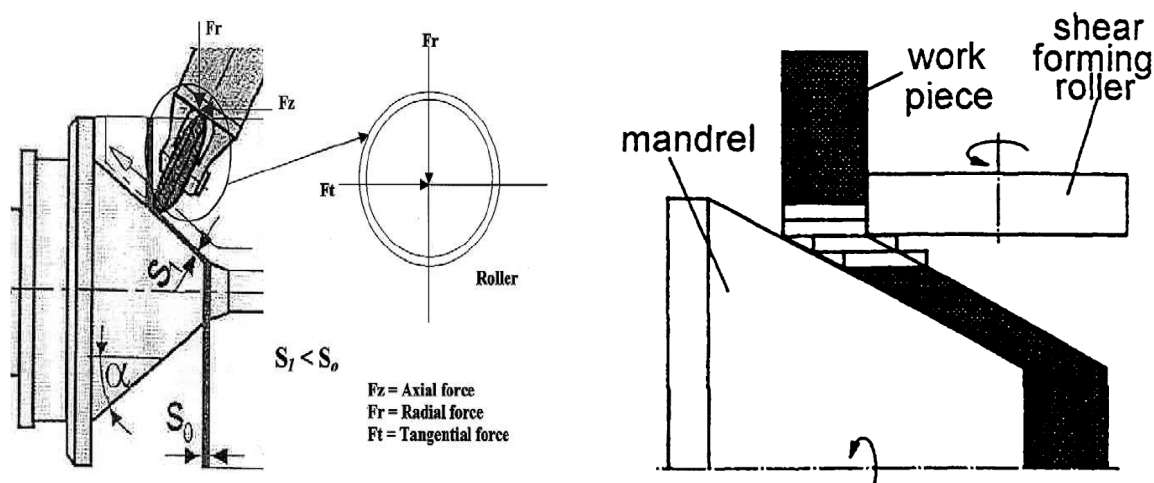


Figure 3: Fluotournage conique [LAI97]

Le fluotournage conique (figure 3) est né de l'utilisation de la force hydraulique en repoussage. En effet des forces plus importantes qu'en repoussage doivent être produites pour atteindre une réduction significative de l'épaisseur du produit. Cette variation d'épaisseur suit la loi sinus:

$$S_1 = S_0 \sin(\alpha) \quad (1)$$

Avec  $S_1$ , l'épaisseur finale,  $S_0$  l'épaisseur initiale et  $\alpha$  l'angle d'inclinaison de la pièce. Autrement dit, l'épaisseur finale est prédéterminée par l'épaisseur initiale de la préforme et par la variation d'angle lors de la mise en forme [VER83].

Le terme anglais désignant ce procédé, shear forming (mise en forme par cisaillement), est tout à

fait en accord avec le mécanisme de déformation que l'on attribue à ce procédé, comme le montre la figure 3.

Par conséquent, le procédé conserve la dimension de circonférence de la préforme. Autrement dit, sur un disque initial, un point de matière situé à la distance  $r$  de l'axe de symétrie du disque restera à la même distance lors et après fluotournage. Ce point va se déplacer selon une génératrice parallèle à l'axe de symétrie de la pièce au cours du fluotournage.

L'angle  $\alpha$  peut prendre des valeurs diverses le long de la génératrice du produit fini.

Le chemin de la molette est déterminé de telle sorte que l'espace entre la molette et le mandrin vaut  $S_i = S_0 \sin(\alpha)$ . Si ce n'est pas le cas, et si le fluotour le permet, la molette aura tendance à prendre place à cette distance par rapport au mandrin, en utilisant les élasticités respectives des outils ou de la pièce.

Si cela n'est pas possible, des défauts apparaîtront au niveau de la collerette de la pièce non encore travaillée par la molette (figure 4), car les contraintes engendrées par la mise en forme ne se limiteront pas à la petite zone de travail, mais seront propagées devant la molette :

- Si la molette est trop éloignée du mandrin par rapport à la distance idéale, c'est-à-dire si  $S_i > S_0 \sin(\alpha)$  du mandrin, la collerette aura tendance à se recroqueviller dans la direction radiale et montrera des plis de flambement.
- Au contraire, si la molette est plus proche du mandrin par rapport à la valeur idéale, c'est-à-dire si  $S_i < S_0 \sin(\alpha)$ , alors la matière se trouve en excès devant la molette et la collerette aura tendance à se plier vers l'extérieur, à former une cloche (le phénomène est quelquefois nommé *belling* en anglais)

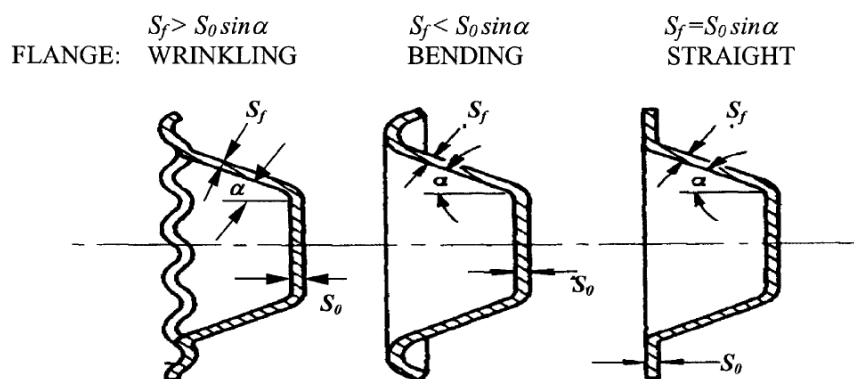


Figure 4: Défauts en fluotournage conique [ARV83]

### c) Le fluotournage cylindrique

Dans ce procédé, le métal est idéalement déplacé axialement le long du mandrin, alors que le diamètre interne reste inchangé. On l'utilise pour produire des objets cylindriques. Les fluotours cylindriques emploient deux ou trois molettes, symétriquement réparties autour de l'axe de rotation de la pièce. Les ébauches sont généralement préformées par emboutissage ou forgeage. On produit par cette technique des objets à symétrie axiale parfaite, dont le matériau a subi un écrouissage, à partir d'outillages simples et peu coûteux. L'ébauche est ajustée sur un mandrin et une molette approche le tube le long de l'axe de rotation de la pièce. L'épaisseur du tube est réduite et le matériau est incité à s'écouler dans la direction axiale. Nous verrons dans les sections suivantes que l'écoulement dépend de la zone de contact entre la molette et le tube, notamment des valeurs respectives des dimensions circonférentielles et axiales de cette zone. Intuitivement, on prédit que le métal s'écoule préférentiellement là où il n'y a pas contact avec la molette [VER83].

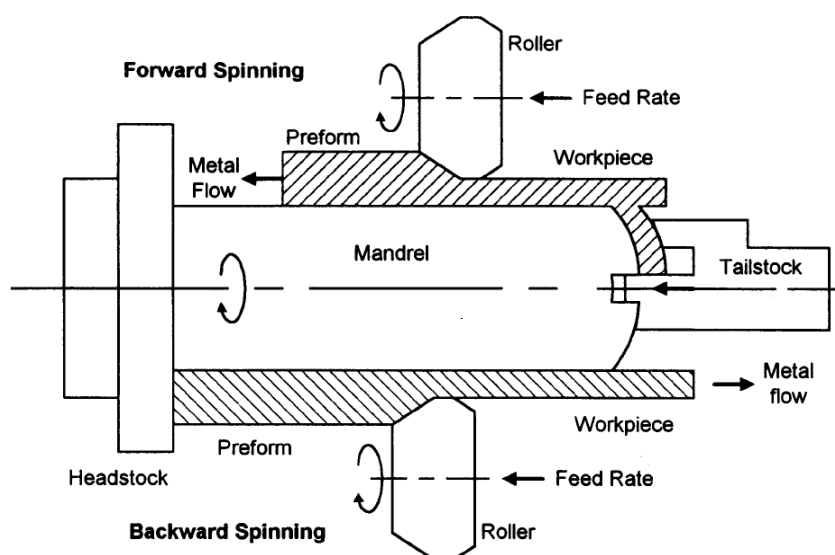


Figure 5: Procédés de fluotournage direct et inverse [WON03]

Deux méthodes de fluotournage peuvent être employées, la méthode directe ou inverse telle qu'on peut le voir sur la figure 5.

Le fluotournage direct est adapté aux produits exigeant une grande précision, aux cylindres à paroi fine, et aux cylindres supportant de grandes pressions [CHA98].

Le fluotournage direct exige qu'une extrémité du tube soit fermée, puisque une contre-pointe fixe cette extrémité solidaire du mandrin, laissant libre le cylindre sur toute sa longueur. La matière s'écoule majoritairement dans le sens de déplacement de la molette

Dans le cas contraire, si l'on travaille un tube ouvert, on peut employer le fluotournage inverse. Dans ce cas, le tube est maintenu en butée contre la face côté broche du mandrin. La pièce finie

peut être plus longue que le mandrin.

Le fluotournage inverse est également utilisé pour les préformes ne présentant pas une ductilité suffisante pour le fluotournage direct. Les taux de réduction peuvent être supérieurs en fluotournage inverse. Le déplacement de matière a lieu dans le sens opposé au déplacement de molette.

### ***I.1.3. Les variables de procédé en fluotournage cylindrique***

Le mandrin et les molettes sont les seules pièces qui soient en contact direct avec le tube à mettre en forme. Le mandrin doit avoir un diamètre égal à celui de la paroi interne du tube Il est comme la molette quasiment inusable [VER83].

Les efforts exercés sur chaque molette sont très dépendants du matériau fluotourné et dépendent de la réduction appliquée ainsi que des dimensions du tube et des molettes [VER83]. Ces efforts sont supérieurs à ceux du repoussage et du fluotournage conique.

#### **a) Molette**

Les fluotours sont généralement équipés d'une à trois molettes afin de minimiser la déflexion du mandrin et équilibrer les charges. La molette est en rotation libre sur son axe. On la caractérise généralement par 3 paramètres : [MA93]

- Le diamètre
- L'angle d'attaque : angle mesuré entre le flan de la molette et un plan colinéaire à son axe.
- Le rayon d'attaque : rayon de l'arc en contact avec la matière lors du fluotournage

#### **b) Avance, taux de réduction et fluotournabilité**

- Vitesse d'avance

L'avance est définie par la distance parcourue dans la direction axiale par la molette par rapport au mandrin, on l'exprime en mm/tour. D'une manière générale, pour des petites valeurs d'avance, on observe une augmentation du diamètre interne de la pièce [JAH00].

Au contraire, si la valeur de l'avance est trop importante, d'autres défauts apparaissent tels que des irrégularités de diamètre, une contraction de diamètre ou un mauvais état de surface.

- Réduction

La réduction est définie par :  $R(\%) = [(e_0 - e) / e_0] \times 100$  avec  $e_0$ , épaisseur initiale et  $e$ , épaisseur finale. Kalpakcioglu [KAL64] a été le premier à s'intéresser au problème de la réduction. Une réduction importante d'un matériau lors d'une passe unique peut endommager le matériau en avant de la molette selon la ductilité du matériau considéré. Dans le cas où l'on procède à plusieurs

passes, la ductilité diminue du fait de l'érouissage issu des passes précédentes. Les taux de réduction tolérables par le matériau diminuent avec le taux d'érouissage, donc nécessitent en théorie une diminution à chaque passe.

Jahazi et al. [JAH00] ont montré que la réduction tout comme l'avance a une valeur minimale en dessous de laquelle l'écoulement de matière montre des instabilités. Ceci est lié au fait que le taux de réduction influence la forme et les dimensions de la zone de contact.

- Fluotournabilité

La fluotournabilité d'un matériau se définit par le taux de réduction maximal par passe qu'un matériau peut supporter sans former de plis de flambage ni de ruptures [CHA98].

On définit deux types de fluotournabilité : la macrofluotournabilité et la microfluotournabilité qui sont appliquées si le critère de fissure est respectivement macroscopique ou microscopique. La microfluotournabilité est importante à considérer pour les tubes subissant des attaques chimiques ou amenés à être utilisés en milieu corrosif.

### c) Lubrification

Il existe en fluotournage deux zones opportunes à la lubrification: la surface de contact entre le mandrin et le tube et la zone de contact entre le tube et la molette. Beaucoup d'études ont pris le parti d'émettre l'hypothèse qu'aucun frottement n'existait entre la molette et le tube et que le glissement du tube sur le mandrin était négligeable. Cependant, une lubrification de ces deux zones a montré des changements dans les comportements de la matière.

Nawi et Mahdavian [NAW98] ont travaillé sur la lubrification dans le procédé de fluotournage de tubes. En 1998, l'équipe a publié des premiers constats concernant l'influence de la lubrification sur le procédé, notamment il a été observé que la lubrification avait des conséquences non négligeables sur l'état de surface final du tube, sur les forces de mise en forme, sur l'obtention de l'épaisseur désirée, enfin, par voie de conséquence, sur le bourrelet de matière devant la molette.

#### *1.1.4. Défauts rencontrés en fluotournage*

Les défauts rencontrés en fluotournage conique et cylindrique sont de types et d'origines différents.

Les deux principaux défauts rencontrés en fluotournage cylindrique sont l'accumulation de matière devant la molette et les changements de diamètres de la paroi interne du tube. Ils sont tous deux tributaires du choix du taux de réduction et d'avance [WEL68].

Enfin, il est possible d'observer une inconstance du diamètre final interne de la pièce quand bien même la génératrice dessinée par l'outil est réglée parallèle à l'axe de rotation de la pièce [XUE97]

[XUE972].

#### **a) Accumulation de matière**

On observe deux types d'accumulation, soit une augmentation du diamètre devant la molette par la formation d'un bombage, soit une augmentation de diamètre compensée par un décollement de l'ébauche par rapport au mandrin devant la molette. Cette accumulation de matière a tendance à intensifier les contraintes résiduelles [WEL68].

Le phénomène est d'autant plus important que le taux de réduction et l'avance sont grands. On peut résoudre le problème en infligeant une inclinaison à la molette permettant donc un écoulement du métal dans la direction opposée à la course de la molette sous la molette. Cependant cette méthode peut laisser un état de surface inapproprié. On peut alors parer à cela en faisant varier le rayon de nez de molette et en diminuant les avances et taux de réduction.

#### **b) Grossissement de diamètre de la surface interne du tube**

L'analyse des champs de déformation ont permis d'expliquer un défaut important et souvent observé qui consiste en une variation du diamètre interne du tube.

Notamment, Xue et al. [XUE97] [XUE972] ont montré par des simulations FEM que la déformation plastique a lieu d'abord sur la surface externe (figure 6), puis s'étend sur la surface interne, enfin au cœur de la matière. Le gradient de déformation observée dans l'épaisseur serait à l'origine du grossissement de diamètre.

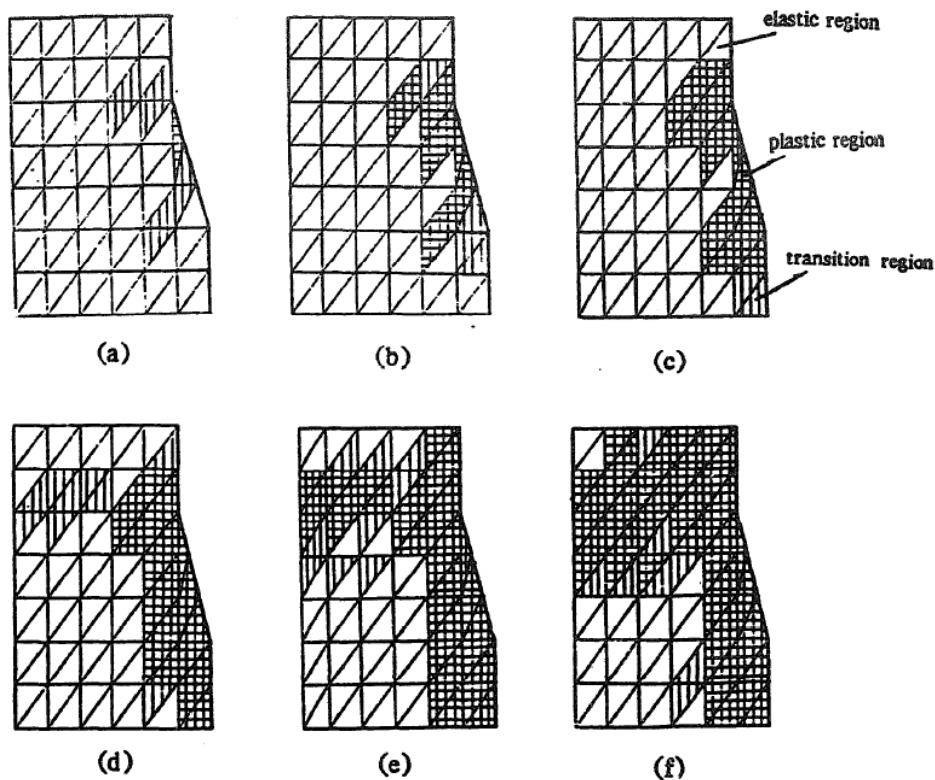


Figure 6: Expansion de la région de déformation plastique lors du fluotournage inverse [XUE97]

Le gonflement de diamètre dépend de l'avance dans le cas du fluotournage direct mais ne montre pas de dépendance dans le cas du fluotournage inverse.

Augmenter le taux de réduction ou l'avance ou même l'angle d'attaque permet de diminuer le grossissement de diamètre mais induit une accumulation de matière importante devant la molette. On réalise bien, d'après l'énoncé des origines et explications de ces défauts qu'il s'agit de trouver un compromis tant en taux de réduction qu'en avance, puisque les tendances s'opposent pour ce qui est de l'influence des variables de procédé.

### c) Déviation de l'outil

D'une manière générale, la réduction effective diminue lorsque la molette progresse du fait de l'accumulation de matière croissante au fur et à mesure de l'avance de la molette. Il existe donc un régime transitoire, pendant lequel l'empilement de matière croît et l'outil dévie de sa position radiale initiale. [WON04]

Plus l'avance est petite plus la réduction effective est proche de la réduction nominale. Ceci peut être dû au fait qu'à de grandes valeurs d'avance, le matériau a plus tendance à s'échapper sous la



molette, dans la direction opposée à l'avance de celle dernière. La solution à ce défaut est la compensation de la déviation de l'outil par l'application d'une force croissante de la molette sur le tube, sachant qu'une augmentation de la force appliquée implique une modification des champs de contrainte et donc des zones de plasticité au niveau de la zone de contact.

### ***1.1.5. Changements microstructuraux***

Le fluotournage modifie profondément les propriétés du matériau. L'érouissage dépend du taux de réduction. On observe une augmentation de la limite élastique et de la résistance à la rupture. Chen et al. ont été les précurseurs à analyser la microstructure des tubes fluotournés. [CHE02] [CHE022]

Les grains homogènes avant fluotournage s'allongent dans deux directions: la direction axiale et la direction circonférentielle. Pour de grands taux de réduction (de l'ordre de 80%), les grains se déforment pour obtenir au final de fines bandes aux faces parallèles, qui suivent la direction de la molette, c'est-à-dire qui suivent le chemin d'une hélice dessinée autour du tube.

### ***1.1.6. Modélisation du fluotournage***

La modélisation du fluotournage par éléments finis a été étudiée par Kemin [KEM972] [KEM972], Xu [XU01] et Hua [HUA05]. Les résultats présentés par Kemin montrent la localisation forte de la déformation à proximité de la zone de contact avec les outils. Ces observations permettent notamment de proposer une explication à certains défauts rencontrés, tels que le grossissement de diamètre. Xu, d'une manière très similaire, utilise la simulation par éléments finis pour étudier la distribution de la contrainte et de la vitesse de déformation sur la pièce et en particulier autour de la zone en contact avec les molettes. Enfin Hua présente un modèle de fluotournage qui prend en compte une cinématique très proche du procédé réel, c'est-à-dire, l'entraînement de la molette par la rotation du mandrin, la rotation libre des molettes. Cette modélisation précise a permis de représenter correctement les efforts appliquée par les outils.

### ***1.1.7. Conclusion***

Le fluotournage cylindrique est un procédé unique qu'on ne peut apparenter au fluotournage conique, et encore moins au repoussage, car les mécanismes de déformation en sont très distincts.

Les études faites jusqu'ici ne présentent pas d'analyses précises concernant l'évolution des champs de contrainte et déformations au fur et à mesure de la progression de la molette le long de la pièce. Wong et al. [WON04] ont présenté le problème en suggérant la déviation de l'outil par rapport à l'axe de rotation de la pièce et en mesurant la variation d'épaisseur de la collerette d'excès de matière formée en avant de la molette.

En ce qui concerne les géométries de molette, aucune analyse connue ne mentionne un paramétrage du diamètre de la molette par rapport au diamètre de la préforme. Or ce paramètre pourrait affecter les dimensions de la zone de contact entre le tube et la molette et par la même, l'écoulement de la matière.

Tous les défauts rencontrés en fluotournage sont à mettre en relation directe avec l'écoulement de la matière au niveau de la zone de contact, impropre à la déformation attendue. L'écoulement, quant à lui, est le résultat d'une géométrie de zone de contact et une répartition bien particulière des charges appliquées par la molette.

Cette analyse met en évidence l'interdépendance de tous les paramètres de procédé et aussi des propriétés du matériau. Le résultat est sensible à tous les paramètres sans exception. Il en résulte donc le besoin de pouvoir modéliser avec précision le procédé de fluotournage cylindrique.

Enfin, les travaux de modélisation montrent qu'une bonne représentation de la cinématique des outils et une adaptation du maillage à la forte localisation de la déformation sont importantes pour modéliser le fluotournage précisément.

## **I.2. Comportement mécanique et métallurgique du tantale**

### ***I.2.1. Comportement mécanique du tantale et modélisation***

La modélisation du comportement mécanique du tantale pour le procédé de fluotournage exige des lois qui permettent de prendre en compte les mécanismes particuliers de ce métal sur une large gamme de déformation et vitesse de déformation. Parmi les spécificités du tantale, on note une ductilité importante aux faibles et grandes vitesses de déformation, et d'une façon plus étonnante, une évolution décroissante de l'écrouissage avec la vitesse de déformation. On évoque selon la vitesse de déformation et la température, une contribution thermiquement activée (typiquement liée au franchissement des barrières de Peierls) et athermique, liée à la mobilité des dislocations dans des « amas » ([REG83] [BUY96] [NEM98]). La contribution thermiquement activée, commune aux matériaux cubiques centrés (cc) en général a pour conséquence une contrainte qui décroît rapidement si la température augmente et qui augmente de manière significative avec la vitesse de déformation.

Buy [BUY96] réalise un modèle de comportement mécanique sur la base du modèle de Klepaczko [KLE75] établie initialement pour les métaux cubiques à faces centrés (cfc), qui permet de prendre en compte le franchissement d'obstacles :

- obstacles thermiquement activés, considérés aux faibles températures et grandes vitesses de déformation (franchissement des barrières de Peierls)
- obstacles forts, indépendants des variations de température ou de vitesse (liés à la densité de dislocations)

Par ailleurs, Buy [BUY96] apporte des éléments essentiels à la compréhension de la diminution de l'écroutissage avec la vitesse de déformation. Au cours de la déformation, le tantale va vers une saturation de sa densité de dislocations qui est d'autant plus basse que la vitesse de déformation est grande. Il suggère alors que la multiplication des dislocations est peu dépendante de la température ou de la vitesse de déformation. En revanche, l'annihilation réciproque des dislocations est facilitée lorsque la vitesse de déformation augmente car elles sont capables de parcourir des distances plus grandes. En effet, l'hypothèse avancée consiste à dire que la vitesse des dislocations mobiles croît de manière importante avec la contrainte effective. Et les valeurs hautes de la contrainte effective permettent également de remobiliser des dislocations immobiles. Buy met en évidence aussi des effets d'histoire de chargement sur la base de travaux de comparaison entre des essais de traction et de compression.

Alors que Regazzoni [REG83] et Buy [BUY96] évoquent une augmentation de la restauration dynamique avec la vitesse de déformation, les travaux de Rittel [RIT07], soutenus par des mesures de températures, évoquent une dissipation complète de la puissance mécanique en chaleur dans le cas d'essais dynamiques. Ces deux thèses sont tout à fait cohérentes. En effet, Buy montre que l'écroutissage n'évolue plus à partir d'une certaine déformation et cela arrive d'autant plus rapidement que la vitesse de déformation est élevée, ce qui signifie que la multiplication et l'annihilation des dislocations se compensent, et la densité de dislocation n'évolue plus. L'énergie mécanique apportée par la déformation n'est plus stockée et est diffusée entièrement en chaleur.

Juanicotena [JUA98] propose d'utiliser une loi rhéologique pour le comportement du tantale adaptée aux très grandes déformations (jusqu'à  $10^{12} s^{-1}$ ) et sur une gamme de température étendue : le modèle de Preston-Tonks-Wallace:

$$\sigma = 2\mu\bar{\tau} \quad (2)$$

$$\text{Avec } \bar{\tau} = \bar{\tau}_s - (\bar{\tau}_s - \bar{\tau}_y) \exp\left(-\frac{\theta \varepsilon^p}{\bar{\tau}_s - \bar{\tau}_y}\right) \quad (3)$$

$$\text{Où } \bar{\tau}_y = \max\left\{y_0 - (y_0 - y_\infty) \operatorname{erf}\left(\kappa T \ln \frac{\dot{\varepsilon}_0}{\dot{\varepsilon}}\right), \min\left(y_1 \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right)^{y_2}, s_0 \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right)^\beta\right)\right\} \quad (4)$$

$$\text{Et } \bar{\tau}_s = \max\left\{s_0 - (s_0 - s_\infty) \operatorname{erf}\left(\kappa T \ln \frac{\dot{\varepsilon}_0}{\dot{\varepsilon}}\right), s_0 \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right)^\beta\right\} \quad (5)$$

Les coefficients  $y_0$ ,  $y_\infty$ ,  $s_0$ ,  $s_\infty$ ,  $\kappa$ ,  $\gamma$ ,  $\theta$  caractérisent le comportement du matériau dans le domaine moyennement dynamique incluant les mécanismes athermiques et thermiquement activés.

Les coefficients  $y_1$ ,  $y_2$  et  $\beta$  caractérisent le comportement du matériau aux très grandes

vitesse de déformation.

Le module de cisaillement  $\mu$  dépend de la température. Le coefficient  $\dot{\epsilon}_0$  est une variable homogène à une vitesse et intrinsèque au matériau.

Ce modèle dépendant de la déformation plastique, de la vitesse de déformation et de la température, permet de restituer correctement les mécanismes athermiques, thermiquement activés et les mécanismes de frottement visqueux présents sur les très larges gammes mécanique et thermique considérées. Il retranscrit bien les dépendances de la contrainte à la température et à la vitesse de déformation mais aussi la chute de l'écroûissage pour une vitesse de déformation croissante. Contrairement aux travaux de Buy, Juanicotena ne s'intéresse pas aux effets d'histoire de chargement du matériau, comme par exemple l'évolution de la densité de dislocations en fonction de la température ou la vitesse de déformation.

Un point important dans le comportement mécanique du tantale est sans doute la dépendance de sa réponse mécanique au type de chargement appliqué ([BUY96] [JUA98]). Modéliser cette anisotropie est possible mais difficile à intégrer dans un modèle numérique. Un travail de modélisation du comportement du tantale a été réalisé par Fresnois [FRE01]: c'est une modélisation polycristalline visant à déterminer la texture induite par la déformation. Bien que limité aux faibles vitesses de déformation, ce modèle permet de restituer les effets du trajet de chargement très marqués dans le cas du tantale en définissant un nouveau critère de plasticité dépendant de la texture des grains.

Pour résumer, le fluotournage exigeant une gamme de vitesse de déformation large, les modèles rhéologiques possibles se limitent aux modèles de Buy et de Preston-Tonks-Wallace déjà validés pour le comportement du tantale. L'utilisation du modèle physique de Buy montre également l'avantage de restituer les effets de mémoire de la microstructure par des lois physiques dépendantes de la variable interne densité de dislocations. Cet avantage est crucial dans l'objectif de coupler l'histoire mécanique du matériau à son évolution microstructurale en traitement thermique.

Le choix du modèle rhéologique de Buy implique d'une part la réalisation d'essais mécaniques spécifiques (pour sa calibration/validation), et d'autre part, dans le cadre de la modélisation du fluotournage, son implémentation dans un code de calcul FEM.

### ***1.2.2. Localisation de la déformation à grande vitesse de déformation, restauration et recristallisation dynamique***

L'application balistique du tantale a suscité un intérêt particulier pour l'étude mécanique du tantale aux grandes déformations et aux très grandes vitesses de déformation (à partir de  $10^4 \text{ s}^{-1}$ ). Même si on ne situe pas le fluotournage parmi les procédés concernés par de telles gammes, ces

études apportent cependant des éléments de compréhension sur l'évolution de la microstructure lors de sa déformation.

D'une manière générale, le tantale est très ductile et donc sensible à la localisation de déformation aux grandes déformations et vitesses de déformation. Par ailleurs, ces conditions mécaniques sont logiquement et, sauf dispositif particulier, accompagnées d'un échauffement tel que l'on y associe les mécanismes de restauration et de recristallisation dynamique. C'est l'hétérogénéité de la déformation qui est à l'origine de la localisation de la déformation.

En général, c'est l'équilibre écrouissage/adoucissement thermique qui est à l'origine de l'effondrement de la contrainte et donc de la localisation. Cependant, le tantale, caractérisé par un écrouissage saturé, ne répond pas à la même règle. Nestenrenko [NES97] suggère que la localisation se situe pour ce matériau à l'échelle du grain et est causée dans le cas du tantale par un adoucissement lié plus à la texture et à l'anisotropie de la déformation. L'adoucissement lié aux orientations cristallographiques se fait de manière hétérogène dans le matériau et peut déclencher l'apparition de bandes de cisaillement. Dans les grains, où la déformation s'est localisée et la température s'est élevée, Nesterenko et Vecchio [VEC94] décrivent la formation d'une fragmentation en petits sous-grains. A l'origine de ces sous-grains et cellules de dislocations très allongés, ils évoquent la restauration dynamique. Ils ont montré que ces cellules ont entre elles une désorientation qui croît au fur et à mesure que la taille des cellules diminuent. Nemat-Nasser [NEM98] a montré en outre que ces cellules sont d'autant plus petites que la déformation est grande. Le terme 'restauration dynamique' utilisé ici fait référence à de la restauration thermiquement activée mais qui a lieu au cours de la déformation, en général à de très grandes vitesses de déformation. Ce mécanisme appelé en langue anglaise 'dynamic restoration' doit être distingué du mécanisme de restauration (annihilation des dislocations) qui s'oppose à l'écrouissage, qui a lieu également lors de la déformation mais qui peut avoir lieu à froid ('dynamic recovery').

Les travaux de Nemat-Nasser permettent d'apporter des éléments importants sur l'identification de la restauration dynamique en réalisant des essais toujours à grandes déformations et grandes vitesses de déformation mais quasi-isothermes. Il montre alors que, par rapport aux essais adiabatiques, la densité de dislocations générée est beaucoup plus importante.

Pour résumer, les essais sur le tantale à très grandes vitesses de déformation ont la particularité de générer une localisation de déformation qui est due principalement à des effets cristallographiques. Les conditions mécaniques et thermiques d'apparition de ces bandes de localisation sont favorables à la restauration dynamique générant une sous-structure de cellules de dislocations. Avec l'augmentation de la déformation, ces cellules deviennent de plus en plus petites et désorientées. On parle alors de fragmentation en sous-grains qui, si l'échauffement est suffisamment important et permet d'atteindre une température de recristallisation (à partir de 800 K), sont des sites favorables à la recristallisation dynamique. Dans toutes ces études, il ressort cependant que ces mécanismes de fragmentation, restauration et recristallisation sont simultanés. Ce

qui est important à retenir pour notre étude, c'est que l'initiation de la localisation lors de la déformation du tantale n'est pas forcément liée à des effets thermiques et, donc, que l'hétérogénéité de la déformation à l'échelle du grain est possible à des vitesses plus faibles.

### ***1.2.3. Microstructure de déformation et recristallisation statique***

La microstructure de la déformation à froid et à des vitesses de déformation faibles a été le centre d'intérêt de nombreuses études [WEI03] [MAT06] [MAT07] [VAN79] [SAN99] [SAN01] [SAN05] [BEC93]. Notamment on a cherché à savoir de quelle manière cette déformation influençait la recristallisation qui a lieu lors d'un traitement thermique successif. Trois points importants sont étudiés, l'uniformité de la taille des grains, l'hétérogénéité de la cinétique de recristallisation, et, à une échelle plus macroscopique, la compétition de celle-ci avec la restauration statique.

#### **a) Mécanismes de formation des germes**

L'uniformité de la taille des grains recristallisés par rapport à l'uniformité de la déformation a été l'objet de travaux menés par Wei et Mathaudhu [WEI03] [MAT06] [MAT07]. Leurs travaux sur le procédé de ECAE (Equal Channel Angular Extrusion), qui consiste à déformer et écrouir un matériau en lui faisant traverser un canal coudé, ont permis de relier la déformation à la taille et l'homogénéité des grains recristallisés.

Les déformations importantes atteintes par ECAE entraînent la formation d'une sous-structure fine constituée de petits sous-grains, qui seraient des sites de germination privilégiés pour la recristallisation ultérieure lors d'un traitement thermique. Dans ce sens, la quantité de déformation et donc la densité de dislocations dictent le nombre de grains recristallisés et la taille des grains de la structure finale. Comme pour le fluotournage, les déformations sont telles en ECAE que l'on atteint une saturation de l'écrouissage (de la densité de dislocations), donc à partir d'une certaine valeur de déformation (qui correspond dans ces travaux à 2,3), on atteint une taille minimale de grains recristallisés. Au delà de cette déformation, la taille des grains n'évoluent plus avec la déformation. En revanche -et ce point est le résultat principal de ces études- l'homogénéité de la taille de grain s'améliore si on augmente encore plus la déformation. Pour expliquer cette tendance, les auteurs supposent alors que plus on déforme, plus on active de systèmes de glissement et plus la déformation est homogène à l'échelle granulaire. Un autre résultat de ces travaux concerne la cinétique de recristallisation (temps et /ou température). Il semble qu'elle soit sensible à la déformation, et non pas à la dimension de la sous-structure générée par la déformation (corrélée à la densité de dislocations).

On retient donc qu'augmenter la déformation permet de réduire la taille des grains recristallisés jusqu'à un certain point (jusqu'à une déformation proche de 2). Si l'on augmente encore plus la déformation, on ne diminuera plus la taille de grain (autour de 20 microns) mais on uniformisera la

distribution des tailles.

Le point important de ces travaux est sans doute le type de mécanisme de formation des germes. Il semble qu'une déformation importante génère des sous-grains qui vont donner les germes de recristallisation. Il est à noter que ce mécanisme est très proche de celui observé en recristallisation dynamique du tantale. A ce niveau des connaissances sur le tantale, on ne peut prédire les mécanismes de formation de germes qui ont lieu suite à des déformations plus faibles, ni l'influence de la taille de grain avant déformation sur la structure recristallisée. En effet, dans tous ces travaux, le matériau avant déformation consiste en de très gros grains (0,5 à 2 mm de diamètre).

En règle générale, les germes de recristallisations sont liés au taux d'écroutissage et on peut s'attendre à les voir apparaître au voisinage des joints de grain. En effet, ces germes doivent présenter des désorientations cristallographiques importantes vis-à-vis de leur entourage pour se développer. La germination au niveau des joints de grain n'est pas un mécanisme qui a été mis en évidence dans ces travaux. Il est à noter que l'utilisation d'un matériau avec une grande pureté comme c'est le cas dans ces études ne facilite pas la formation de germes. D'un côté, les impuretés limitent la mobilité des joints de grain, donc ralentissent la recristallisation mais d'un autre côté, elles peuvent stimuler la germination (en particulier quand elles sont concentrées aux joints de grains).

### **b) Hétérogénéité de l'écroutissage à l'échelle du grain**

L'impact de l'hétérogénéité de la déformation sur la microstructure recristallisée résultante a été étudié d'abord par Vandermeer [VAN79] puis par Sandim [SAN99] [SAN01] [SAN05]. Ils apportent des réponses sur l'origine de l'hétérogénéité à l'échelle du grain. Tous ont comparé différentes orientations cristallographiques après déformation avant de réaliser le traitement thermique. A la lumière des travaux de Vandermeer, Sandim a étudié un bi-cristal du tantale. Il constate que l'un va recristalliser rapidement, et que l'autre va restaurer intensément. Il observe que les grains qui ont recristallisé avaient une très fine sous-structure hétérogène après déformation, alors que les grains non recristallisés avaient une structure très homogène. Il attribue cette différence à la stabilité de la déformation qui est directement liée à l'orientation du grain. Si le grain a une orientation favorable à la déformation (faible valeur du facteur de Taylor), alors il aura une déformation stable et une structure déformée homogène. En fait, si l'orientation est favorable, la multiplication des dislocations est plus faible, donc l'écroutissage est moins important. Au contraire, si le grain a une orientation défavorable vis-a-vis du mode de déformation, alors la déformation apparaît plus instable et va générer une sous-structure très hétérogène de petits grains très désorientés entre eux et qui sont autant de germes potentiels pour la recristallisation.

Vandermeer suggère que la recristallisation est d'autant plus rapide que les sous-grains de cette sous-structure sont plus gros. Dans la mesure où la recristallisation du tantale pur semble avoir lieu sans incubation de nouveaux germes, on peut douter de la nature de ce mécanisme de

renouvellement de la structure du matériau: parle-t-on réellement de recristallisation ou de simple croissance de grain? Vandermeer a utilisé un modèle de croissance de grain et l'a comparé avec ses temps de recristallisation. Pour le grain le plus défavorablement désorienté, le temps de recristallisation est  $10^8$  fois plus grand que celui prévu par le modèle de coalescence. Il montre aussi que les temps sont variables selon l'orientation cristallographique initiale du grain. Plus le grain est proche d'une orientation favorable, plus sa déformation est stable, donc moins il est écroui, et moins il y aura de germes actifs et plus le temps de recristallisation sera long.

A cause de la forte influence de l'orientation cristallographique des grains sur le mécanisme de formation de germes du tantale, les structures recristallisées sont hétérogènes en taille de grain (certaines zones où les grains recristallisés sont très fins, d'autres zones où les grains recristallisés sont plus gros). Ces structures contiennent de plus quelques grains non recristallisés qui avaient une orientation favorable à la déformation et donc une structure de déformation homogène. Au cours du traitement thermique, ces grains qui sont très pauvres en germes, ne peuvent que restaurer statiquement ou éventuellement être envahis par des grains qui ont germés dans le voisinage.

Ces considérations rejoignent les travaux réalisés par Mathaudu et Wei [WEI03], [MAT06], [MAT07] qui avaient montré qu'en augmentant la déformation, on multipliait les systèmes de glissement actifs. La déformation à l'échelle granulaire devient alors plus homogène car les effets d'orientation sont moins importants. Et ainsi, les cinétiques de recristallisation varient moins d'un grain à l'autre et les tailles de grain deviennent plus uniformes.

### **c) Compétition entre la restauration et la recristallisation**

On a vu que la restauration statique était un mécanisme très actif dans le tantale sur les quelques grains impropres à la recristallisation lors des traitements thermiques. A l'échelle macroscopique, ce mécanisme est en compétition avec la recristallisation pour consommer l'énergie stockée dans le matériau. En effet, Beckenhauer [BEC93] a montré que la température de recristallisation est d'autant plus basse que la rampe de montée en température est rapide. Ceci s'explique par le fait que la restauration, active à des températures inférieures à celles nécessaires à la recristallisation, diminue l'énergie stockée dans les grains et donc retarde le déclenchement de la recristallisation. Dans les essais réalisés par Beckenhauer, plus la montée en température est lente, plus on passe de temps dans la gamme de température où la restauration est efficace et plus on diminue la tendance à la recristallisation.

On notera que pour prendre en compte ces effets de compétition entre restauration et recristallisation, Stüwe [STU02] a mis en place un modèle basé sur l'équation d'Avrami–Johnson–Mehl–Kolmogorov et l'a appliqué au tantale.

## **I.3. Plan de la thèse**



L'état de l'art concernant le fluotournage a montré que la modélisation de ce procédé exige une représentation précise de la cinématique des outils et un maillage suffisamment fin là où la déformation est localisée. Ce procédé implique des déformations et des vitesses de déformation importantes et donc, le modèle rhéologique du tantale doit rendre compte de son comportement dans ces conditions extrêmes. Par ailleurs, la modélisation du comportement du tantale au cours d'un traitement thermique implique une bonne connaissance de l'état énergétique du matériau à la suite de l'étape de fluotournage et suscite donc l'utilisation d'un modèle de comportement mécanique dépendant de la densité de dislocations. Enfin, la modélisation de l'évolution de la microstructure au cours du traitement thermique doit tenir compte de la compétition entre la restauration et la recristallisation. Il apparaît que l'hétérogénéité des mécanismes en jeu lors de la recristallisation et mis en évidence dans la littérature nécessite des observations à l'échelle microscopiques avant de pouvoir proposer un modèle.

Les différents travaux qui ont permis de résoudre les différents problèmes posés sont présentés dans quatre parties:

- La première partie propose de décrire le comportement rhéologique du tantale. On présente pour cela des essais de caractérisation permettant de représenter les conditions de sollicitations du fluotournage (des déformations et des vitesses de déformation couvrant la gamme concernée). Ces essais permettent de mettre en place une loi de comportement élasto-viscoplastique dépendant de la densité de dislocations. On propose également une relation entre la densité de dislocations et l'indice de micro-dureté, relation qui sera utilisée par ailleurs pour déterminer expérimentalement et d'une façon simple la densité de dislocations du matériau. L'étude sera menée sur le tantale mais aussi sur le cuivre, ce dernier servant de matériau école pour l'étude du fluotournage.
- La deuxième partie présente des résultats d'essais de fluotournage réalisés sur des pièces en plomb et en cuivre, permettant de valider la modélisation numérique du fluotournage par le logiciel Forge2007®. On présentera à la fin de ce chapitre une modélisation du fluotournage du tantale et donc une prédiction de la densité de dislocations acquise lors de l'étape mécanique.
- La troisième partie décrit des développements numériques spécifiques au procédé de fluotournage qui ont pour vocation d'optimiser le calcul numérique. On propose des développements d'une formulation ALE favorisant la modélisation des procédés de mise en forme incrémentaux dont fait partie le fluotournage (cette famille de procédé se caractérise par une localisation forte de la déformation et qui se déplace sur la pièce). Au sein d'une formulation ALE avec adaptation de la taille de maille par estimation d'erreur, on enrichit le modèle en couplant l'erreur existante de Zienkiewicz Zhu avec une nouvelle erreur spécifique à ce type de procédé de mise en forme ainsi qu'un algorithme visant à améliorer la conservation des surfaces libres.

- La quatrième et dernière partie est consacrée à la caractérisation d'évolutions métallurgiques du tantale soumis à un traitement thermique, et à la modélisation de la restauration statique. Le modèle proposé est relié à la densité de dislocations mesurée, et également prédite au terme de l'étape de mise en forme suivant les considérations des précédents chapitres. La recristallisation statique du tantale n'est pas modélisée, mais des observations in situ sont menées grâce à l'utilisation d'un Microscope Électronique à Balayage (MEB) muni d'une platine chauffante. Ces derniers travaux pourront servir de base au développement futur d'un modèle de recristallisation du tantale.



## **II. Caractérisation du comportement du cuivre et du tantale en fonction de la densité de dislocations**

### **II.1. Introduction**

La modélisation du fluotournage du tantale nécessite la connaissance de son comportement mécanique pour des gammes de température, déformation et vitesse de déformation en adéquation avec le procédé de fluotournage. En l'occurrence, des premières études de simulation du fluotournage nous apprennent que l'on se situe sur une gamme de vitesses de déformation de  $10^{-4}$  à  $10^3 \text{ s}^{-1}$ , de température ambiante à une centaine de degrés et de déformation cumulée pouvant atteindre 5. Les rhéologies classiques ne permettent pas de représenter de telles gammes. Pour cette raison, on se réoriente vers un modèle physique issu des travaux de Klepaczko [KLE75] et Buy [BUY96] qui, globalement, modélisent le durcissement dû aux dislocations et à la vitesse de déformation, et l'adoucissement dû à la température. Par rapport au modèle de Preston-Tonks-Wallace, ce type de modèle a l'avantage de suivre l'évolution d'une variable intrinsèque directement liée à l'énergie stockée dans le matériau, en l'occurrence, la densité de dislocations.

Le modèle et les essais mécaniques associés doivent être adaptés aux gammes étudiées. C'est pourquoi, nous avons réalisé des essais mécaniques par torsion statique et dynamique (avec des barres Hopkinson) ainsi que des essais de compression.

De plus, ce modèle dépendant de la densité de dislocations nous permettra de développer une méthode de caractérisation de l'état d'érouissage du matériau par mesure de la microdureté. Ceci constitue la deuxième partie de ce chapitre: on présente une relation, issue des travaux de Tabor [TAB51] notamment, et qui lie la densité de dislocations à la dureté du matériau. Cette relation est appelée dans la suite du travail, la relation HDD (pour Hardness Dislocation Density).

L'identification des paramètres du modèle et de la relation HDD est faite pour le tantale et le cuivre.

### **II.2. Comportement, modèle et identification**

#### *II.2.1. Modèle rhéologique*

Le durcissement d'un métal peut être classé selon 3 tailles de champ d'influence:

- les champs de contrainte courts ( $< 10$  Angstrom), typiquement, les effets de contraintes de Peierls,
- les champs de contraintes moyens (100-1000 Angstrom), par exemple les champs d'interactions entre les dislocations

- les champs de contraintes longs (> 10000 Angstrom), par exemple, l'influence des tailles de grain ou de sous-grain.

On considère ici un modèle établi par Klepaczko [KLE75] où les contraintes de champs longs n'évoluent pas. Autrement dit, on ne considèrera pas de durcissement du à la taille de grain ou sous-grain.

Dans ce modèle, les évolutions de la rhéologie dépendent donc uniquement de la quantité de dislocations, plus précisément de leurs interactions et du mécanisme de franchissement par les dislocations d'obstacles (barrière de Peierls, forêts de dislocations).

### a) Interactions entre les dislocations

D'une manière générale, un métal sera très dur lorsque la quantité de dislocations est soit très faible soit très élevée (voir figure 7). On suppose ici que l'on se trouve à un niveau faible de la quantité de dislocations mais suffisant pour lui conférer un caractère mou et que le comportement du matériau verra cette quantité de dislocations augmenter pour le rendre plus dur. Sur la figure 7, on reste dans le domaine de définition délimité par des pointillés.

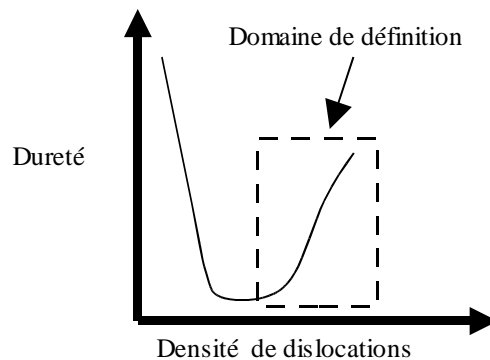


Figure 7: Evolution de la dureté en fonction de la densité de dislocations

La contrainte nécessaire pour obtenir de la déformation plastique dépend de la longueur de dislocation mobile:

$$\sigma \propto \frac{\alpha \bar{M} G b}{l} \propto \alpha \bar{M} G b \sqrt{\rho} \quad (6)$$

Avec  $\alpha$ , constante d'interaction sur les dislocations comprise entre 0.2 et 0.5,

$\bar{M}$ , la moyenne des facteurs d'orientation, pour un métal cc, on retient une valeur proche de 3,

$G$ , le module de cisaillement,

$b$  , la norme du vecteur de Burgers,

$\rho$  , la densité de dislocations,

et enfin  $\bar{l}$  , la longueur de dislocations mobiles (similitude avec la source de Frank-Read).

### b) Définition de la quantité de dislocations mobiles, loi d'évolution

On utilise une forme différentielle de l'évolution de la quantité de dislocations mobiles établie par Klepaczko [KLE75] :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = M_{II} - k_a \rho \quad (7)$$

Dans laquelle  $M_{II}$  est le taux de création des défauts et  $k_a$  est le facteur de réarrangement des défauts. Il a été montré par Klepaczko que  $M_{II}$  ne dépendait en général pas de la température mais bien de la vitesse de déformation. Puis, Buy a montré par des expérimentations qu'il ne dépendait guère de la vitesse de déformation dans le cas du tantale.  $M_{II}$  sera donc choisi constant.

L'annihilation des dislocations est proportionnelle à leur densité, le facteur multiplicatif  $k_a$  dépend de la température et de la vitesse de déformation. Buy propose également un modèle pour le coefficient d'annihilation adapté au comportement du tantale:

$$k_a(\dot{\varepsilon}, T) = k_0 \left( \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^{-2m_0 T} \quad (8)$$

Etant donné que l'on ne fait pas de mesure de la densité réelle de dislocations, on considère une valeur relative de la densité de dislocations par rapport à l'état recristallisé de la matière

$$\frac{\rho_{real}}{\rho_{0real}} = \rho \quad (9)$$

$\rho_{0real}$  est la densité de dislocation réelle de l'état recristallisé.

De ce fait, la densité relative de l'état recristallisé vaut 1.

### c) Mécanismes de durcissement à courte distance

Les mécanismes de durcissement à courte distance sont liés à la présence d'obstacles sur la course des dislocations. Ils incluent les barrières de Peierls Nabarro ou les forêts de dislocations ou encore les montées de dislocations coin. Ces mécanismes sont thermiquement activés. Ils suivent

des lois statistiques de franchissement liées à la vibration des dislocations favorisée par une activation thermique.

On suppose que la fréquence de franchissement suit une loi statistique de Boltzmann :

$$v = v'_0 \exp\left(-\frac{\Delta G}{kT}\right) \quad (10)$$

Où  $v'_0 = \frac{b}{2w} v_D$  est la fréquence de vibration de la ligne de dislocation, 100 à 1000 fois plus faible que la fréquence  $v_D$  qui est la fréquence de vibration des atomes,

$\Delta G$  est l'énergie de Gibbs d'activation.

La dislocation parcourant une distance  $l$  lors du franchissement d'un obstacle, sa vitesse est :

$$v = lv'_0 \exp\left(-\frac{\Delta G}{kT}\right) \quad (11)$$

D'après la relation d'Orowan, on a  $\dot{\gamma} = \rho_m v b$  ( $\rho_m$  est la densité de dislocations mobiles)

$$\dot{\gamma} = \rho_m b l v'_0 \exp\left(-\frac{\Delta G}{kT}\right) \quad (12)$$

Soit,

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_0 \exp\left(-\frac{\Delta G}{kT}\right); \dot{\gamma}_0 \propto \rho_m \quad (13)$$

On obtient  $\Delta G$  avec :

$$\Delta G = \Delta G_0 \left[ 1 - \left( \frac{\tau'}{\tau'_0} \right)^p \right]^q \quad (14)$$

Où  $p$  et  $q$  sont des critères géométriques caractérisant la forme de l'obstacle et  $\Delta G_0$ , un terme d'énergie d'activation, propre au matériau.

En inversant cette dernière équation, on obtient la relation suivante;

$$\tau' = \tau'_0 \left[ 1 - \left( \frac{kT}{\Delta G_0} \ln \left( \frac{\dot{\gamma}_0}{\dot{\gamma}} \right) \right)^{1/q} \right]^{1/p} \quad (15)$$

Où  $\dot{\gamma}_0$  est linéaire à  $\rho_m$  (relation (13))

$\tau'$  est la contrainte en cisaillement effective (composante thermiquement activée de la contrainte d'écoulement) et  $\tau'_0$  est la contrainte en cisaillement effective à 0K.

Il peut être noté que la composante d'activation thermique deviendra négligeable si la température est trop basse.

Par ailleurs, l'équation (15) donnant la contrainte d'écoulement en fonction de la vitesse de déformation et de la température révèle une équivalence vitesse/température :

$$T_1 \ln \left( \frac{\dot{\gamma}_0}{\dot{\gamma}_1} \right) = T_2 \ln \left( \frac{\dot{\gamma}_0}{\dot{\gamma}_2} \right) \quad (16)$$

Il est intéressant d'utiliser cette équivalence pour atteindre des régimes de vitesses de déformation élevées par diminution de la température de traitement. Par exemple, pour atteindre virtuellement une vitesse de déformation de  $1000 \text{ s}^{-1}$  à température ambiante, on peut tester la matière à une vitesse plus faible de  $300 \text{ s}^{-1}$  à une température de  $-17 \text{ °C}$ .

### ***II.2.2. Application au tantale***

On souhaite, avec des essais mécaniques, couvrir la gamme d'étude du fluotournage, c'est-à-dire des vitesses de déformation variant de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à  $10^3 \text{ s}^{-1}$ , à température ambiante. On favorise par ailleurs les essais permettant une déformation cumulée relativement grande car le fluotournage est un procédé où les déformations atteintes sont très importantes ( $>1$ ). On choisit l'essai de compression de pions pour les vitesses les plus faibles sur une gamme de vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  à  $1 \text{ s}^{-1}$ , complété dans la même gamme de vitesses par des essais de torsion statique (vitesses de déformation de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ), et pour les vitesses les plus hautes par des essais de torsion de type Hopkinson (vitesses de déformation dépassant  $200 \text{ s}^{-1}$ ).

#### **a) Essais de compression**

##### ***i. Essais et dépouillement***

Les éprouvettes de compression sont des pions cylindriques de diamètre 7 mm et de hauteur 11.25 mm.



La machine asservie en déplacement permet de réaliser des essais à vitesse de traverse constante selon les valeurs suivantes :  $10^{-2}$ ,  $10^{-1}$ , 1, et 10 mm/s correspondant respectivement à des vitesses de  $10^{-3}$ ,  $10^{-2}$ ,  $10^{-1}$ , et  $1 \text{ s}^{-1}$ . Tous les essais sont faits à température initiale constante, égale à la température ambiante  $T_a=25^\circ\text{C}$ .

On utilise en tant que lubrifiant une pâte au cuivre Molykote HSC.

Quand bien même l'hypothèse n'est pas vérifiée pour ces essais, on suppose un contact glissant pour convertir les courbes de force/déplacement en courbes de contrainte/déformation. Cette hypothèse permet de considérer des champs de déformation, contrainte et vitesse de déformation homogènes dans le pion.

Autrement dit, on considère qu'au temps  $t$  :

La section  $S$  est :

$$S = \frac{S_0 H_0}{H} \quad (17)$$

avec  $S_0$  la section initiale,  $H_0$  la hauteur initiale, et  $H$  la hauteur courante.

La déformation équivalente est donnée par :

$$\bar{\epsilon} = \ln\left(\frac{H_0}{H}\right) \quad (18)$$

La contrainte équivalente est :

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (19)$$

La vitesse de déformation est :

$$\dot{\epsilon} = \frac{V}{H} \quad (20)$$

## ii. Résultats des essais

Après dépouillement on obtient les courbes données par la figure 8.

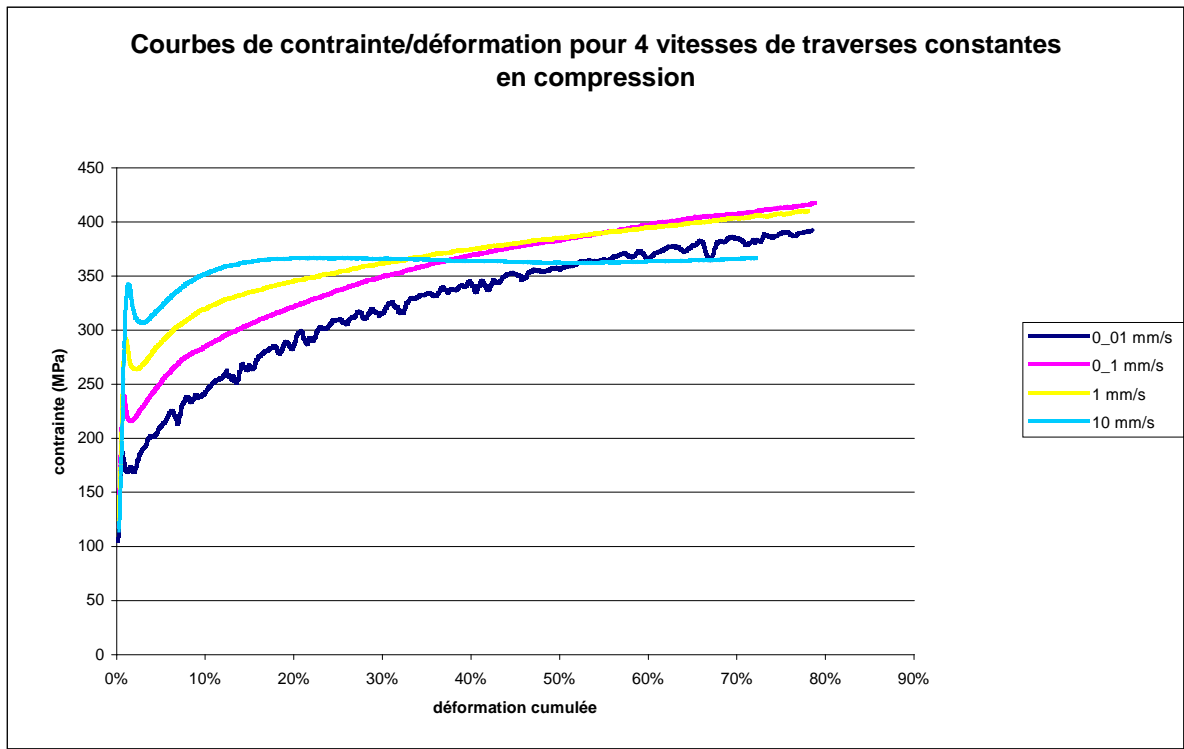


Figure 8: Courbes de contrainte/ déformation du tantale étudié, pour 4 vitesses de d'outil

On note la présence d'un pic à la transition élasto-plastique. Ce pic s'apparente à l'existence d'atmosphères de Cottrell, c'est à dire aux blocages de dislocations par des impuretés qui a pour effet d'augmenter la contrainte de cisaillement critique nécessaire à leur déplacement [BUY96].

### iii. Échanges thermiques dans les pions de compression

On suppose que la température dans l'échantillon augmente en conséquence de la puissance dissipée par la déformation plastique. La variation de température tend à adoucir le matériau pour les vitesses de déformation les plus élevées. Deux essais réalisés à des vitesses de déformation différentes (1 mm/s et 10 mm/s) ont été instrumentés chacun avec trois thermocouples de manière à suivre l'évolution de la température en trois points différents, comme indiqué sur la figure 9.

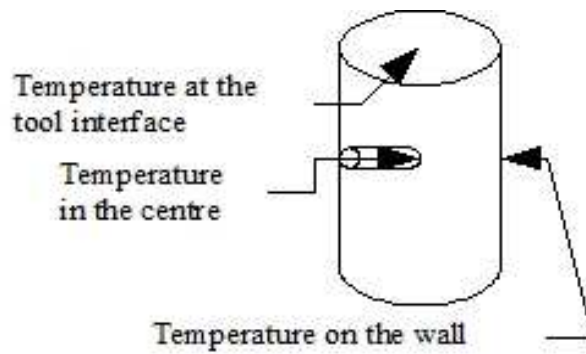


Figure 9: Positionnement des thermocouples sur l'échantillon de compression

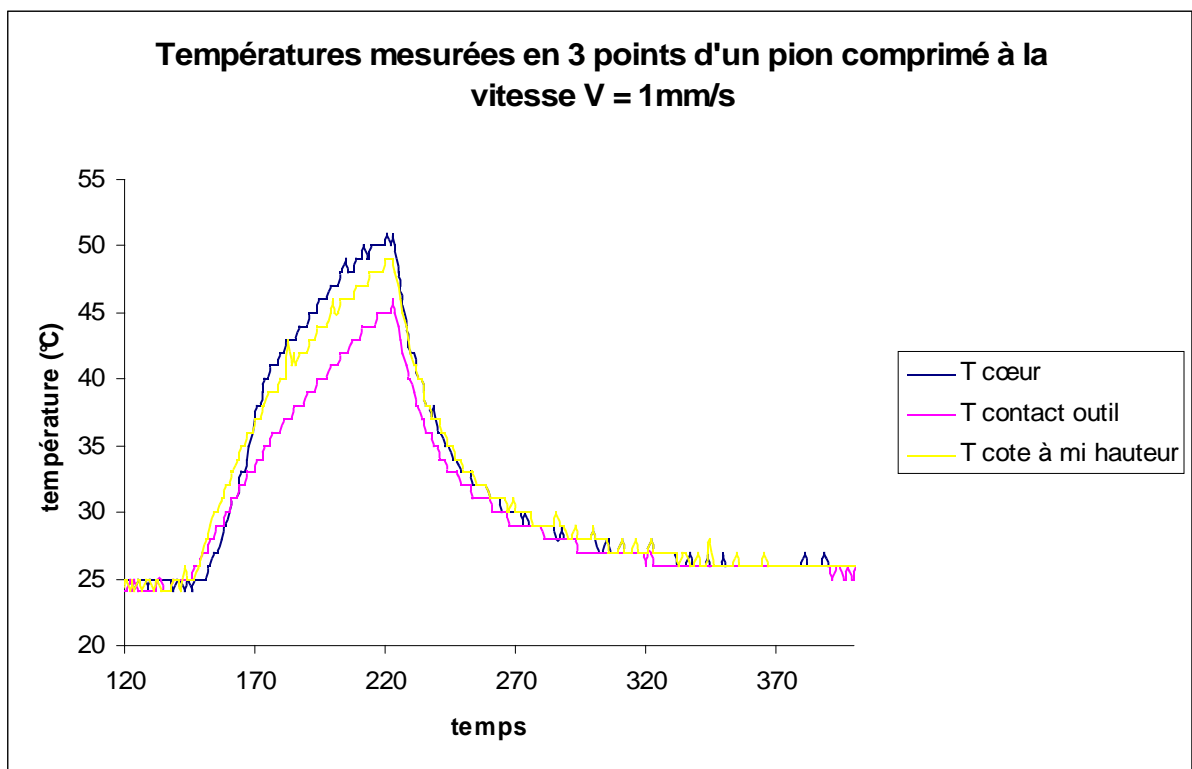


Figure 10: Évolution dans le temps de la température en trois points (cœur, contact outil, coté à mi-hauteur) d'un pion lors de sa compression à  $V = 1 \text{ mm/s}$

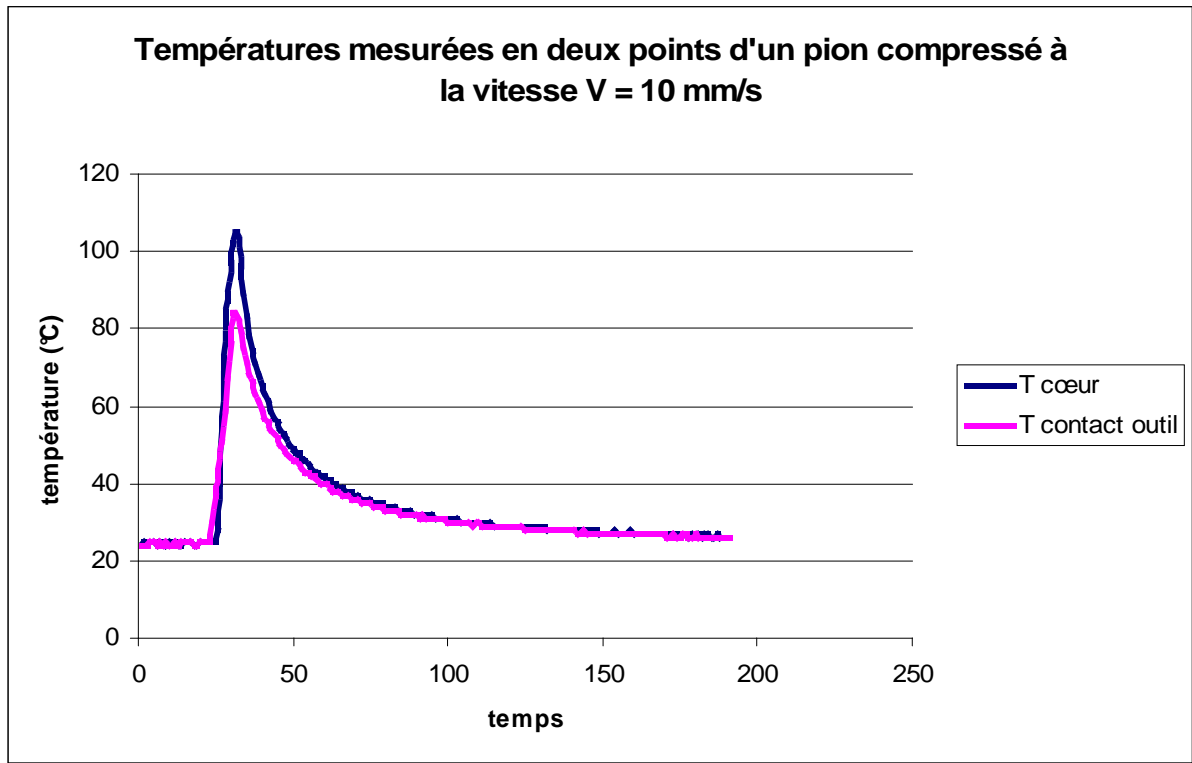


Figure 11: Évolution dans le temps de la température en deux points (cœur, contact outil) d'un pion lors de sa compression à  $V = 10 \text{ mm/s}$

La phase montante de chacune des courbes illustrées sur les Figures 10 et 11 correspond à la phase de compression, avant refroidissement à l'air.

Les deux essais nous permettent de caractériser le gradient de température qui se met en place au cours de l'essai, dans le lopin.

On constate que ce gradient a une composante plus forte dans la direction axiale, ce qui s'explique par le fait que la chaleur s'évacue en majorité à travers le contact avec l'outil. Néanmoins, ce gradient reste faible en regard de celui qui existe à l'interface pièce/outil. L'hypothèse simplificatrice d'une température homogène dans le lopin est donc raisonnable et va simplifier l'identification des paramètres constitutifs du matériau à partir de ces essais (voir section II.2.2. d)). On décide donc, à partir de ces données, de considérer une seule valeur moyenne de température dans l'échantillon.

En tout point de la mesure de l'effort appliqué par l'outil, on calcule la température du lopin à partir d'un bilan thermique, détaillé ci-dessous.

Le schéma de la figure 12 représente un pion monté entre les mors lubrifiés. On considère que le gradient de température existe uniquement dans les couches de lubrifiant car la conductivité

thermique de celui-ci est considérée comme petite par rapport à celle des mors ou celle du tantale. Les mors sont supposés à température ambiante.

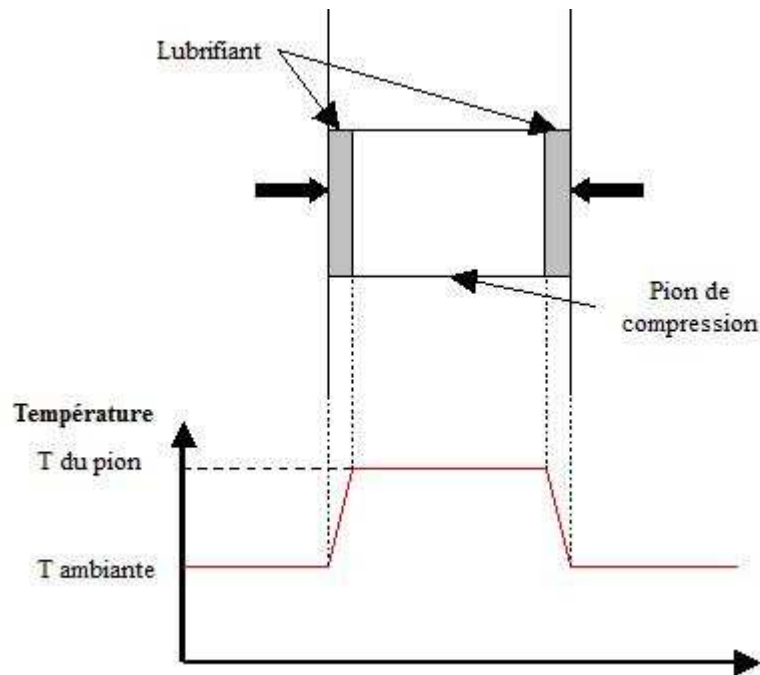


Figure 12: Schéma représentant les gradients de températures selon nos hypothèses

On considère des échanges de chaleur avec l'extérieur par radiation ( $Q_{rad}$ ), convection dans l'air ( $Q_{air}$ ), et conduction dans les outils ( $Q_{out}$ ).

- Dissipation vers l'extérieur:

$$Q_{diss} = Q_{rad} + Q_{air} + Q_{out} \quad (21)$$

- Émissivité:

$$Q_{rad} = S_{cyl} \epsilon \sigma (T_{pion}^4 - T_{atm}^4) \quad (22)$$

Avec  $S_{cyl}$  la surface libre du cylindre,  $\epsilon = 0,49$  l'émissivité du tantale (source [MATWEB]),  $\sigma = 5.67.10^{-8} W.m^{-2}.K^{-4}$  la constante de Stefan,  $T_{pion}$  la température à la surface du pignon et  $T_{atm}$ , la température ambiante.

- Échange de chaleur sur les surfaces libres

$$Q_{air} = S_{cyl} h_{air} (T_{pion} - T_{atm}) \quad (23)$$

Avec  $h_{air} \approx 10W.m^{-2}.K^{-1}$ , le coefficient d'échange avec l'air (source: données internes CEMEF)

- Échange de chaleur avec les outils

$$Q_{out} = S_{base} h_{out} (T_{pion} - T_{out}) \quad (24)$$

Avec  $S_{base}$  la surface du cylindre en contact avec les outils et  $h_{out}$ , le coefficient de conductivité avec les outils, a priori inconnu.

On suppose par ailleurs qu'une fraction fixe de 95% de l'énergie de déformation est dissipée sous forme de chaleur dans le pion.

$$Q_{def} = 95\% \sigma_{VM} \dot{\epsilon} V \quad (25)$$

Avec  $\sigma_{VM}$ , la contrainte généralisée au sens de Von Mises  $\dot{\epsilon}$ , la vitesse de déformation et  $V$ , le volume de la pièce, invariant.

Théoriquement, la fraction d'énergie transformée en chaleur varie en fonction de la déformation. En effet, l'énergie qui n'est pas transformée en chaleur est stockée sous forme de dislocations. Or, la densité de dislocations n'évolue pas de manière constante avec la déformation. Cependant, on suppose que l'approximation simplificatrice de l'équation (25) ne génère que peu d'erreurs.

- L'augmentation de la température dans l'échantillon est donnée par:

$$Q_{pion} = \rho C_p V \dot{T} \quad (26)$$

Avec pour le tantale,  $\rho = 16000kg.m^{-3}$ , la densité volumique, et  $C_p = 135J.kg^{-1}.K^{-1}$ , la chaleur spécifique [MATWEB].

L'équilibre thermique donne la relation suivante:

$$Q_{def} = Q_{pion} + Q_{diss} \quad (27)$$

On déduit alors l'évolution de la température moyenne dans l'échantillon de compression:

$$\dot{T} = \frac{\left[ \begin{array}{l} 95\% \overline{\sigma \dot{\epsilon}} V \\ -S_{base} h_{out} (T - T_{atm}) \\ -S_{cyl} \epsilon \sigma (T^4 - T_{atm}^4) \\ -S_{cyl} h_{air} (T - T_{atm}) \end{array} \right]}{\rho C_p V} \quad (28)$$

### b) Essais de torsion dynamique et statique

Des essais de torsion sont réalisés pour compléter les essais de compression, et étendre la gamme d'étude de vitesses de déformation. Ces essais sont réalisés au CEA DAM Valduc.

On réalise des essais sur des tubes: essais statiques à une vitesse de cisaillement de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , et essais dynamiques à une vitesse de cisaillement de  $300 \text{ s}^{-1}$ . La géométrie d'éprouvette retenue est illustrée sur la figure 13.

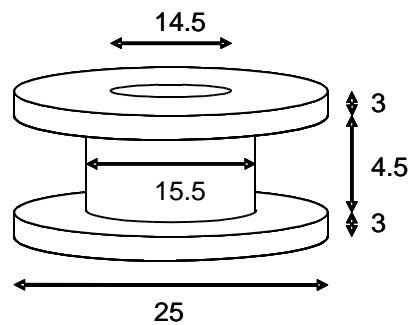


Figure 13: Eprouvette de torsion statique et dynamique

#### i. Essais dynamiques

Le dispositif est un banc Hopkinson adapté à l'essai de torsion, il est composé d'une barre d'entrée et d'une barre de sortie. L'échantillon est situé entre ces deux barres. Le principe est d'appliquer une onde de déformation à la première barre dont une partie est transmise à l'échantillon puis à la barre de sortie. Une autre partie est réfléchiée sur l'interface barre d'entrée/échantillon et une autre partie est réfléchiée sur l'interface échantillon/barre de sortie. C'est cette dernière onde qui génère la déformation de l'échantillon. [BUY96]

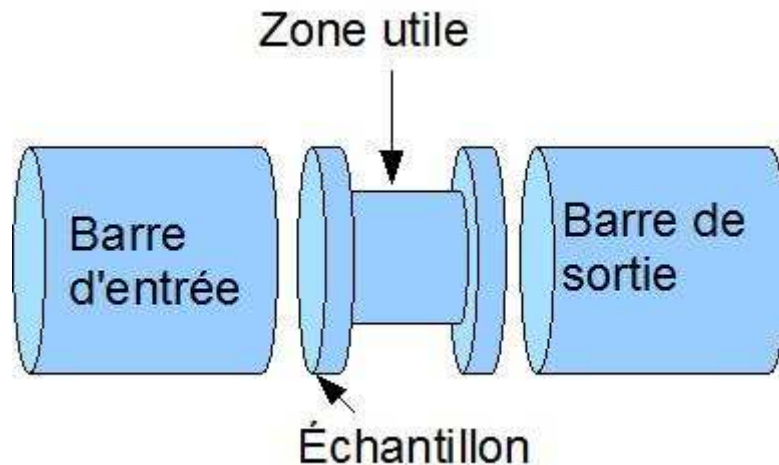


Figure 14: Dispositif Hopkinson

Quatre hypothèses sont nécessaires pour le dépouillement des essais de torsion dynamique :

1. La déformation des barres est purement élastique
2. Le couple à l'entrée est égal au couple en sortie
3. La déformation de l'éprouvette est limitée dans la zone utile (figure 14)
4. Les contraintes, déformation et vitesse de déformation sont homogènes dans la partie utile de l'éprouvette

Grâce à des ponts de jauges de déformations placés sur les barres d'entrée et de sortie, on obtient les déformations subies par les barres.

La relation suivante donne la tension indiquée par les ponts de jauges en fonction de la déformation:

$$e = AEK \frac{\gamma}{2} \quad (29)$$

Où  $A$  est le gain de l'amplificateur des ponts de jauges

$E$  est la tension d'alimentation des ponts de jauge

$K$  est le facteur de jauge (lié à la variation de la résistance électrique), propre à chaque jauge

$\frac{\gamma}{2}$  la déformation en cisaillement des barres.

Les relations suivantes issues de [BUY96] donnent la contrainte et la déformation en cisaillement de l'éprouvette



$$\tau = \frac{GD^3}{16r_{ép}^2 h_{ép}} \frac{e_t}{AEK_{sortie}} \quad (30)$$

$$\dot{\gamma} = 8 \frac{c_t r_{ép}}{Dl_{ép}} \frac{e_r}{AEK_{entrée}} \quad (31)$$

$e_t$  et  $e_r$  sont les tensions de jauge de l'onde respectivement transmise à la barre de sortie et réfléchie.

G est le module de cisaillement des barres,  $c_t$  est la célérité des ondes de torsion.

On déduit la vitesse de déformation généralisée, la déformation généralisée et la contrainte au sens de Von Mises :

$$\dot{\bar{\epsilon}} = \frac{\dot{\gamma}}{\sqrt{3}} \quad (32)$$

$$\bar{\epsilon} = \int_0^t \dot{\bar{\epsilon}} dt \quad (33)$$

$$\bar{\sigma} = \sqrt{3}\tau \quad (34)$$

## ii. Essais statiques

Des essais statiques sont réalisés à deux vitesses de déformation et à température ambiante sur les mêmes éprouvettes que celles utilisées pour la torsion dynamique (figure 13).

On mesure le couple nécessaire pour déformer l'éprouvette et la déformation angulaire.

On en déduit directement la vitesse de déformation et la contrainte de cisaillement :

$$\dot{\gamma} = \frac{\omega_{épr} \bar{r}_{épr}}{L_{épr}} \quad (35)$$

$$\tau = \frac{3C}{2\pi(r_e^3 - r_i^3)} \quad (36)$$

De la même manière qu'en dynamique, on écrit la vitesse de déformation généralisée, la déformation généralisée et la contrainte au sens de Von Mises (voir équation (32) à (34)).

### iii. Résultats

Après lissage, on obtient les courbes suivantes, qui correspondent à la contrainte généralisée en fonction de la déformation généralisée, pour 3 vitesses de déformations généralisées différentes,  $3,4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ,  $3,4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $239 \text{ s}^{-1}$  (correspondant à des vitesses de déformation en cisaillement de  $6 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ,  $6 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $414 \text{ s}^{-1}$ ). Les courbes obtenues aux vitesses les plus basses montrent un écrouissage sur toute la gamme de déformation. Au contraire, à la vitesse la plus haute, la contrainte est quasi-constante, ce qui peut laisser présager un écrouissage faible ou encore un adoucissement lié à l'auto-échauffement.

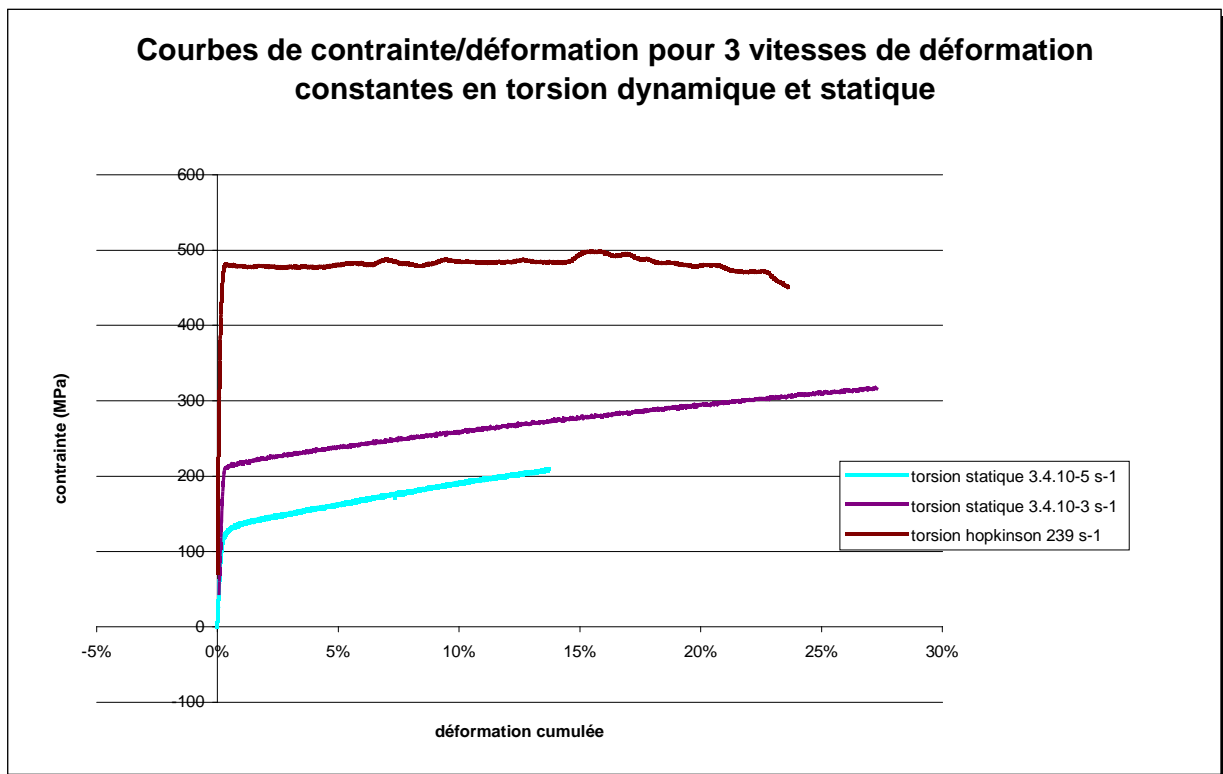


Figure 15: Courbes de contrainte déformation des essais de torsion statique et dynamique

### iv. Échanges thermiques

En torsion dynamique, on suppose que l'essai est suffisamment rapide pour se situer dans des conditions adiabatiques :

$$Q_{def} = 95\% \bar{\sigma} \dot{\epsilon} V \quad (37)$$

$$Q_{pion} = \rho C_p V \dot{T} \quad (38)$$

$$Q_{def} = Q_{pion} \quad (39)$$

On peut écrire alors la dérivée dans le temps de la température:

$$\dot{T} = \frac{95\% \bar{\sigma} \dot{\bar{\epsilon}}}{\rho C_p} \quad (40)$$

On en déduit la température de l'échantillon que l'on suppose homogène dans l'échantillon et à chaque instant :

$$T_i = T_{i-1} + \frac{95\% \bar{\sigma} \dot{\bar{\epsilon}} \delta t_i^{i-1}}{\rho C_p} \quad (41)$$

$$T_0 = T_{atm}$$

A l'opposé, on suppose que les essais statiques à  $3,4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $3,4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  sont suffisamment lents pour que l'on se trouve dans des conditions isothermes.

### c) Modélisation du comportement du tantale

#### i. Choix du modèle

Pour modéliser le comportement mécanique du tantale, on utilise le modèle que l'on a présenté au début de ce chapitre et qui est constitué d'un terme dépendant de la densité de dislocations et d'un terme représentant les effets de la vitesse et de la température (équations (6) et (15)):

$$\sigma = \sigma_0 \sqrt{\frac{\rho}{\rho_0}} + \sigma' \quad (42)$$

Avec  $\sigma'$  le terme de contrainte contenant l'influence de la vitesse de déformation et de la température, issu de l'équation (15):

$$\sigma' = \sigma'_0 \left[ 1 - \sqrt{\frac{kT}{\Delta G_0} \ln \left( \frac{\dot{\bar{\epsilon}}_0}{\dot{\bar{\epsilon}}} \right)} \right] \quad (43)$$

On combine les équations (42) et (43) avec les équations (7) et (8) qui régissent l'évolution de la densité de dislocations.

La valeur de  $\Delta G_0 = 0,62 \text{ eV}$  est extraite des travaux de Buy [BUY96]. La vitesse de

déformation  $\dot{\bar{\epsilon}}_0$  est la borne supérieure de définition de la loi. On pose  $\dot{\bar{\epsilon}}_0 = 150000s^{-1}$ .

Les paramètres à déterminer sont donc les suivants:  $\sigma_0$ ,  $\sigma'_0$ ,  $M_{II}$ ,  $k_0$ ,  $m_0$  et  $h_{out}$  (voir récapitulatif des équations ci-dessous).

## ii. Détermination des paramètres du modèle

Les résultats des essais de compression et torsion sont utilisés pour identifier les paramètres de ce modèle. A chaque mesure, on a une valeur de  $\bar{\sigma}$ ,  $\bar{\epsilon}$  et  $\dot{\bar{\epsilon}}$ , on calcule  $\sigma_i$  avec les équations suivantes ( $i$  est l'incrément de mesure de la contrainte et du déplacement) :

$$\sigma^i = \sigma_0 \sqrt{\frac{\rho^i}{\rho_0}} + \sigma'_0 \left[ 1 - \sqrt{\frac{kT^i}{\Delta G_0} \ln \left( \frac{\dot{\bar{\epsilon}}_0}{\dot{\bar{\epsilon}}^i} \right)} \right] \quad (44)$$

Avec :

$$\rho^i = \frac{M_{II} \Delta \epsilon_{i-1}^i + \rho^{i-1}}{1 + k_a^i \Delta \epsilon_{i-1}^i} \text{ Avec } \rho_0 = 1 \text{ correspondant à l'état recristallisé du matériau} \quad (45)$$

$$k_a^i(\dot{\bar{\epsilon}}^i, T^i) = k_0 \left( \frac{\dot{\bar{\epsilon}}^i}{\dot{\bar{\epsilon}}_0} \right)^{-2m_0 T^i}$$

Et

$$T_i = T_{i-1} + \frac{\left[ \begin{array}{l} 95\% \bar{\sigma}_{i-1} \dot{\bar{\epsilon}}_{i-1} V \delta t_i^{i-1} \\ -S_{basei-1} h_{out} (T_{i-1} - T_{atm}) \delta t_i^{i-1} \\ -S_{cyl i-1} \epsilon \sigma (T_{i-1}^4 - T_{atm}^4) \delta t_i^{i-1} \\ -S_{cyl i-1} h_{air} (T_{i-1} - T_{atm}) \delta t_i^{i-1} \end{array} \right]}{\rho C_p V} \quad (46)$$

$$T_0 = T_{atm}$$

On utilise une méthode de détermination des paramètres qui consiste à minimiser l'écart, au sens des moindres carrés, entre variables calculées et mesurées. Les variables considérées sont les contraintes et les températures.

Ainsi on calcule pour l'ensemble des courbes obtenues l'écart  $e$ , que l'on minimise par une

méthode itérative de Newton-Raphson (disponible dans le logiciel Microsoft Excel). L'écart  $e$  est évalué en sommant les écarts de chacune des variables considérées :

$$e_{\sigma} = \sum_{ncourbes} \frac{\sum_{i=0}^{nbpoints} (\bar{\sigma}_{i\text{exp}} - \sigma_i)^2}{nbpoints} \quad (47)$$

Et

$$e_T = \sum_{ncourbes} \frac{\sum_{i=0}^{nbpoints} (\bar{T}_{i\text{exp}} - T_i)^2}{nbpoints} \quad (48)$$

Enfin,

$$e = e_T + e_{\sigma} \quad (49)$$

On détermine les paramètres pour toutes les courbes de compression et torsion statique et dynamique ensembles. On obtient les paramètres optimisés suivants que l'on compare avec les valeurs obtenues par Buy:

	Valeurs issues de la minimisation d'erreur	Buy
$\sigma_0$	120 MPa	
$\sigma'_0$	870 MPa	849 MPa
$M_{II}$	21	7,70
$k_0$	30	21,50
$m_0$	-0.00023	-0.000182
$h_{out}$	8500 W.m-2.K-1	

Tableau 1: Paramètres de la loi de comportement du tantale, obtenues par les essais et par les travaux de Buy

Dans ses travaux, Buy a utilisé des valeurs réelles de la densité de dislocations. Le raisonnement pour déterminer les coefficients de multiplication et d'annihilation est donc différent dans les deux études. Ceci pourrait justifier les différences de valeurs pour les paramètres  $M_{II}$ ,  $k_0$  et  $m_0$ . En revanche, les valeurs de  $\sigma'_0$  montrent un bon accord. Buy, ayant travaillé sur les sauts de vitesse, a focalisé son étude notamment sur la représentation des effets de vitesse et de température. Le bon accord sur les valeurs de  $\sigma'_0$  implique que, dans notre modèle, ces effets sont aussi bien restitués.

Les courbes expérimentales et modélisées sont représentées ci-dessous. On constate que la loi représente très bien les effets de vitesse. En revanche, la modélisation est mauvaise autour du pic élastique des essais de compression.

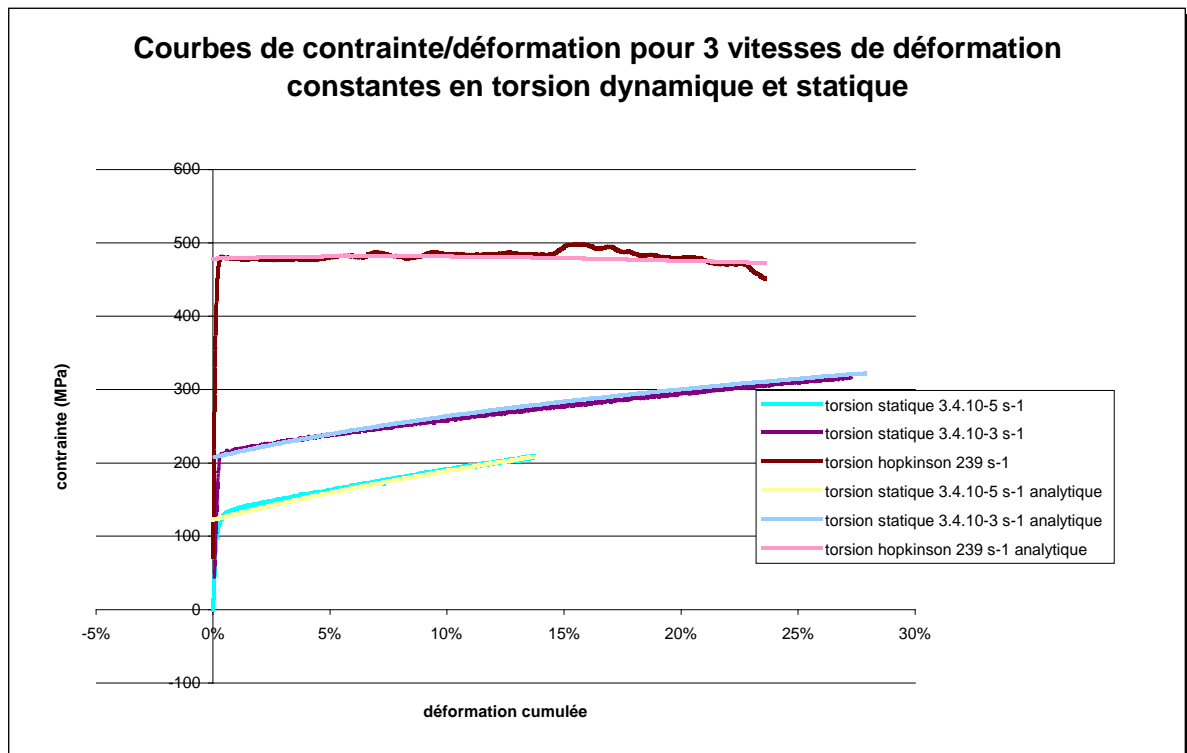
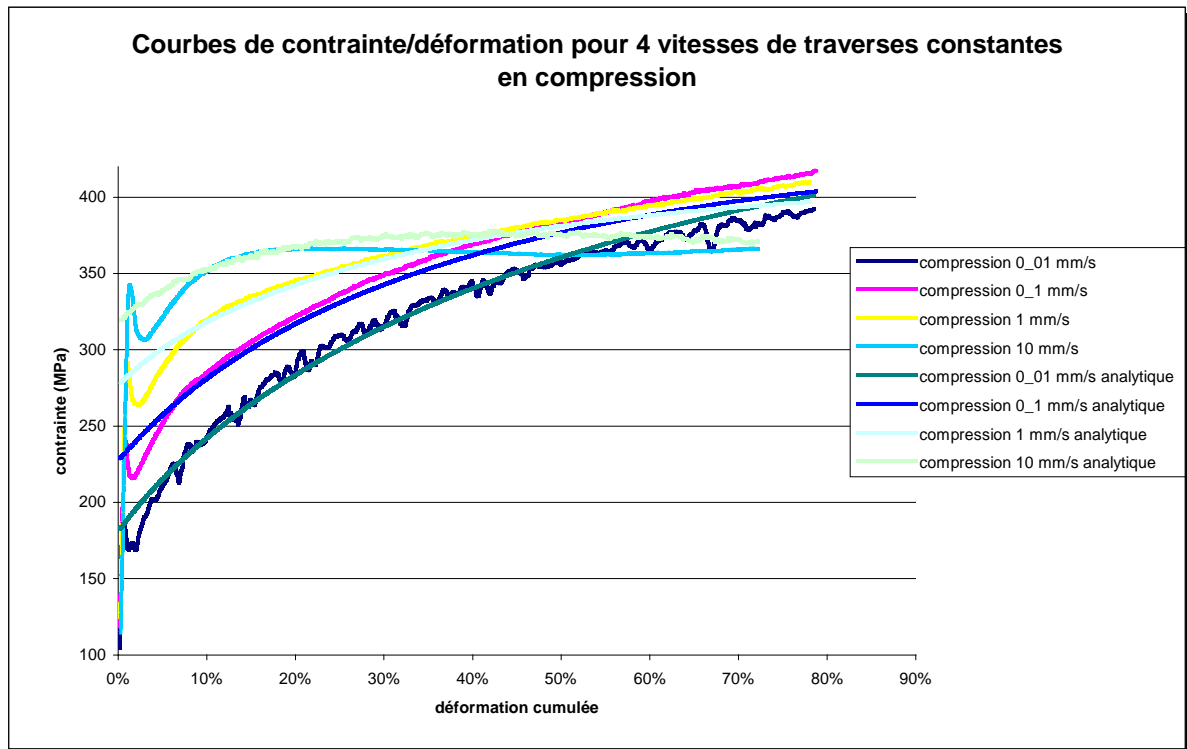


Figure 16: Courbes modélisées et expérimentales a) en compression b) en torsion. Les courbes utilisent toutes les mêmes paramètres (voir tableau 1)

## d) Analyse des échanges thermiques

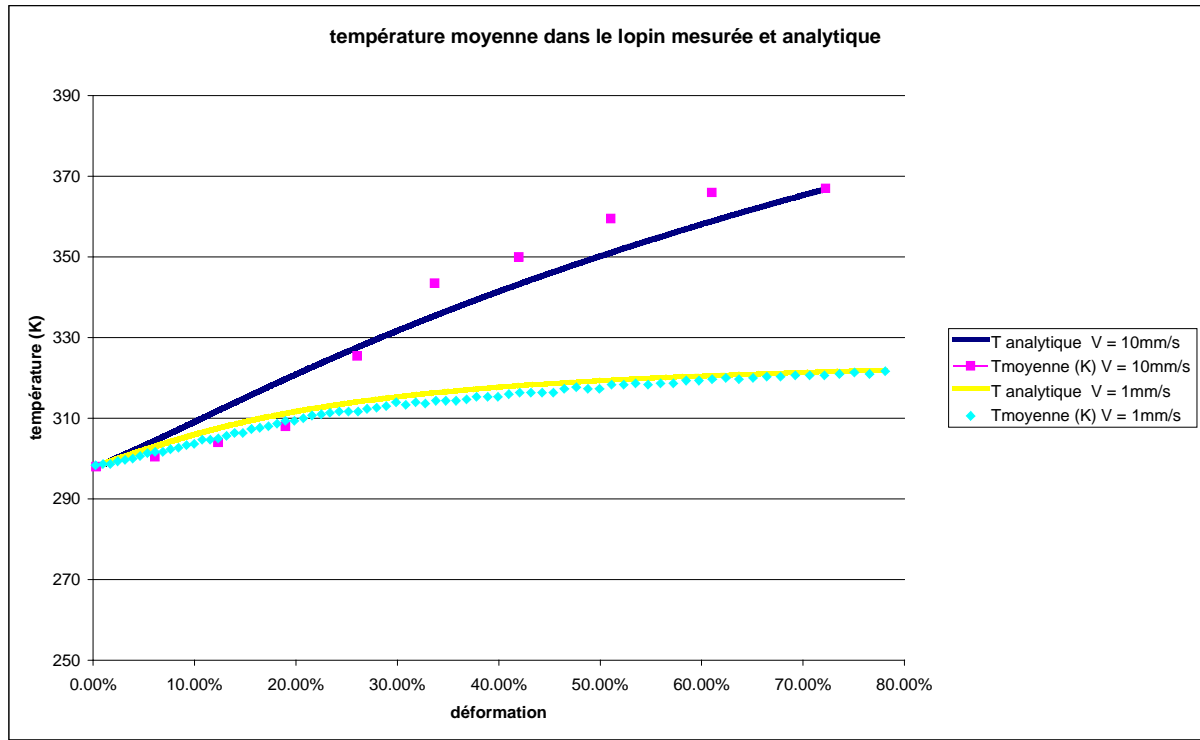


Figure 17: Courbes de température expérimentales et analytiques avec les paramètres déterminés par tous les essais pour deux vitesses de compression, 1 mm/s et 10 mm/s

La minimisation de l'erreur  $e$  mène à un coefficient d'échange thermique entre les outils et l'éprouvette de compression de  $8500 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ . Le lubrifiant étant une pâte à base de cuivre assez conductrice, la valeur de ce coefficient d'échange est réaliste si l'on considère une épaisseur de quelques dizaines de microns de lubrifiant entre les mors et l'échantillon.

Les courbes de température expérimentales et celles obtenues par le modèle prenant en compte ce coefficient d'échange, présentent de bons accords comme on peut le voir sur la figure 17 pour deux essais de compression à deux vitesses de déformation différentes (1 mm/s et 10 mm/s équivalent respectivement à environ 0,1 /s et 1/s).

Ayant obtenu le coefficient d'échange thermique entre les outils et la pièce en compression, la figure 18 donne l'évolution des températures, pour tous les essais de compression obtenue par l'équation (46). On a superposé également l'évolution de la température pour l'essai de torsion dynamique obtenues grâce à l'équation issue du bilan thermique (41). On rappelle que l'essai de torsion dynamique est considéré comme adiabatique, donc on ne considère aucune conduction thermique dans les outils. Ces courbes permettent de confirmer que pour les vitesses de compression de 0,01 mm/s et 0,1 mm/s (équivalent respectivement à environ 0,001 /s et 0,01/s), les conditions sont quasi-isothermes.



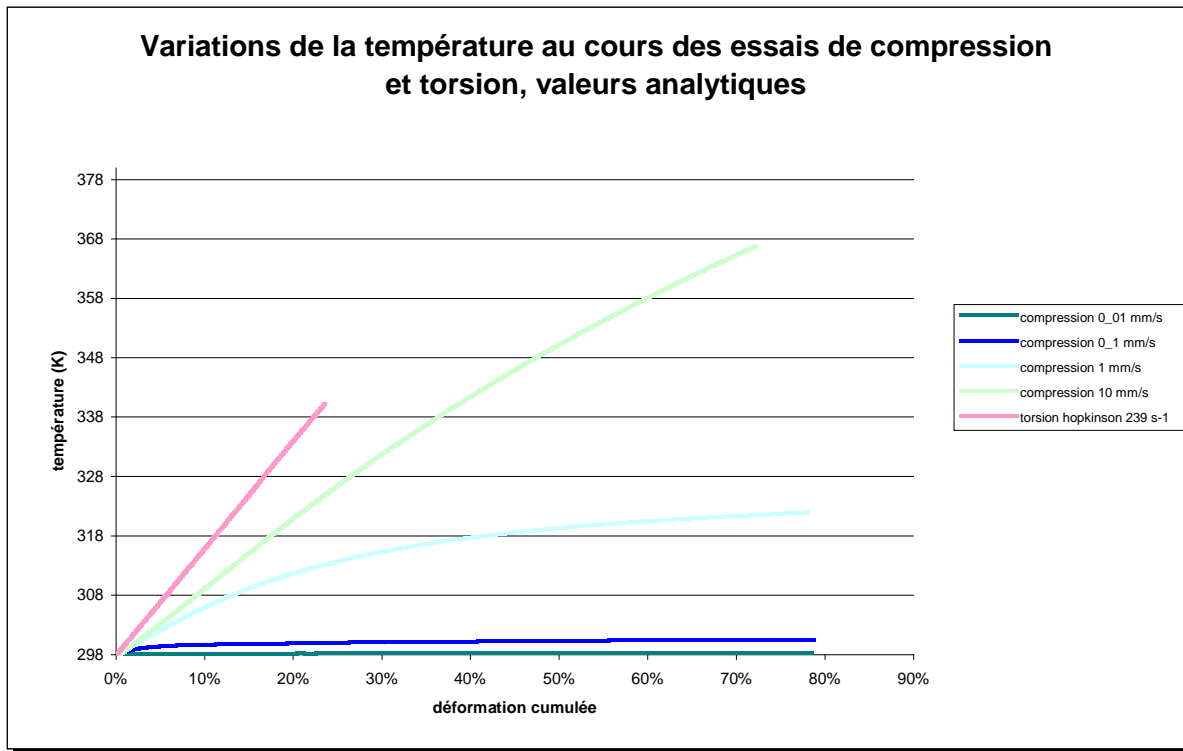


Figure 18: Augmentation de la température pour les essais de compression et de torsion dynamique, valeurs calculées

En compression, on relève donc une variation de température au cours de l'essai de 0,2°C à 0,01 mm/s (environ 0,001/s), de 2,5°C pour une vitesse 10 fois plus grande, de 24,0°C pour une vitesse 100 fois plus grande, et de 68,8°C pour une vitesse 1000 fois plus grande.

Quant à l'essai de torsion dynamique, pour une déformation de seulement 24% mais à une vitesse de 239 s<sup>-1</sup>, on relève, dans des conditions supposées adiabatiques, une variation de température dans l'échantillon de 42,3°C.

### *i. Modélisation des essais de compression*

Dans cette partie, on réalise des simulations des essais de compression avec le code Forge2007®. On utilise, pour la simulation, la loi de comportement qui a été établie par la campagne d'essais. Le calcul effectue un couplage thermomécanique. Le calcul tient compte de la conduction dans l'air, dans les outils et du rayonnement. Pour cela, on utilise le coefficient de conduction thermique entre pièce et outil qui a été défini par les essais. En revanche, on impose un contact collant entre la pièce et les outils. Ces calculs sont faits pour les quatre vitesses de déformation discutée précédemment. On comparera alors les résultats en terme de contrainte moyenne appliquée en fonction de la déformation vraie moyenne. Le but de ces calculs est de valider l'hypothèse faite en dépouillant les essais concernant le contact entre pièce et outil qui a été

supposé glissant. En imposant un contact collant lors de ces calculs, on maximalise les effets du frottement sur la contrainte moyenne.

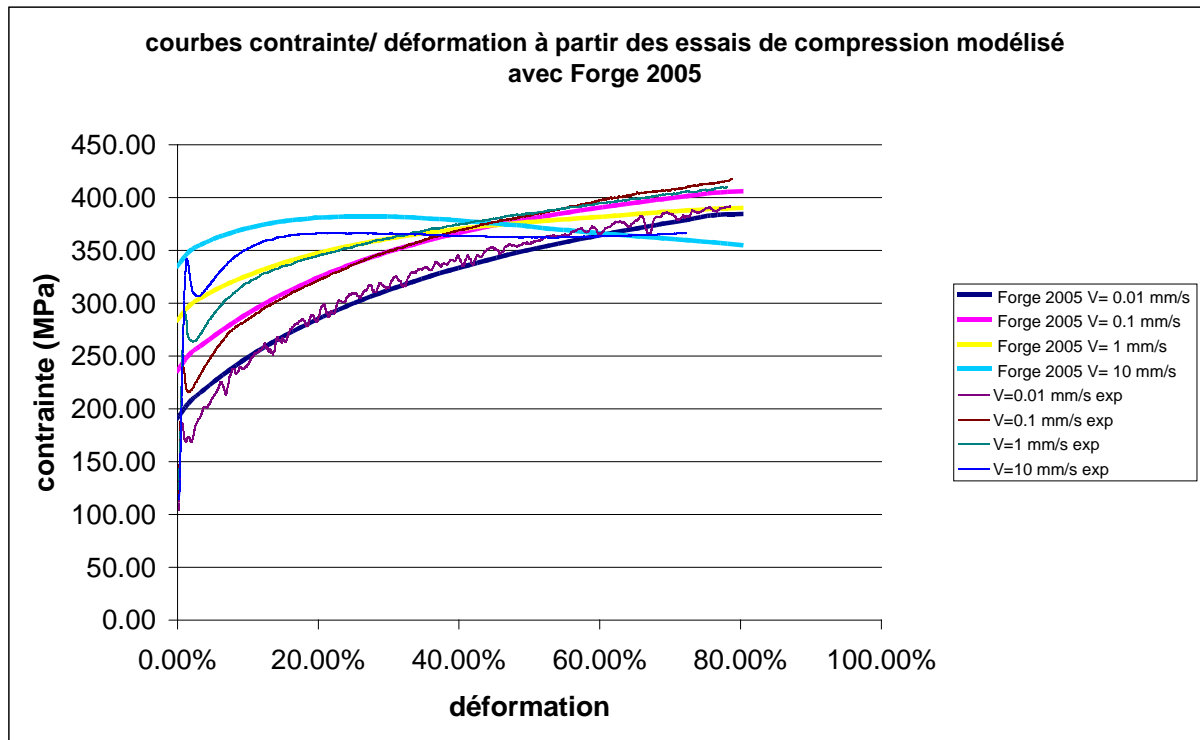
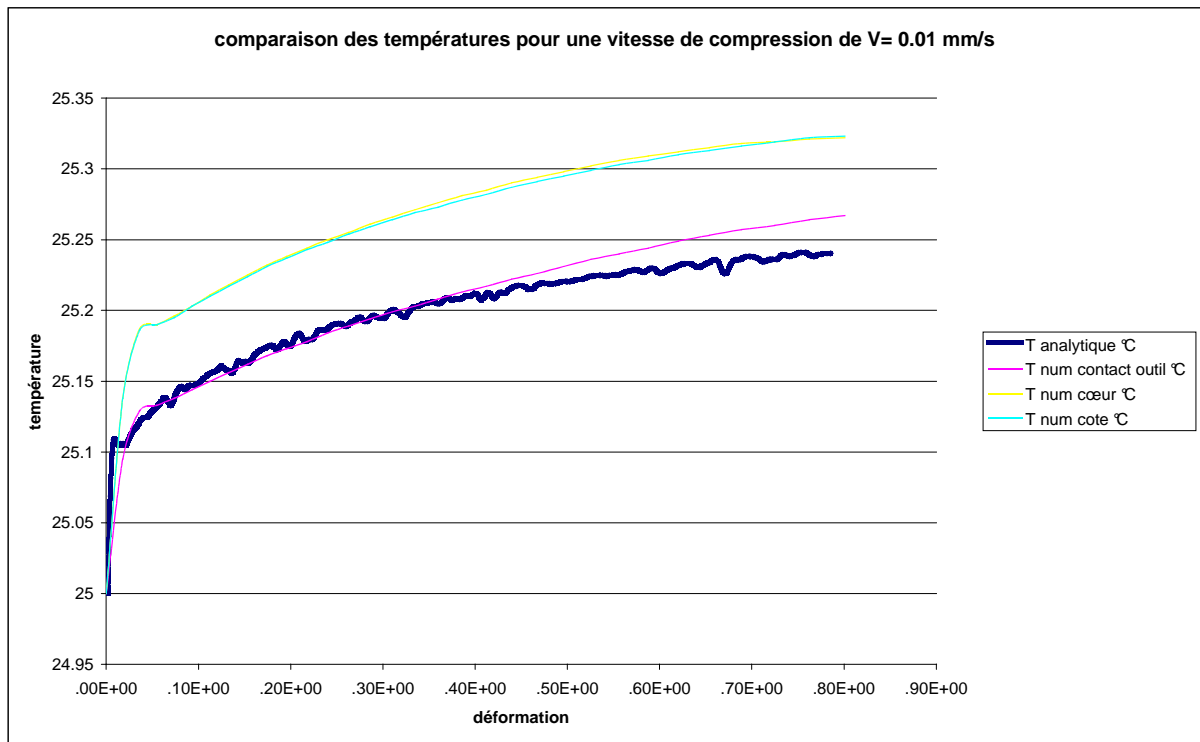
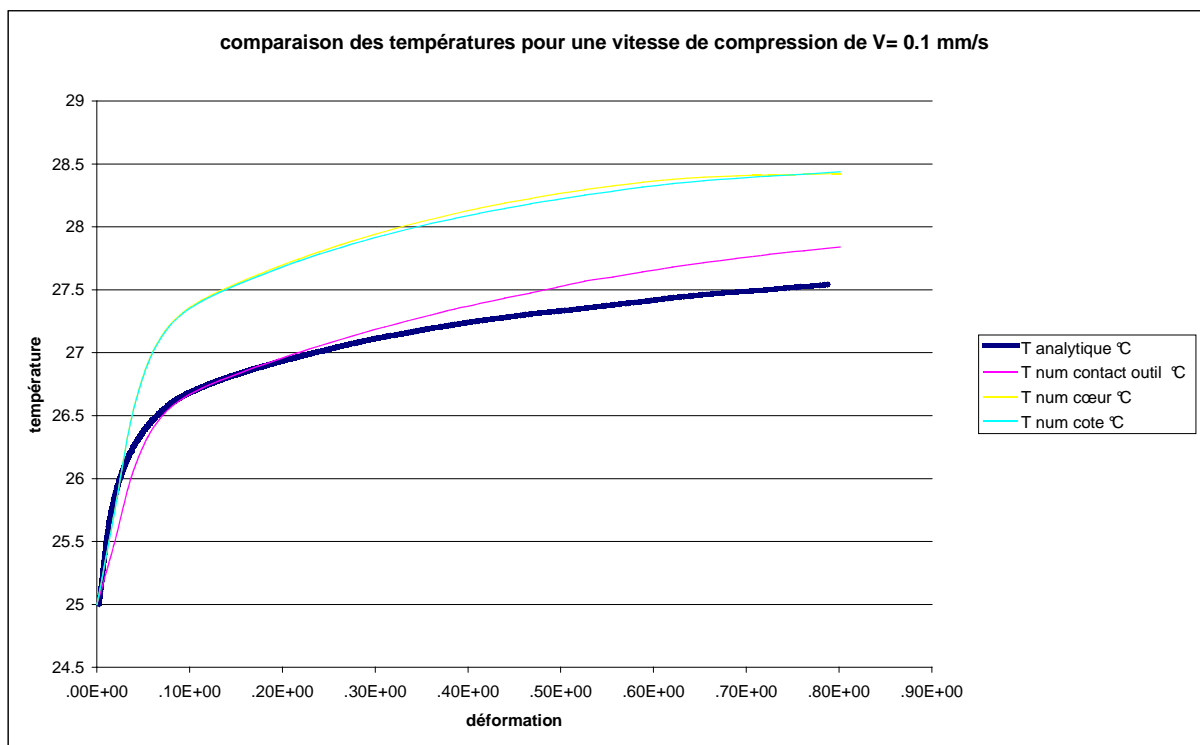


Figure 19: Courbes de contrainte en fonction de la déformation, expérimentales et numériques par la méthode des éléments finis pour quatre vitesses d'outil 0.01 mm/s, 0.1 mm/s, 1 mm/s, 10 mm/s

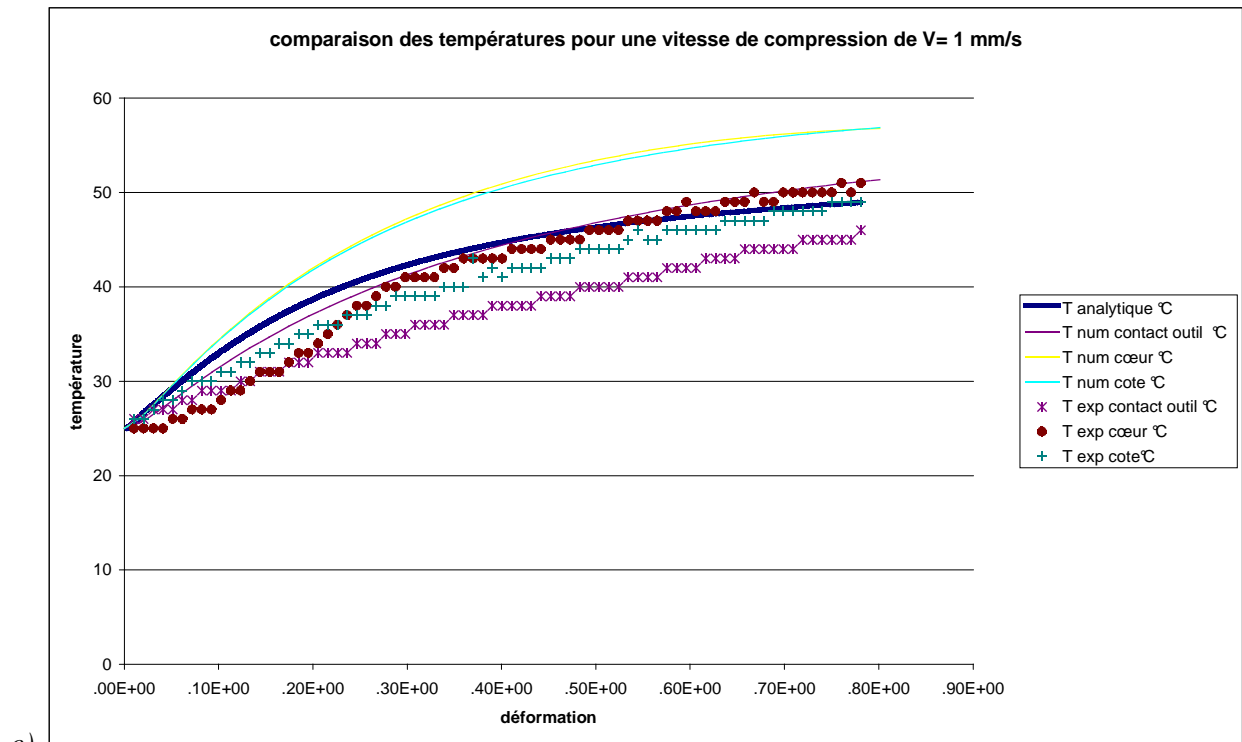
s



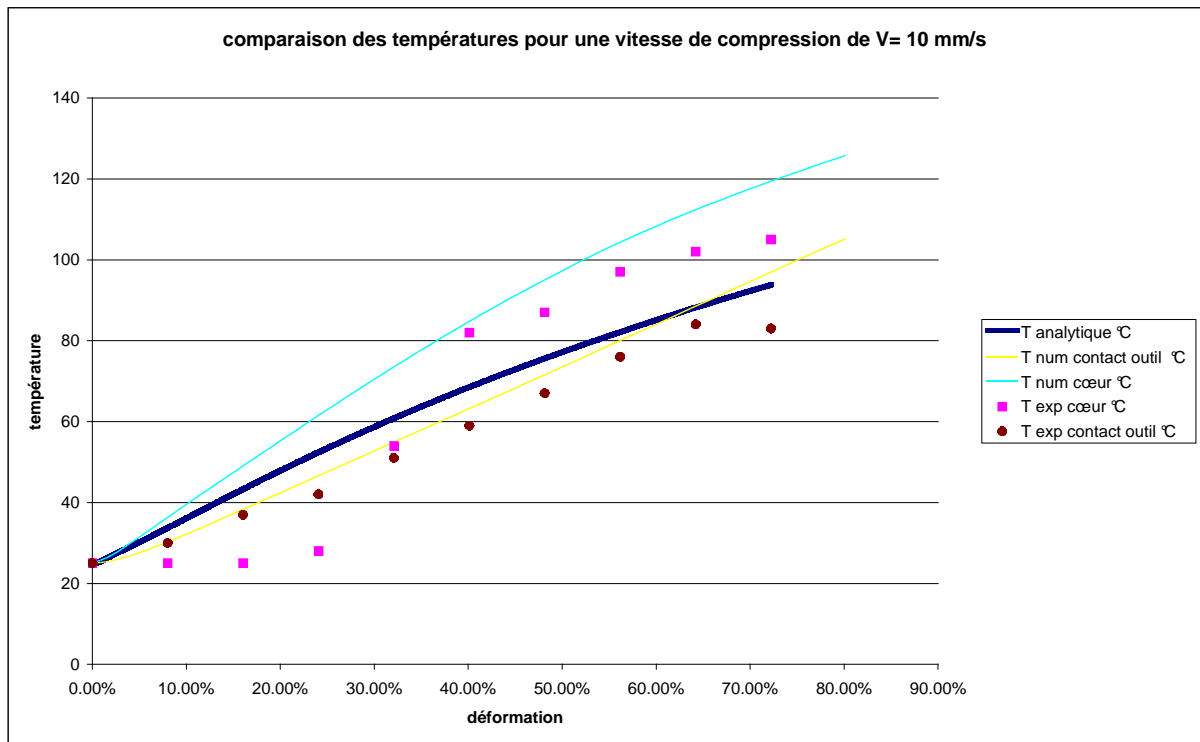
a)



b)



c)



d)

Figure 20: Courbes de températures en fonction de la déformation au cours d'essais de compression, expérimentales, analytiques et numériques pour quatre vitesses d'outil a)  $V = 0.01 \text{ mm/s}$ , courbes obtenues par le modèle thermique et par la simulation FEM b)  $V = 0.1 \text{ mm/s}$ , courbes obtenues par le modèle thermique et par la simulation FEM c)  $V = 1 \text{ mm/s}$ , courbes

obtenues par le modèle thermique et par la simulation et expérimentales d)  $V = 10 \text{ mm/s}$ , courbes obtenues par le modèle thermique et par la simulation et expérimentales

Les courbes contraintes/déformation de la figure 19 comparant les résultats expérimentaux et obtenues avec le logiciel éléments finis ne sont pas superposées. En comparaison avec les courbes de la figure 16 (courbes expérimentales et courbes modélisées par la loi de comportement), on constate que les valeurs de contraintes obtenues avec la simulation FEM sont plus hautes que celles obtenues par la loi de comportement, surtout aux hautes vitesses. Cette différence peut être attribuée au frottement entre les outils et l'échantillon pour les courbes issus de la modélisation FEM.

Si l'on s'intéresse à l'aspect thermique de ces essais (figure 20), on constate globalement que les températures expérimentales, les températures moyennes modélisées par les équations de la thermique (équation (28) et celles obtenues par simulation FEM sont en bon accord. Dans le cas des vitesses 1 mm/s et 10 mm/s pour lesquelles on a réalisé une mesure expérimentale, on constate que les valeurs estimées par modèle et par simulation sont légèrement supérieures aux valeurs réelles, ce qui peut s'expliquer par une sous-estimation du flux de chaleur vers l'extérieur.

### II.2.3. Application au cuivre

On modélise également le comportement du cuivre car ce matériau est utilisé comme matériau école dans le cadre d'essais expérimentaux de fluotournage. La loi de comportement sera donc implémentée dans le code Forge2005® et utilisée pour valider la modélisation du fluotournage.

#### a) Modèle de comportement mécanique

On propose pour le cuivre une loi de comportement mécanique plus simple que celle du Tantale. Étant donné sa faible viscosité à la température ambiante, on admettra que le durcissement du cuivre est uniquement lié à l'accroissement de sa densité de dislocations. On propose alors la loi de comportement suivante:

$$\sigma = \sigma_0 \sqrt{\rho}, \quad (50)$$

Avec la loi d'évolution de la densité de dislocations comportant, comme pour le tantale, des termes de multiplication et d'annihilation:

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = M_{II} - k_a \rho \quad (51)$$

On propose pour  $M_{II}$  et  $k_a$  une dépendance à la vitesse de déformation telle que:

$$M_{II} = m_1 \ln(\dot{\epsilon}) + m_2 \tag{52}$$

$$k_a = k_1 \ln(\dot{\epsilon}) + k_2$$

Ainsi ce modèle comporte 5 paramètres à identifier:  $\sigma_0$ ,  $m_1$ ,  $m_2$ ,  $k_1$  et  $k_2$ .

### b) Essais mécaniques

On réalise des essais de torsion sur cylindre qui permettent de couvrir une large gamme de déformation. Le dépouillement de ces essais implique que le matériau soit homogène et isotrope, que la déformation soit homogène tout le long de l'éprouvette, et donc que toute section du cylindre reste droite. On rappelle que les essais sur tube faits sur le tantale sont certes plus difficiles à mettre en œuvre (risque de flambement des échantillons), mais permettent de réaliser une déformation, contrainte et vitesse de déformation constantes dans tout l'échantillon. Au contraire, les essais sur cylindres génèrent une déformation qui a un profil linéaire entre le centre de l'éprouvette et la surface extérieure. C'est pour cela que l'on utilise, pour normaliser les courbes, la formulation de Fields et Backhofen (équation (53)):

$$\sigma(R) = \frac{\sqrt{3}C}{2\pi R^3} [3 + \tilde{n} + \tilde{m}] \tag{53}$$

Avec R, le rayon de l'éprouvette, C le couple enregistré, et

$$\begin{cases} \tilde{n} = \left( \frac{\partial \ln \Gamma}{\partial \ln \dot{N}} \right)_{N=cste} \\ \tilde{m} = \left( \frac{\partial \ln \Gamma}{\partial \ln N} \right)_{\dot{N}=cste} \end{cases} \tag{54}$$

$N$  et  $\dot{N}$  sont respectivement le nombre de tours et la vitesse de rotation (en tours /s).

On suppose par ailleurs que le tenseur de vitesse de déformation s'écrit de la façon suivante:

$$\dot{\epsilon}(r) = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \frac{\pi \dot{N} r}{l} \\ 0 & \frac{\pi \dot{N} r}{l} & 0 \end{pmatrix} \tag{55}$$

$r$  et  $l$  sont respectivement le rayon où on calcule la vitesse de déformation et la longueur de l'éprouvette.

On déduit alors la vitesse de déformation généralisée à la surface du tube:

$$\dot{\varepsilon}(R) = \frac{2}{\sqrt{3}} \frac{\pi \dot{N} R}{l} \quad (56)$$

Ainsi que la déformation généralisée:

$$\varepsilon(R) = \frac{2}{\sqrt{3}} \frac{\pi N R}{l} \quad (57)$$

On utilise une éprouvette cylindrique de cuivre dont la zone utile a un diamètre de 4 mm et une longueur  $l$  de 16 mm. On réalise les essais jusqu'à rupture et selon 3 vitesses de rotation. La vitesse de déformation en rayon externe est calculée grâce à l'équation (56).

essai 1:  $V_{rot} = 0.03$  tr/s  $\rightarrow$  Vitesse de déformation = 0.014 /s

essai 2:  $V_{rot} = 0.11$  tr/s  $\rightarrow$  Vitesse de déformation = 0.05 /s

essai 3:  $V_{rot} = 0.22$  tr/s  $\rightarrow$  Vitesse de déformation = 0.1 /s

Les essais sont réalisés au CEMEF sur une machine de torsion ADAMEL LHOMARGY.

### c) Résultats

Après dépouillement des résultats par la formulation de Fields et Backhoffen présentée précédemment, on obtient des courbes de contraintes en fonction de la déformation à partir desquelles on identifie les paramètres de la loi de comportement et donc de la loi d'évolution de la densité de dislocations (équations (50) à (52)) par minimisation d'erreur. Les résultats apparaissent sur les Figures 21 à 23.

Les paramètres de la loi optimisés pour ces essais sont les suivants:

$\sigma_0$	186 MPa
$m_1$	0,66
$m_2$	4,6
$k_1$	0,12
$k_2$	0,79

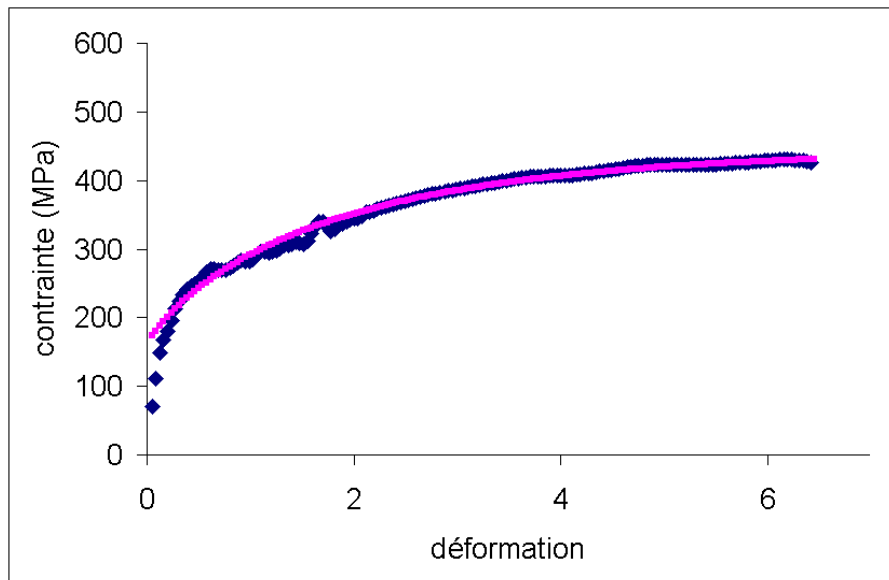


Figure 21: Courbes de contrainte/déformation pour l'essai 1 à 0.014 sec-1, expérimentale en pointillés, et modèle en trait plein



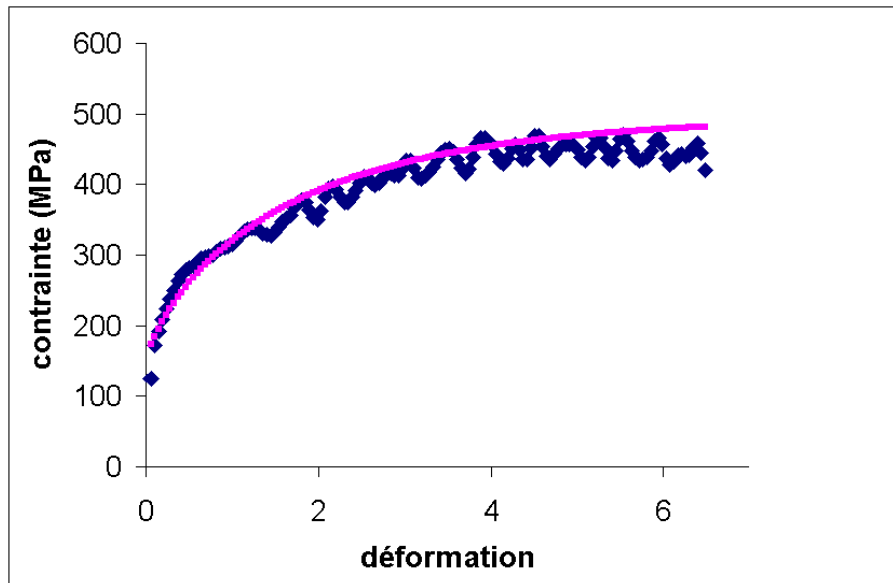


Figure 22: Courbes de contrainte/déformation pour l'essai 2 à 0.05 sec<sup>-1</sup>, expérimentale en pointillés, et modèle en trait plein

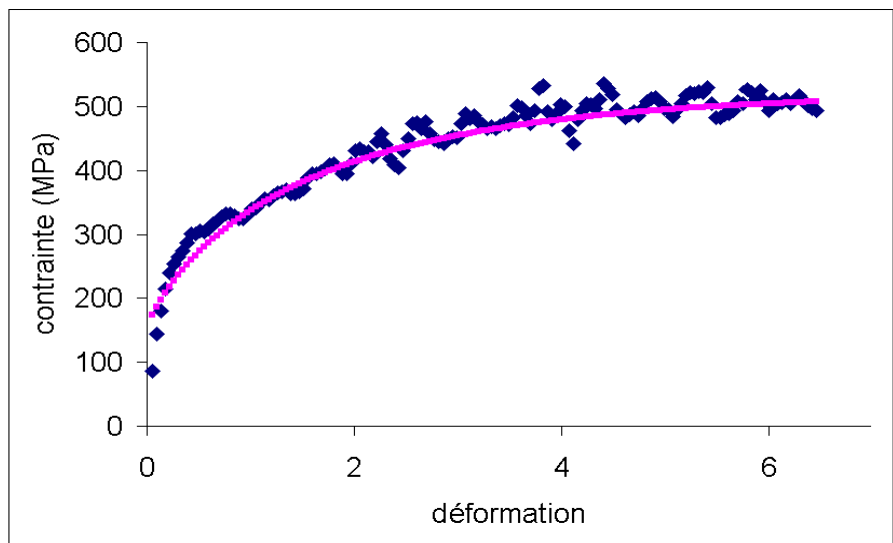


Figure 23: Courbes de contrainte/déformation pour l'essai 3 à 0.1 sec<sup>-1</sup>, expérimentale en pointillés, et modèle en trait plein

On constate que la réponse du modèle aux grandes déformations est assez précise, jusqu'à des déformations de 6. En revanche, pour les déformations les plus faibles et notamment à la vitesse la plus basse (voir figure 21), le modèle montre un léger décalage à l'origine de la courbe.

### II.3. Relation HDD (Hardness Dislocation Density)

L'énergie  $E$  due au stockage de dislocations dans un matériau cristallin et accumulée lors de la déformation plastique peut être approximée par l'équation (58) [HIR82].

$$E = \frac{Gb^2}{2} \rho \quad (58)$$

$G$  est le module de cisaillement,  $b$  est la norme du vecteur de Burger.

Mesurer cette énergie permet de caractériser l'histoire mécanique du matériau et surtout, d'identifier le moteur des mécanismes d'évolutions métallurgiques tels que la restauration, la recristallisation statique et la croissance de grain, qui ont lieu lors de traitements thermiques. Il est donc crucial d'estimer la densité et la distribution des dislocations dans le matériau, mais leurs mesures sont difficiles. Friedel [FRI64], dans son ouvrage 'Dislocations', fait référence à un grand nombre de chercheurs qui ont observé les mécanismes et lois qui gouvernent la formation de structure de dislocations par MET et diffraction de rayons X. Les observations MET ne permettent pas de quantifier précisément les densités de dislocations, alors que l'analyse de pics de diffraction reste actuellement une des meilleures méthodes d'investigation, même si elle requiert une expertise importante, et des appareillages de pointe. D'autres approches privilégient des méthodes indirectes de mesure: la résistivité électrique, les propriétés mécaniques, la calorimétrie (DSC), la densité, etc. La calorimétrie est la moins indirecte de ces méthodes, mais la technique est difficile à mettre en place et l'analyse des résultats n'est pas aisée.

Parmi toutes les méthodes existantes d'identification de densités de dislocations, la plupart sont d'un accès réservé à des experts, et/ou requièrent une infrastructure et des moyens expérimentaux importants. Lorsque l'on souhaite des mesures nombreuses, et fréquentes, il est intéressant de se pencher sur des méthodes plus accessibles et plus rapides. On s'intéresse en particulier aux mesures de la dureté du matériau, qui sont reliées à son taux d'écroutissage, et l'on souhaite établir une relation dite « HDD » (Hardness Dislocation Density) qui relie mesure de microdureté et densité de dislocations, telle qu'elle est décrite dans le début de ce chapitre (voir équation (7)).

La mesure de la microdureté a été utilisée pour quantifier la déformation cumulée dans une grande quantité de travaux. Certains auteurs ([KIM96] [GOU98] [GOU982] [PET03] [RUM98]) ont établi une relation entre la microdureté et la déformation à partir d'essais bien maîtrisés tels que l'essai de compression. D'autres auteurs font appel à la relation de Tabor [TAB51] qui lie la mesure de dureté à la contrainte d'écoulement du matériau. Dans tous les cas, il s'agit soit d'obtenir l'état de déformation d'un matériau à partir de son indice de microdureté, soit de prédire la dureté connaissant la déformation grâce, par exemple, à la simulation numérique d'essais de compression. Cette approche n'est cependant pas suffisante dans le cas de matériaux dont l'énergie stockée (la densité de dislocations) est dépendante, certes de la déformation cumulée, mais aussi de l'histoire thermomécanique du matériau (température, vitesse de déformation). Nous tentons donc d'aller plus loin en reliant directement la microdureté à la densité de dislocations.

### II.3.1. Définition de la relation HDD

#### a) Relation de Tabor

On utilise la relation de Tabor [TAB51] qui lie la dureté d'un matériau et la contrainte d'écoulement dans un état représentatif de l'indentation:

$$HV = c\sigma_y \quad (59)$$

Où  $c$  est un facteur proche de 3 [TAB51] et  $\sigma_y$  est la contrainte d'écoulement pour une déformation et vitesse de déformation représentatives des conditions d'indentation.

Dans le cas de l'indentation Vickers, l'amplitude de la déformation n'évolue pas avec la pression appliquée, seule la zone affectée par l'indentation augmente avec la pression appliquée de telle sorte que le gradient de déformation diminue lorsque la pression appliquée augmente. L'indentation est dite géométriquement similaire. Donc la déformation représentative de l'indentation  $\dot{\epsilon}^*$  est la même quelque soit la charge appliquée. Tabor l'a évaluée entre 8% et 10%. Depuis, certains chercheurs ([CHA98] [LAR01] [GIA99] [TEK01]) ont proposé des valeurs quelque peu différentes à la fois pour  $c$  et pour la déformation représentative.

Dans le cas de matériaux visqueux, il faut tenir compte de la vitesse de déformation représentative de l'indentation  $\dot{\epsilon}^*$ , car la vitesse d'indentation peut influencer la dureté mesurée. Et contrairement à la déformation représentative, la vitesse de déformation représentative a été peu étudiée. Bucaille [BUC01] propose une équation d'évolution de celle-ci dans le cas d'indentation Vickers:

$$\dot{\epsilon}^* = K \frac{\dot{h}}{h} \quad (60)$$

Où  $h$  est la profondeur d'indentation,  $\dot{h}$  la vitesse d'indentation et  $K$  un coefficient constant.

On représente cette évolution sur la figure 24, où l'on retrouve la singularité quand  $h$  est nul. Pour de très faibles valeurs de la profondeur, on contourne la singularité en définissant  $h = h_{\min}$ , et

en utilisant:  $\dot{\epsilon}^* = K \frac{\dot{h}}{h_{\min}}$

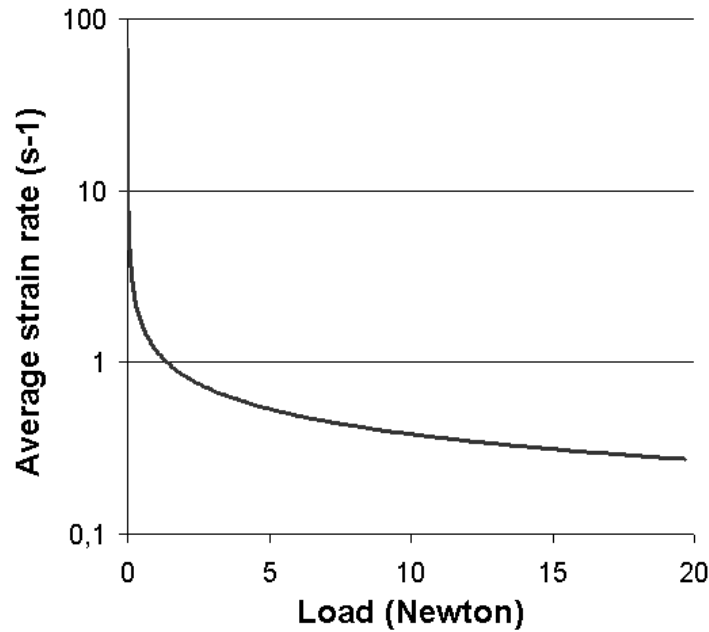


Figure 24: Évolution de la vitesse de déformation représentative au cours de l'indentation

La valeur de la profondeur  $h$  est accessible par la valeur de la dureté. En effet, elle est géométriquement liée à la valeur de la diagonale d'indentation. Dans le cas d'un indenteur Vickers, on trouve:

$$h = \frac{D}{2\sqrt{2} \tan(68^\circ)} \quad (61)$$

L'indice de dureté est lié par définition au poids appliqué  $P$  et à la diagonale de l'empreinte  $D$ :

$$HV = \frac{2P \sin(68^\circ)}{D^2} \quad (62)$$

En combinant (60), (61) et (62), on obtient une formulation de la vitesse d'indentation à partir de la charge appliquée et de la dureté mesurée:

$$\dot{\epsilon}^* = 2 \cdot K \cdot \dot{h} \frac{\tan(68^\circ)}{\sqrt{\sin(68^\circ)}} \sqrt{\frac{HV}{P}} \quad (63)$$

$$\dot{\epsilon}^* = 5.14 \cdot K \cdot \dot{h} \sqrt{\frac{HV}{P}}$$

### b) Densité de dislocations représentative

On reprend la loi d'évolution de la densité de dislocations discutée précédemment (équation (7)) [ROB73] [KLE75]:

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = M_{II}(\dot{\varepsilon}) - k_a(\dot{\varepsilon}, T)\rho \quad (64)$$

Où  $M_{II}(\dot{\varepsilon})$  et  $k_a(\dot{\varepsilon}, T)$  sont respectivement les taux de multiplication des dislocations et d'annihilation des dislocations.

En supposant ces deux coefficients constants, c'est-à-dire pour une vitesse de déformation et une température constante, on peut intégrer (64):

$$\rho = \frac{M_{II}}{k_a}(1 - \exp(-k_a \varepsilon)) + \rho_0 \exp(-k_a \varepsilon) \quad (65)$$

Où  $\rho_0$  est la densité de dislocations relative à un état initial de la matière (par exemple, recristallisé).

Si la densité de dislocations initiale d'un matériau indenté est  $\rho_i$ , alors le procédé d'indentation induit une augmentation de cette densité de dislocations. De la même manière que l'on définit habituellement une déformation représentative, on définit ici une densité de dislocations représentative. Cette dernière évolue au cours de l'indentation selon la relation (64) avec un taux de multiplication  $M_{II}(\dot{\varepsilon})$  et un taux d'annihilation  $k_a(\dot{\varepsilon}, T)\rho$ . De manière à pouvoir utiliser la relation (65), nous adoptons une valeur unique de la vitesse de déformation, celle atteinte à la fin de l'indentation et donnée par la relation (66), et nous supposons la température constante  $T = T^*$ . On choisit la valeur finale de la vitesse de déformation car, comme on peut le voir sur la figure 24, la vitesse de déformation chute très vite et atteint très tôt une valeur proche de la valeur finale.

$$\dot{\varepsilon}^* = 5.14 \cdot K \cdot \dot{h} \sqrt{\left(\frac{HV}{P}\right)_{final}} \quad (66)$$

Où, pour rappel, HV et P sont respectivement la dureté mesurée, et la charge appliquée.

A partir de (65), on obtient alors la valeur de la densité de dislocations représentative:

$$\rho^* = \frac{M_{II}^*}{k_a^*}(1 - \exp(-k_a^* \varepsilon^*)) + \rho_i \exp(-k_a^* \varepsilon^*) \quad (67)$$

Avec  $M_{II}^* = M_{II}(\dot{\epsilon}^*)$  et  $k_a^* = k_a(\dot{\epsilon}^*, T^*)$

### c) Modèle de la relation HDD

Pour finaliser la relation HDD, on utilise la relation de Nabarro [NAB64] qui a décrit la relation entre la contrainte d'écoulement et la densité de dislocations:

$$\sigma = \sigma' + \alpha G b \sqrt{\rho} \quad (68)$$

Où  $\sigma'$  est un terme de contrainte additif éventuel due à la viscosité ou aux effets de température,  $G$  le module de cisaillement,  $b$  la norme du vecteur de Burger et  $\alpha$  une constante proche de 0,5.

Dans le cas de l'indentation, la contrainte d'écoulement représentative au sens de Tabor vaut alors:

$$\sigma_y = \sigma^* + \alpha G b \sqrt{\rho^*} \quad (69)$$

Le terme de contrainte  $\sigma^*(\dot{\epsilon}^*, T^*)$  contient la contribution visqueuse et la dépendance thermique.

En combinant les équations (59), (67) et (69), on obtient une formulation de la dureté en fonction de la densité de dislocations initiale  $\rho_i$  que nous appellerons par la suite relation HDD.

$$HV = c \left( \sigma^* + \alpha G b \sqrt{\frac{M_{II}^*}{k_a^*} (1 - \exp(-k_a^* \epsilon^*)) + \rho_i \exp(-k_a^* \epsilon^*)} \right) \quad (70)$$

Avec  $\sigma^*$ ,  $M_{II}^*$  et  $k_a^*$  dépendant de  $\dot{\epsilon}^* = 5.14 \cdot K \cdot \dot{h} \sqrt{\left(\frac{HV}{P}\right)_{final}}$  et  $T^*$  supposée constante et égale à la température ambiante.

Cette expression liant la densité de dislocations initiale d'un matériau à sa dureté ne permet pas de résoudre  $HV$  analytiquement, puisque la vitesse de déformation représentative est elle-même dépendante de la dureté.  $HV$  peut cependant être obtenue de manière numérique.

En revanche, la densité de dislocations initiale du matériau est obtenue à partir de la dureté par la relation (70) réorganisée:

$$\rho_i = \left( \frac{HV - \sigma^*}{\alpha G b} \right)^2 \exp(k_a^* \varepsilon^*) - \frac{M_{II}^*}{k_a^*} (\exp(k_a^* \varepsilon^*) - 1) \quad (71)$$

Cette relation contient des paramètres propres à la loi de comportement du matériau (viscosité, écrouissage) et des paramètres propres à la relation de Tabor ( $K$ ,  $c$  et  $\varepsilon^*$ ).

Ces derniers ont été d'abord proposés par Tabor, puis largement discutés dans la littérature [CHA98] [LAR01] [GIA99] [TEK01]. Nous présentons dans la section qui suit une approche utilisant la méthode des éléments finis pour définir les valeurs numériques de ces trois paramètres.

### II.3.2. Identifications des paramètres de Tabor

On décrit dans cette section une méthode pour identifier les paramètres de la relation de Tabor à partir de la simulation numérique du procédé d'indentation, utilisant la méthode des éléments finis. On utilise dans cette partie la rhéologie du matériau basée sur une loi d'évolution de la densité de dislocations identifiée. Cette loi rhéologique est intégrée au code éléments finis Forge2005®.

Le code Forge2005® effectue un calcul élasto-viscoplastique. C'est l'algorithme de Prandtl Reuss qui est utilisé et qui permet de décomposer la déformation en un terme élastique et un terme viscoplastique. Le terme de déformation élastique est régi par le module d'Young et le coefficient de Poisson du tantale [MATWEB]. Le terme de déformation viscoplastique est obtenu grâce à la loi de comportement que l'on a défini. Le formalisme élasto-viscoplastique permet notamment de calculer un retour élastique.

Le principe est de réaliser des simulations d'indentation et de mesurer la dureté par mesure de la diagonale de l'empreinte (voir figure 25) en fonction de la charge et en fonction de la densité de dislocations initiale.

L'outil est de type Vickers. Les simulations permettent de tenir compte de la vitesse réelle de l'outil, du frottement éventuel entre l'outil et la pièce. Le remaillage automatique permet de suivre avec un maillage fin la géométrie de l'empreinte de l'indentation de manière précise. La simulation est réalisée sur un huitième de la pièce et elle est reconstituée par deux symétries miroir situées sur les surfaces libres.

On mesure la dureté par la formule suivante en identifiant sur le maillage la diagonale de l'empreinte  $D$ , et en tenant compte de la force  $P$  appliquée par l'outil:

$$HV = \frac{2P \sin(68^\circ)}{D^2} \quad (72)$$

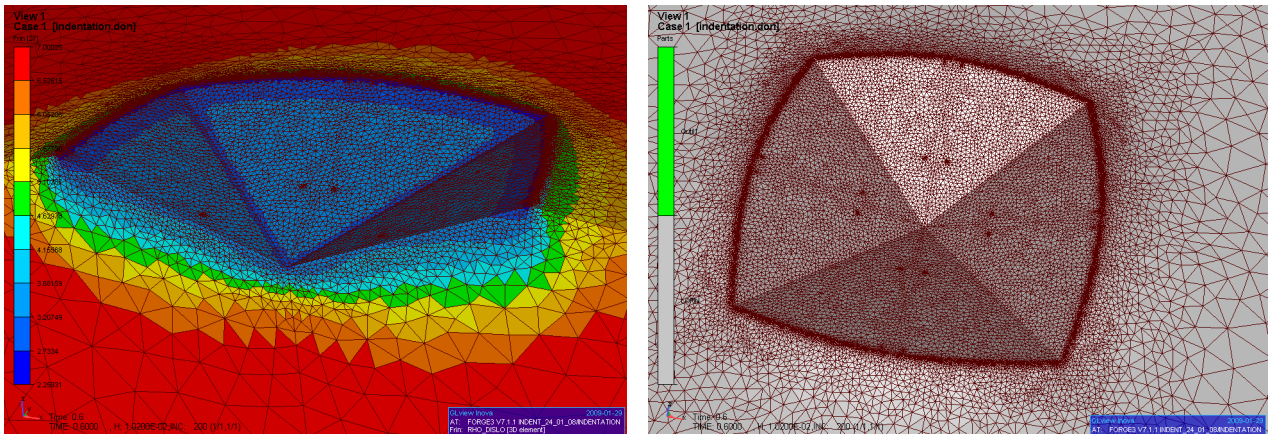


Figure 25: Simulation par la méthode des éléments finis de l'indentation (Forge2005®), à gauche, maillage en coupe, à droite, mesure de la diagonale de l'empreinte

### a) Application au tantale

Pour le tantale, l'étude réalisée est présentée par le schéma de la figure 26.

Dans un premier temps, on a identifié la rhéologie du tantale au moyen d'essais mécaniques, de compression et de torsion.

La loi d'évolution de la densité de dislocations ainsi que la loi de comportement qui lui est associée sont introduites dans le code Forge2005®. Des simulations d'indentation sont réalisées en considérant 8 états différents de la matière, c'est à dire 8 valeurs différentes de la densité de dislocations initiale. Elles correspondent à une gamme de déformations qui couvre celle du fluotournage du tantale (voir chapitre Modélisation du procédé de fluotournage). La simulation va nous permettre, par une analyse inverse, d'identifier les paramètres de la relation de Tabor, et de fixer définitivement les paramètres de la relation HDD (équation (70)) pour le cas du tantale.

Dans un deuxième temps, nous allons reprendre les échantillons de compression utilisés pour identifier le comportement rhéologique du tantale, les couper en deux et cartographier la surface de mesures de microdureté, avec environ 800 points par échantillons. Ces mesures seront ensuite comparées aux valeurs de dureté HV obtenues par éléments finis, moyennant l'utilisation de la relation HDD identifiée précédemment.



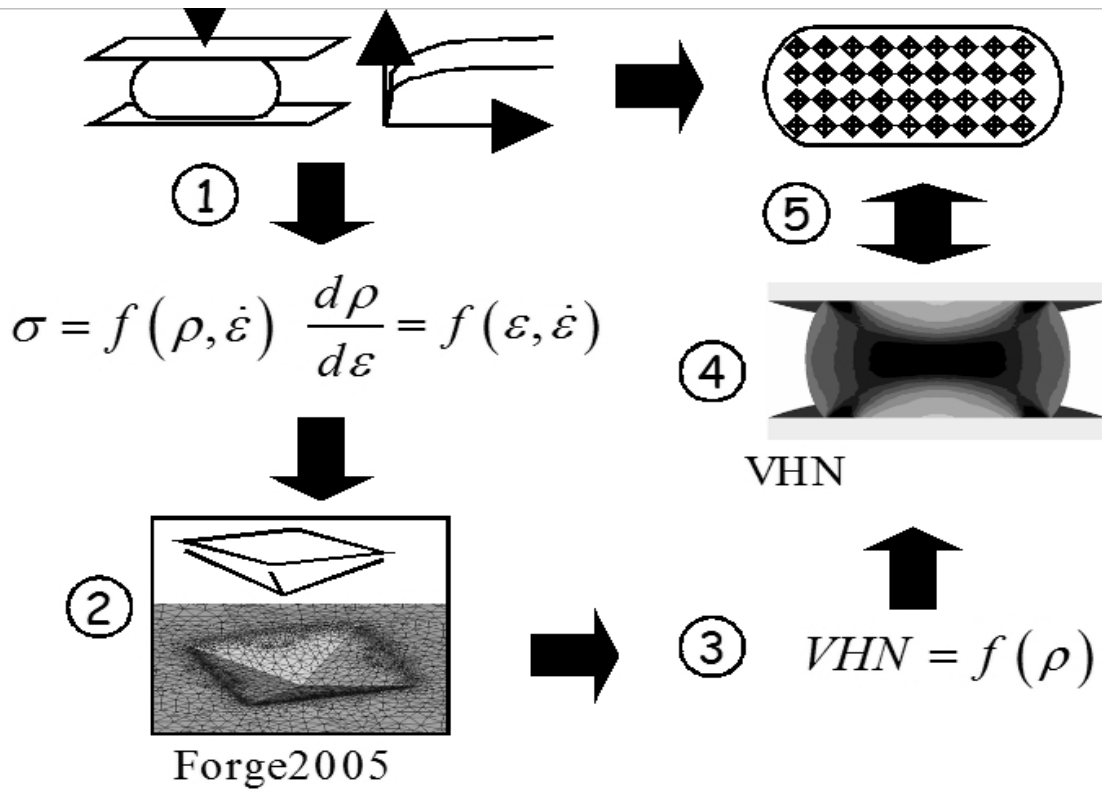


Figure 26: Schéma de procédure de détermination de la relation HDD, et de sa validation expérimentale

### i. Détermination des paramètres de la relation de Tabor

Le tantale, de par sa viscosité à température ambiante, doit être étudié en prenant en compte la vitesse de l'indenteur. Notamment le terme  $\sigma^*$  contenus dans les relations (70) (relation HDD) et (71) est, pour le tantale, obtenu à partir de l'équation (43):

$$\sigma^* = \sigma_0^* \left[ 1 - \sqrt{\frac{kT}{\Delta G_0} \ln \left( \frac{\dot{\varepsilon}_0}{\dot{\varepsilon}^*} \right)} \right] \quad (73)$$

Avec  $\dot{\varepsilon}^*$ , donnée par l'équation (66).

A partir des relations (70) et (73), on réécrit la relation HDD pour le tantale:

$$HV = c \left( \sigma_0^* \left[ 1 - \sqrt{\frac{kT}{\Delta G_0} \ln \left( \frac{\dot{\varepsilon}_0}{\dot{\varepsilon}^*} \right)} \right] + \alpha G b \sqrt{\frac{M_{II}^*}{k_a^*} (1 - \exp(-k_a^* \varepsilon^*))} + \rho_i \exp(-k_a^* \varepsilon^*) \right) \quad (74)$$

On réalise les simulations d'indentation du tantale avec le code Forge2005® et on obtient les courbes de la figure 27 (vitesse d'indentation : 33 microns/s). On remarque que la dureté décroît

légèrement avec la charge appliquée; on attribue cette variation à la viscosité du matériau (voir équation (73)).

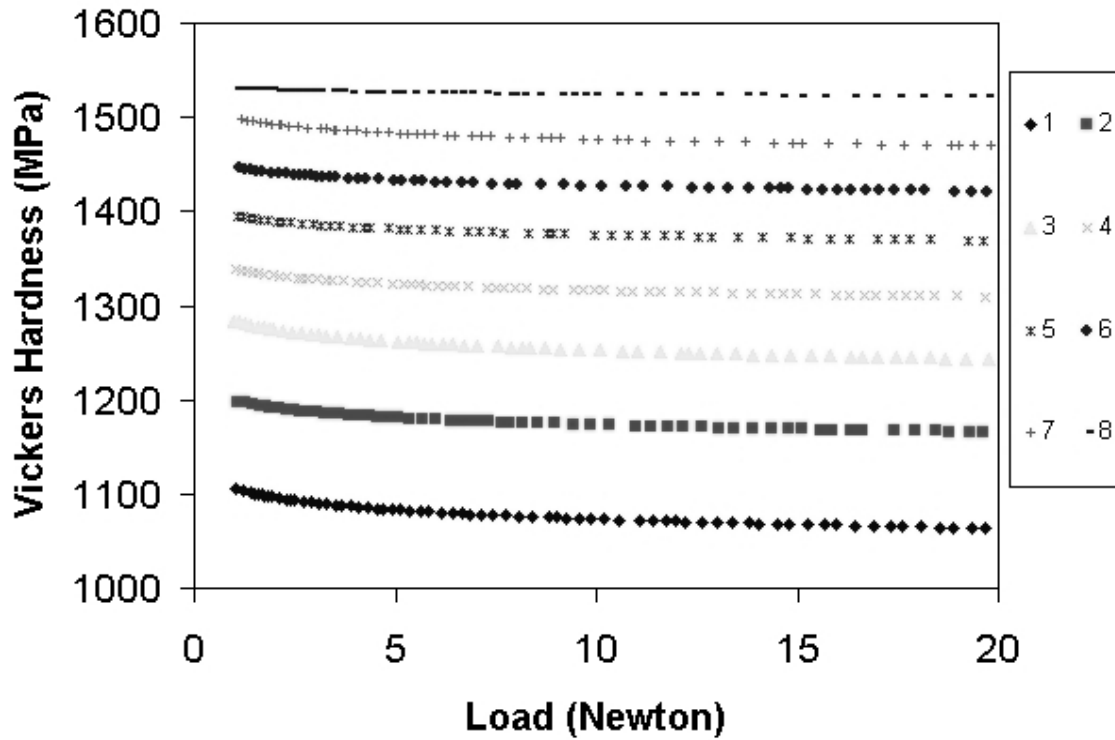


Figure 27: Courbes de dureté en fonction de la charge appliquée pour différentes valeurs de la densité de dislocations initiale du tantale

La figure 27 permet de constater que la charge appliquée a une influence sur la dureté mesurée surtout pour les charges les plus faibles et pour les matériaux les moins écrouis. A partir de 5 Newton, la dureté est stabilisée. On utilise ces courbes pour mettre en relation la dureté du matériau avec la densité de dislocations (selon la définition de l'équation (9)) pour une certaine charge appliquée. On obtient alors la courbe suivante dans le cas d'une charge de 3 N.

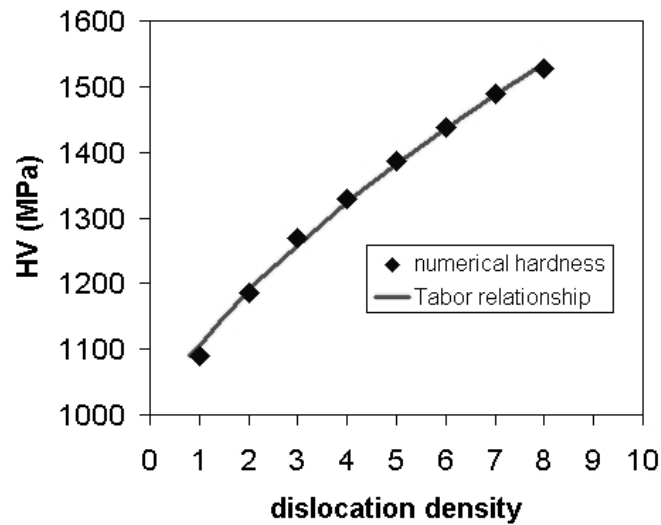


Figure 28: Courbes de dureté en fonction de la densité de dislocations pour une charge appliquée de 3 N dans le cas du tantale. Comparaison entre la simulation par éléments finis et la relation HDD

L'identification de la relation HDD (74) revient à établir la valeur des coefficients  $K$ ,  $c$  et  $\epsilon^*$  par minimisation d'erreur. On obtient alors les valeurs reportées dans le Tableau 2, qui correspondent à la courbe de la figure 28. On constate que les valeurs sont en excellente adéquation avec les valeurs préconisées par Tabor [TAB51], ou rapportées par Bucaille [BUC01]. Ceci conforte l'approche d'identification des paramètres de la relation de Tabor que nous avons adoptée.

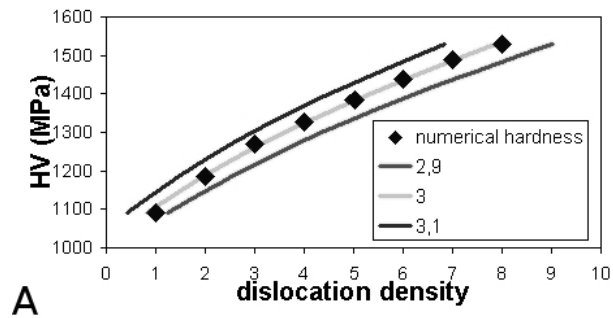
	$c$	$\epsilon^*$	$K$
	Pas d'unité	Déformation représentative	Pas d'unité
Valeurs optimisées pour le tantale	3	10.00%	0.25
Données de la littérature	2.9 à 3	8% à 10%	0.2
	(Tabor)	(Tabor)	(Bucaille)

Tableau 2: Coefficients de la relation HDD pour le tantale

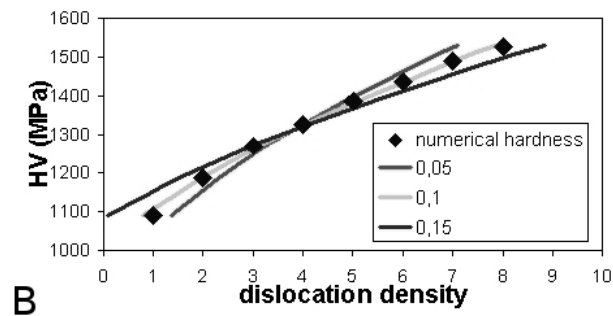
ii. *Sensibilité de la relation HDD*

On utilise les résultats obtenus pour le tantale pour évaluer la sensibilité de la relation HDD (74) à ces trois coefficients. Pour cela, chaque paramètre précédemment optimisé est légèrement dévié de sa valeur. On obtient alors les graphes de la figure 29 qui montrent de quelle manière chaque paramètre influence la forme de la courbe HDD. La relation HDD apparaît sensible à chacun de ces coefficients, et notamment au coefficient  $c$ .

*Sensibilité au coefficient  $c$*



*Sensibilité à la déformation représentative*



*Sensibilité à  $K$*

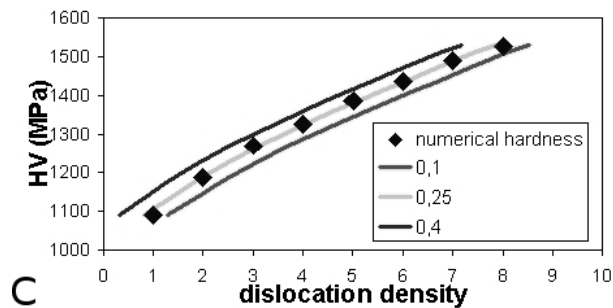


Figure 29: Courbes de sensibilité de la relation HDD aux coefficients de Tabor, A)le coefficient  $c$ , B)la déformation représentative, C)le coefficient  $K$

iii. *Validation expérimentale de la relation HDD*

Pour conclure l'étude de la relation HDD du tantale, on vérifie sa validité par des mesures de

microduretés réelles sur un matériau dont on a pu estimer la densité de dislocations initiale.

On utilise trois pions parmi les pions de tantale compressés aux vitesses de 0,01 mm/s, 0,1 mm/s et 1 mm/s (voir sections II.2.2. a). Des microindentations sont faites avec une charge de 3 N, à une vitesse de 33 microns/s et sont espacés sur la surface du matériau d'une distance de 0.25 mm (l'empreinte de l'indentation a une taille d'environ 0.03 mm, les grains ont des tailles très variables entre 0.01 et 0.07 microns). On utilise une machine de microindentation Buehler, Micromet 5114 (voir schéma de la figure 30).

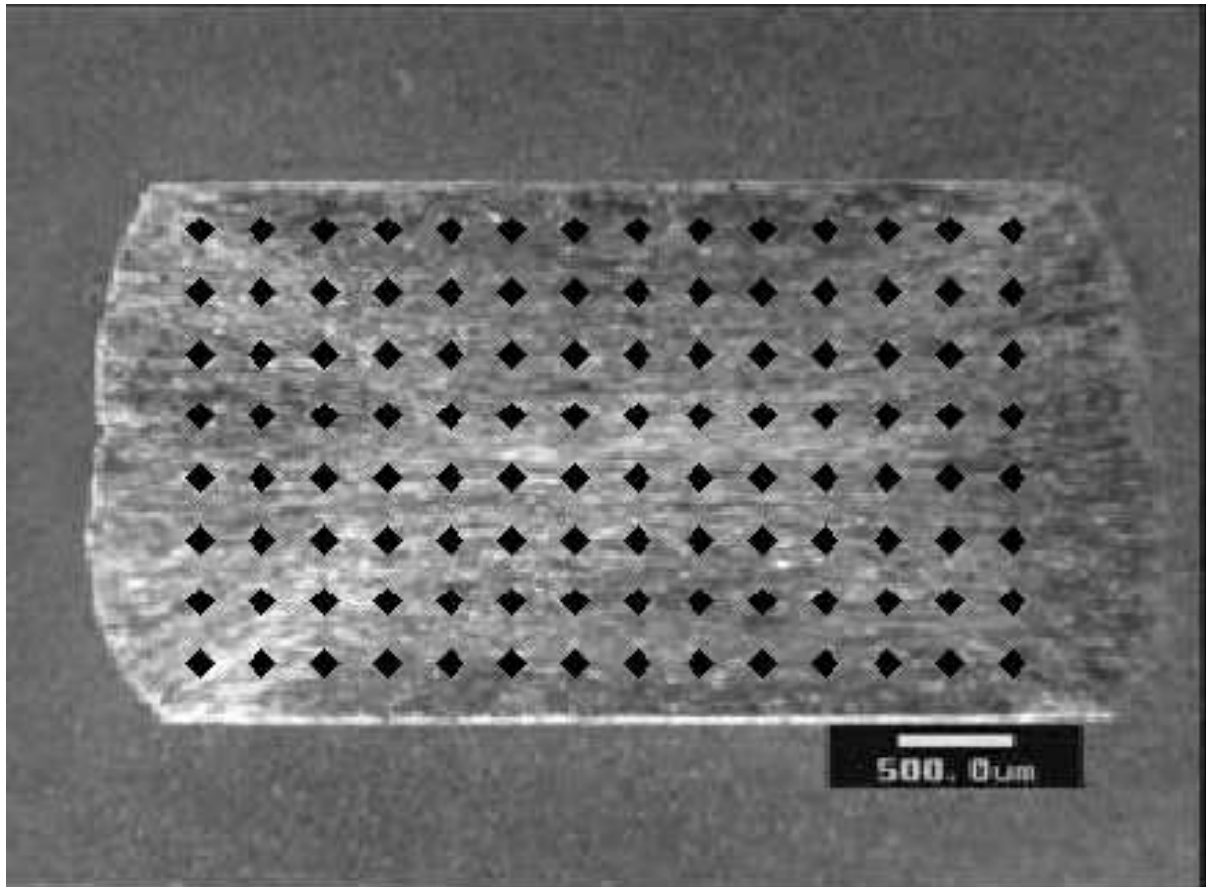


Figure 30: Pion de compression de tantale coupé en deux et quadrillé par des mesures de microduretés

Pour chaque pion de compression, on obtient une cartographie de la dureté du matériau que l'on compare avec les résultats de simulation de la compression qui a été faite au chapitre II.2.2. d) i . La simulation éléments finis donne une cartographie de la densité de dislocations à la suite de la compression du pion de densité de dislocations initiale égale à 1 (correspondant à un état recristallisé).

La relation HDD du tantale permet une conversion immédiate entre la densité de dislocations calculée et la dureté équivalente. Les cinématiques utilisées en simulation respectent les conditions

réelles de l'essai de compression. Les conditions de frottement sont approximées par un modèle de Tresca standard ( $\mu = 0.4$ ), et permettent de reproduire approximativement le bombé observé expérimentalement sur les éprouvettes.

La compression a induit un changement de forme des grains sur les zones hautement déformées de l'échantillon (sur la croix de forgeron). En plus de l'écrouissage dû à la densité de dislocations, le matériau peut donc subir un durcissement lié au rétrécissement des grains dans la direction de compression (voir figure 31). Le modèle de comportement ne prend pas bien en compte ce durcissement local puisque les paramètres ont été identifiés à partir d'essais mécaniques divers, et en considérant une moyenne volumique sur l'ensemble de l'échantillon (avec en compression des zones très déformées et d'autres très peu déformées). Si l'on cherche à présent à évaluer des duretés locales, l'effet de taille de grain en liaison avec le niveau de déformation peut s'avérer non négligeable.

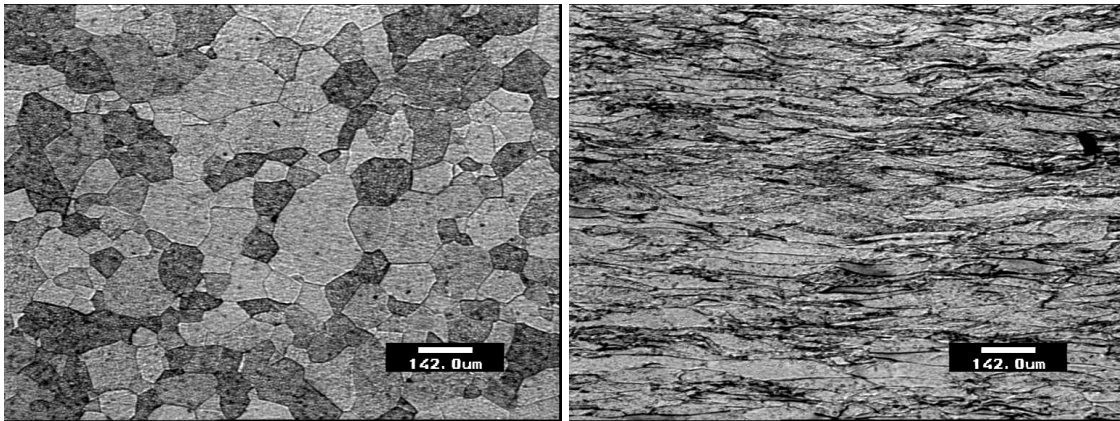


Figure 31: Micrographie du tantale initial à gauche et au cœur d'un échantillon de compression à droite

On commence donc par faire une estimation de la taille des grains après compression. Pour cela on suppose qu'ils ont subi une compression parfaite localement (pas de déformation de cisaillement) et que leur déformation vaut:

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{d}{d_0}\right) \quad (75)$$

Où  $\varepsilon$  est la déformation cumulée,  $d_0$  la taille initiale des grains et  $d$ , la taille après compression.

On déduit alors la taille en fonction de la déformation:

$$d = d_0 \exp(-\varepsilon) \quad (76)$$

Dans le cas du tantale, on a calculé une taille initiale moyenne  $d_0$  de 75 microns (voir figure 31).

La simulation fournit la déformation en tout point du pion de compression. On en déduit alors la taille de grains locale par l'équation (76), sa distribution spatiale apparaît sur la figure 32. Ces valeurs sont à comparer à la taille de l'empreinte qui est d'environ 30 microns.



Figure 32: Taille des grains d'un pion de tantale issu de compression, Forge2005®

Le durcissement par taille de grains est relié à l'effet bien connu de Hall et Petch. Hartwig [HAR02] a établi un modèle empirique du durcissement du tantale par cet effet, pour une charge de 3 Newtons et en fonction de la taille de grain:

$$\Delta HV_{Hall-Petch3Newton} = \frac{690}{\sqrt{d}} \quad (77)$$

On utilise cette relation pour calculer la contribution additive par rapport à la contribution due à l'écroutissage à la dureté totale. On constate que cette contribution atteint 150 MPa localement (voir figure 33). En réalité, ce que l'on appelle la contribution due à l'écroutissage tient compte d'une taille

de grains d'au moins 75 microns. Pour la compression, les grains ont une taille de 75 microns au début de la déformation puis en moyenne, cette taille diminue au cours de la déformation. Donc l'accroissement dû à la taille des grains s'écrit en réalité selon la formule suivante:

$$\Delta HV_{Hall-Petch3Newton} = \frac{690}{\sqrt{d}} - \frac{690}{\sqrt{75}} \quad (78)$$

En écrivant cette relation, on fait l'approximation que, en moyenne sur l'échantillon, lors de la compression, les grains gardent une taille d'environ 75 microns, mais que localement, les grains atteignent des valeurs très petites ce qui génère un accroissement de dureté.

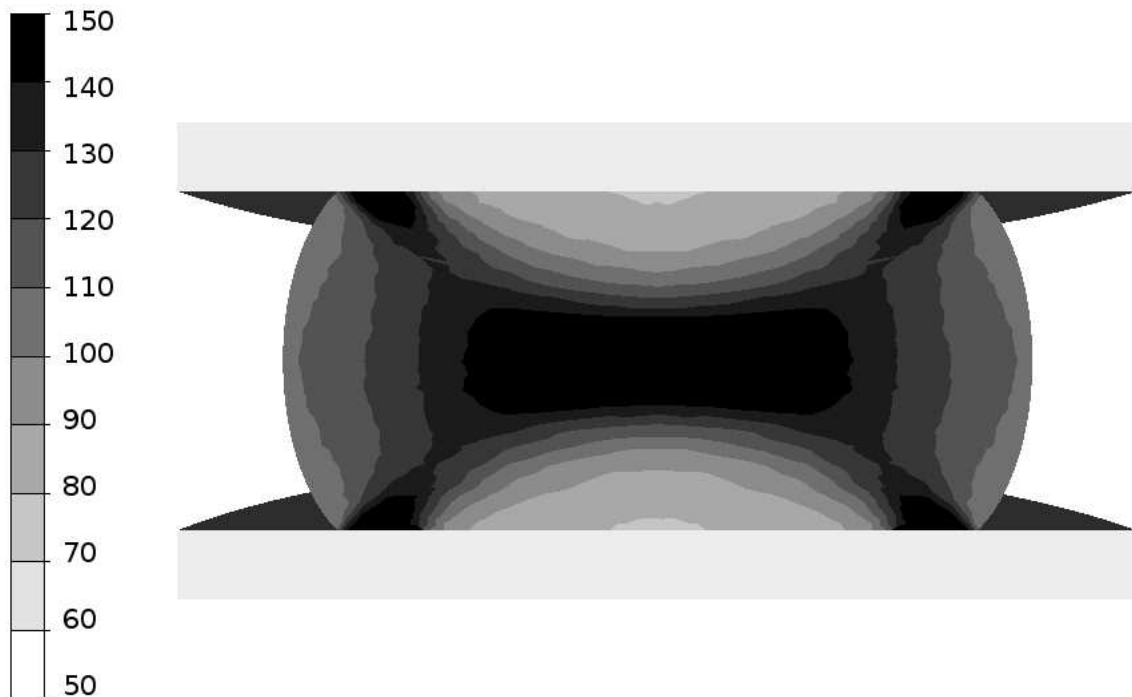


Figure 33: Accroissement de dureté (en MPa) dû à l'effet Hall et Petch, Forge2005®

On considère donc la somme de la dureté définie par la relation HDD  $HV_{HDD}$  liée à la densité de dislocations et éventuellement une contribution visqueuse, et la dureté due à l'effet Hall et Petch  $\Delta HV_{Hall-Petch}$  :

$$HV = HV_{HDD} + HV_{Hall-Petch} \quad (79)$$

La figure 34 qui suivent présentent les cartographies des duretés des pions de compression, obtenues avec Forge2005® et la relation (79), juxtaposées aux résultats expérimentaux.



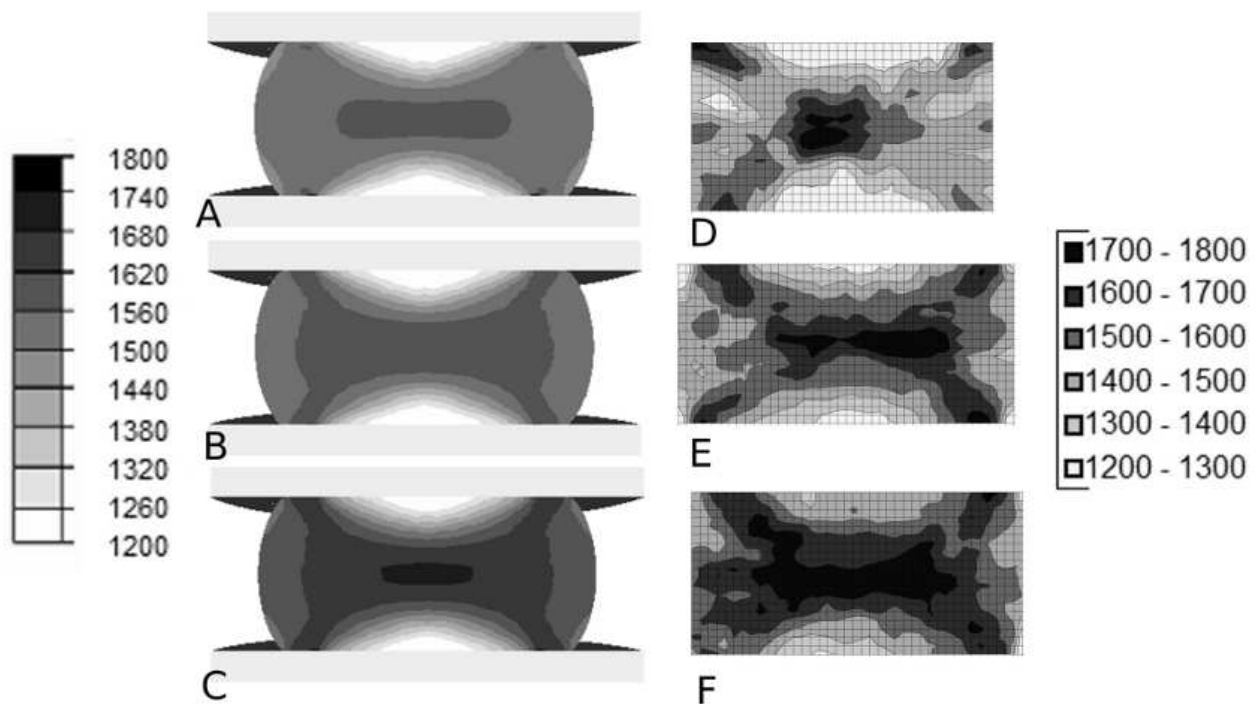


Figure 34: Microduretés issues de la simulation à gauche et expérimentales à droite, à des vitesses de compression de 1 mm/s (A et D), 0.1 mm/s (B et E), 0.01 mm/s (C et F), en MPa

Le premier résultat est la dépendance de la dureté à la vitesse de déformation que l'on constate à la fois sur les résultats expérimentaux et ceux issus du modèle. A déformation égale, plus la vitesse est importante, plus la densité de dislocations est faible. Cet adoucissement dynamique a déjà été constaté par Buy [BUY96]. Ceci implique que la déformation seule ne permet pas de rendre compte de l'écroutissage du matériau mais que l'histoire du chargement doit être prise en compte.

Le modèle est en bon accord avec les résultats expérimentaux, d'un point de vue qualitatif au moins. Ces résultats permettent de valider la relation HDD (équation (74)) établie pour le tantale. Sur la figure 34, les différentes cartographies de microduretés des échantillons écrasés à des vitesses différentes ont tous les trois le même profil de déformation. Si l'on avait établi une relation entre la dureté et la déformation au lieu de la relation HDD, alors les cartographies que l'on aurait déterminées par calcul seraient toutes identiques. Le fait de considérer la densité de dislocations qui dépend entre autre de la vitesse de déformation apporte un modèle plus riche, et d'autre part permet de confirmer que le modèle à base de densité de dislocations est plus efficace que les modèles dépendants de la déformation.

### b) Application au cuivre

Sur le modèle de ce qui a été fait pour le tantale, on applique la relation HDD au cuivre.

Pour cela on adapte la relation HDD au comportement du cuivre et notamment à la loi

d'évolution de la densité de dislocations à partir de la relation (70):

$$HV = c \left( \sigma_0 \sqrt{\frac{M_{II}^*}{k_a^*} (1 - \exp(-k_a^* \varepsilon^*)) + \rho_i \exp(-k_a^* \varepsilon^*)} \right) \quad (80)$$

Avec  $\begin{cases} M_{II}^* = m_1 \ln(\varepsilon^*) + m_2 \\ k_a^* = k_1 \ln(\varepsilon^*) + k_2 \end{cases}$  et  $\varepsilon^*$ , la vitesse représentative de l'indentation définie par la

relation (66).

On utilise la simulation numérique de l'indentation munie de la loi de comportement du cuivre établie précédemment (équations (50),(51) et (52)) pour produire les résultats de la figure 35 avec une charge de 3 N.

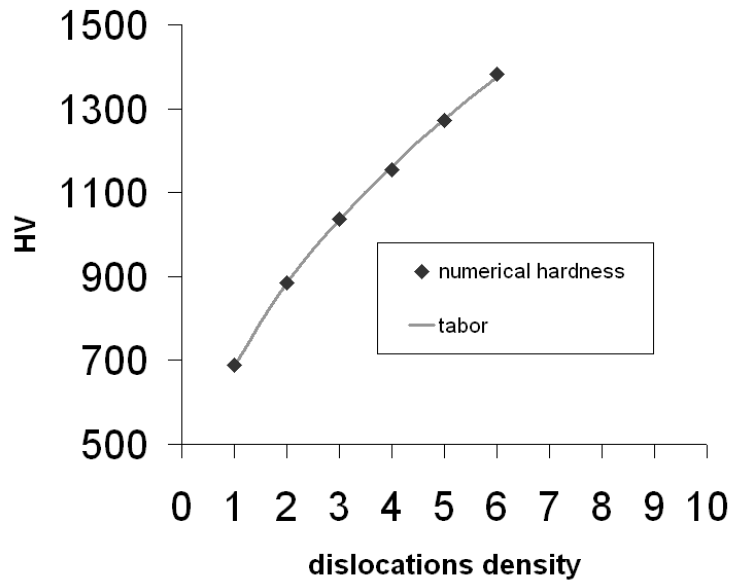


Figure 35: Courbes de dureté en fonction de la densité de dislocations pour une charge appliquée de 3 N dans le cas du cuivre, issue de la simulation d'indentation et de la relation HDD identifiée

L'identification de la relation HDD du cuivre (80) permet d'établir la valeur des coefficients  $K$ ,  $c$  et  $\varepsilon^*$  par minimisation d'erreur. On obtient la courbe de la figure 35 ainsi que les valeurs reportées dans le Tableau 3.

	c	Déformation représentative	K
	No unit		No unit
Valeurs optimisées pour le cuivre	3,70%	11,00%	0,4
Données de la littérature	2,9 à 3	8% à 10%	0,2
	(Tabor)	(Tabor)	(Bucaille)

Tableau 3: Coefficients de la relation HDD pour le cuivre

Contrairement au tantale, l'identification des paramètres de la relation de Tabor pour le cuivre donne des résultats qui s'écartent assez significativement des données de la littérature. Une cause possible de ce décalage peut venir de ce que le modèle rhéologique du cuivre n'est pas très fidèle aux résultats expérimentaux dans la zone des basses déformations (voir Figures 21 à 23). L'approche pourrait être affinée en développant une loi de comportement plus précise pour le cuivre. Néanmoins, il est intéressant de souligner ici l'intérêt de la simulation numérique de l'essai d'indentation, qui permet d'identifier des coefficients de Tabor qui peuvent varier d'un matériau à l'autre, au lieu de se contenter de valeurs « universelles ».

#### II.4. Implémentation de la loi de comportement dans le code éléments finis Forge

L'algorithme itératif de Prandtl-Reuss [MON94] permet de calculer la contrainte d'écoulement ainsi que l'incrément de déformation plastique, à partir de la loi de comportement. La loi de Prandtl Reuss se traduit par les deux équations suivantes:

$$\dot{\epsilon}_{meca} = \dot{\epsilon}_{el} + \dot{\epsilon}_{vp} \quad (81)$$

Avec  $\dot{\epsilon}_{meca}$  la vitesse de déformation totale,  $\dot{\epsilon}_{el}$ , la vitesse de déformation élastique et  $\dot{\epsilon}_{vp}$  la vitesse de déformation viscoplastique.

$f$  est la fonction du critère de plasticité de Von Mises:

$$f(\sigma, \bar{\epsilon}) = \sigma_{eq}^2 - \sigma_0^2 \quad (82)$$

Avec  $\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2} s : s}$ , la contrainte équivalente au sens de Von mises,  $s$  est le déviateur des

contraintes.

Si  $f < 0$ , alors on reste dans le domaine élastique

Si  $f = 0$ , alors on est dans le domaine viscoplastique

La convergence de l'algorithme impose que la loi de comportement soit continue, dérivable et croissante en fonction de la déformation et de la vitesse de déformation. Il est donc nécessaire de vérifier que la loi de comportement physique appliquée au tantale et au cuivre, dépendante de la densité de dislocations réponde à ces exigences.

L'utilisation d'un module utilisateur du logiciel Forge2008® implique par ailleurs que l'on définisse, pour des déformation plastique cumulée et vitesse de déformation plastique données, la contrainte d'écoulement et le module tangent (pente de la tangente à la courbe contrainte/déformation). Nous présentons ici la manière dont nous avons adapté la loi physique dépendante de la densité de dislocations à l'algorithme de Prandtl-Reuss.

#### II.4.1. Intégration temporelle implicite

A chaque itération  $i$  de l'algorithme de Prandtl Reuss, on réactualise la valeur de la densité de dislocations en fonction de la valeur de l'incrément de déformation plastique  $\Delta\varepsilon_i = \dot{\varepsilon}_i \Delta t$ . La loi d'évolution présentée par l'équation (7) doit être intégrée sur cet incrément de déformation plastique.

$$\frac{\rho^{i+1} - \rho^i}{\Delta\varepsilon} = M_{II} - k_a \left[ (\theta) \rho^i + (1-\theta) \rho^{i+1} \right] \quad (83)$$

Où l'intégration est implicite si  $\theta = 0$ , explicite si  $\theta = 1$  et semi-implicite si  $\theta = \frac{1}{2}$ .

Les courbes qui suivent montrent l'évolution de la densité de dislocations selon les trois valeurs de  $\theta$  pour une vitesse de déformation de  $20 \text{ s}^{-1}$  et des pas de temps variables ( $2 \cdot 10^{-2} \text{ s}$  pour la figure 36 A et  $10^{-4} \text{ s}$  pour la figure 36 B). La figure 36 A montre un cas critique où le pas de temps est trop élevé. Les trois types d'intégration donnent des évolutions différentes: la méthode explicite oscille et diverge, la méthode semi-implicite oscille également mais ne diverge pas. Au contraire, pour un pas de temps sensiblement plus petit (voir figure 36 B), les trois types d'intégration donne des évolutions quasiment identiques. La figure 36 C montre enfin que la méthode implicite ne donne pas une solution précise pour le pas de temps grossier (comparaison avec la solution du pas de temps plus fin), mais a l'avantage de ne pas osciller. Étant donné les pas de temps utilisés et les vitesses de déformations observées en fluotournage, nous choisissons donc par précaution une intégration implicite.

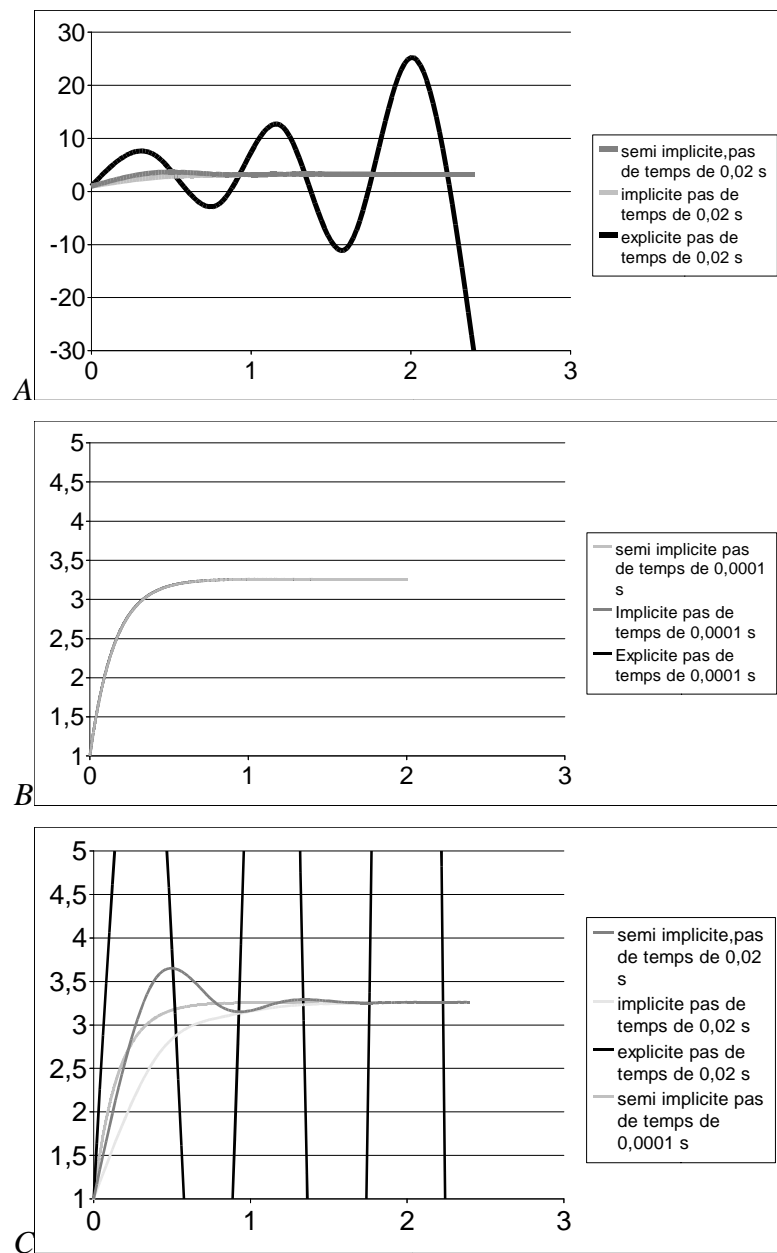


Figure 36: Courbes d'évolution de la densité de dislocation à une vitesse de  $20 \text{ s}^{-1}$ , par intégration implicite, explicite et semi-implicite avec un pas de A) 0,02 secondes, B) 0,0001 secondes C) 0,02 et 0,0001 secondes (l'échelle en ordonnée du graphe A est agrandie afin de mettre en évidence les fortes oscillations de la courbe d'évolution)

#### II.4.2. Lissage et définition du terme visqueux

Une autre difficulté dans l'implémentation de la loi de comportement du tantale réside dans le terme visqueux qui contient deux bornes finies en fonction de la vitesse de déformation (relation

(43)). En effet, la relation est définie sur la gamme  $\left[ \dot{\epsilon}_0 \exp\left(-\frac{\Delta G_0}{kT}\right); \dot{\epsilon}_0 \right]$ . Or, on souhaite que la relation soit définie pour toutes vitesses non nulles.

La première discontinuité est observée pour  $\sigma' = 0$  à la valeur  $\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp\left(-\frac{\Delta G_0}{kT}\right)$ , borne basse du domaine de vitesse de déformation. La deuxième discontinuité est liée à la présence de la racine dont le contenu ne peut être négatif, ce qui définit une borne supérieure  $\dot{\epsilon} = 0,1\dot{\epsilon}_0$ . Autrement dit, la loi de comportement est définie pour les vitesses de déformation appartenant à l'intervalle  $\left[ \dot{\epsilon}_0 \exp\left(-\frac{\Delta G_0}{kT}\right); \dot{\epsilon}_0 \right]$ . Pour toutes les autres valeurs de la vitesse de déformation, on lisse la contrainte  $\sigma'$  de telle sorte qu'elle soit toujours croissante, continue et dérivable.

Pour que les fonctions lissées soit continues, continument dérivables et croissantes, on propose de réduire l'intervalle sur lequel la loi de comportement est définie à l'intervalle  $\left[ 10\dot{\epsilon}_0 \exp\left(-\frac{\Delta G_0}{kT}\right); 0,1\dot{\epsilon}_0 \right]$ , comme schématisé sur la figure 37.

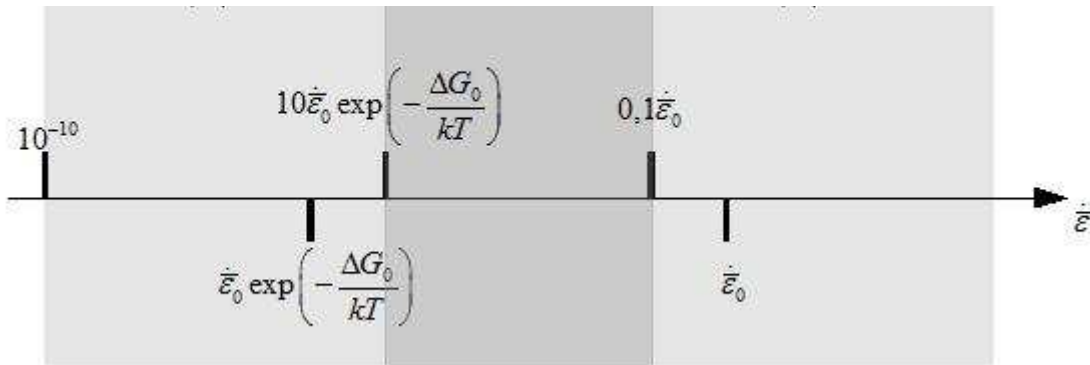


Figure 37: Schéma de lissage de la contrainte visqueuse du tantale

Pour  $0,1\dot{\epsilon}_0 < \dot{\epsilon} < +\infty$ , on introduit une fonction linéaire  $f_1(\dot{\epsilon}) = a\dot{\epsilon} + b$  qui satisfait les conditions suivantes:

$$f_1(0,1\dot{\epsilon}_0) = 0,1a\dot{\epsilon}_0 + b = \sigma'_0 \left[ 1 - \sqrt{\frac{kT}{\Delta G_0} \ln(10)} \right] \quad (84)$$

$$\frac{df_1}{d\dot{\epsilon}}(0,1\dot{\epsilon}_0) = \frac{d\sigma'}{d\dot{\epsilon}}(0,1\dot{\epsilon}_0) \quad (85)$$

Pour les valeurs basses de  $\dot{\epsilon}$ , c'est à dire pour  $10^{-10} \leq \dot{\epsilon} \leq \dot{\epsilon}_1$  avec  $\dot{\epsilon}_1 = 10\dot{\epsilon}_0 \exp\left(-\frac{\Delta G_0}{kT}\right)$ , on introduit une fonction du deuxième degré  $f_2(\dot{\epsilon}) = a\dot{\epsilon}^2 + b\dot{\epsilon} + c$  qui satisfait les conditions suivantes:

$$f_2(10^{-10}) = a(10^{-10})^2 + b(10^{-10}) + c = 0 \quad (86)$$

$$f_2(\dot{\epsilon}_1) = a(\dot{\epsilon}_1)^2 + b(\dot{\epsilon}_1) + c = \sigma'(\dot{\epsilon}_1) \quad (87)$$

$$\frac{df_2}{d\dot{\epsilon}}(\dot{\epsilon}_1) = 2a\dot{\epsilon}_1 + b = \frac{d\sigma'}{d\dot{\epsilon}} \quad (88)$$

Les deux lissages proposés permettent de définir le terme de contrainte visqueuse sur une gamme complète de vitesses de déformation (figure 38). La gamme de vitesses où le terme est défini par le modèle physique est typiquement de  $]10^{-4}; 15000]$  à 25°C. Sur le reste de la gamme, ce sont les lissages qui modélisent le comportement visqueux du tantale et évitent des comportements pathologiques lors de la résolution numérique du problème par l'algorithme de Prandtl Reuss.

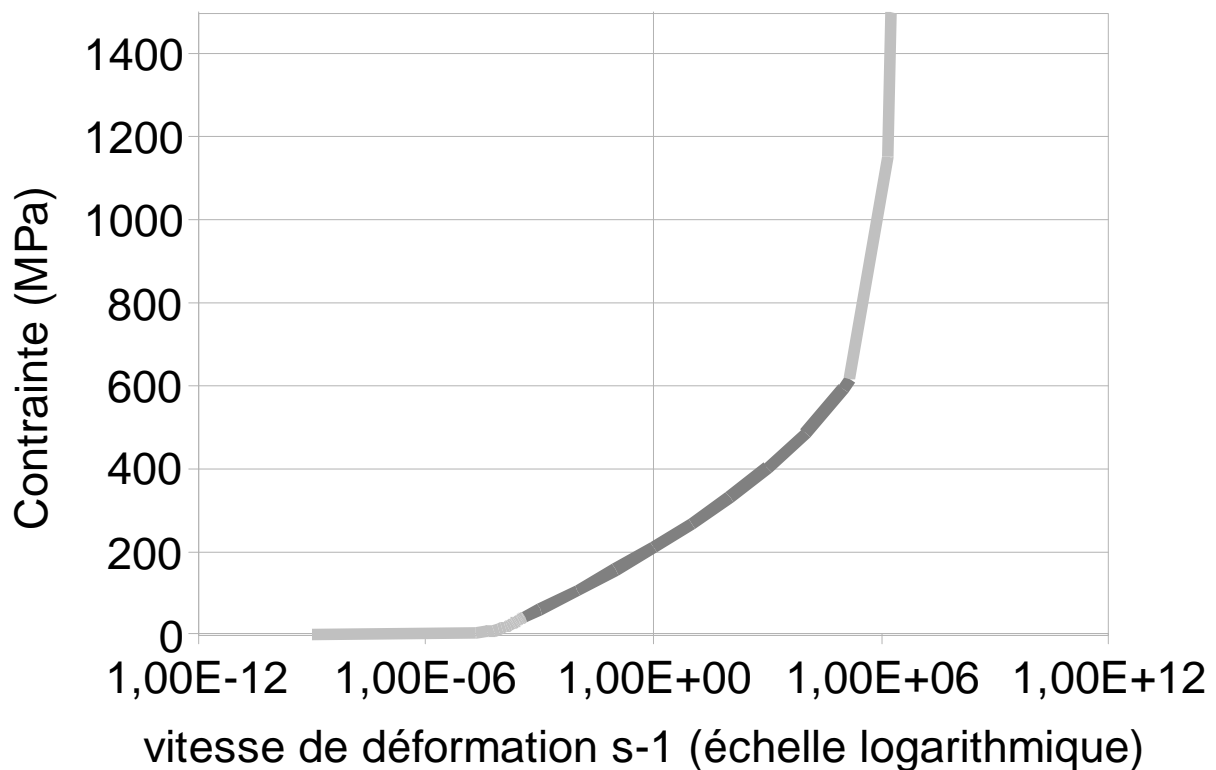


Figure 38: Lissage de la contrainte visqueuse du tantale sur une gamme complète de vitesse de

*déformation*

## **II.5. Conclusion**

Ce chapitre contient deux contributions principales:

- La mise en place de lois de comportement dépendantes de la densité de dislocations pour le tantale et le cuivre ainsi que leur implémentations dans le logiciel Forge2007®. Ces lois sont élasto-viscoplastiques et dépendantes de la température. Elles permettront de modéliser le comportement de ces matériaux lors de la simulation du fluotournage.
- La définition d'une relation entre la dureté Vickers et la densité de dislocations avec prise en compte de la viscosité du matériau. Cette relation a permis de montrer notamment que l'écrouissage acquis lors d'un essai de compression dépend de la vitesse de déformation. Cette relation permettra également d'évaluer la densité de dislocation du cuivre ou du tantale qui a subi des sollicitations thermomécaniques. Cette quantité pourra être utilisée pour modéliser la restauration et la recristallisation lors d'un traitement thermique.





## III. Modélisation du procédé de fluotournage

### III.1. Modèle de simulation numérique du fluotournage en 3D

Le code utilisé pour modéliser le procédé de fluotournage est Forge2007®. Il permet de modéliser le comportement de matériaux solides mis en forme à froid (ou à chaud) en 3D. Il comporte un solveur implicite utilisant une formulation lagrangienne et utilisé sur des maillages tétraédriques non structurés munis d'un mailleur automatique.

Considérant le matériau comme homogène et continu, le code Forge2007® est basé sur les équations de la mécanique des milieux continus: l'équation de conservation de la masse et l'équation fondamentale de la dynamique, ainsi que sur une définition du comportement des matériaux par le biais des lois rhéologiques. Le matériau se comporte selon une loi rhéologique qui peut être élastique, plastique, viscoplastique ou encore thermo-élasto-viscoplastique. Ces comportements sont modélisés dans le code Forge2007® par des lois qui permettent d'associer un état de contrainte à une déformation, une vitesse de déformation et une température.

Le code permet de prendre en compte des conditions aux limites du domaine déformable de différentes natures: force imposée, déplacement imposé, contact avec les outils, ou surface libre. En l'occurrence, on insistera sur la possibilité de modéliser le caractère flottant des molettes en fluotournage ainsi que l'auto-contact permettant de gérer les replis de matière.

#### III.1.1. Les équations d'équilibre

A la base du calcul numérique, les deux équations d'équilibre sont respectivement l'équation de conservation de la masse et l'équation fondamentale de la dynamique:

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \text{div}(\rho v) = 0 \quad (89)$$

$$\text{div}(\sigma) + F_v = \rho \frac{dv}{dt} \quad (90)$$

Où  $\rho$  est la densité du matériau,  $v$  est le vecteur vitesse,  $\sigma$  est le tenseur des contraintes de Cauchy et  $F_v$  est l'ensemble des forces volumiques.

#### III.1.2. Elasto-viscoplasticité

Les équations d'équilibre ne sont pas suffisantes pour résoudre le problème mécanique, il faut encore identifier le comportement du matériau, c'est à dire quantifier la déformation du matériau soumis à un effort donné. Ces informations sont intrinsèques au matériau. Dans le cas du

fluotournage où la matière est tantôt déformée à grande vitesse, tantôt au repos, on utilise un modèle complexe de solide visco-plastique écrouissable dont le schéma est le suivant:

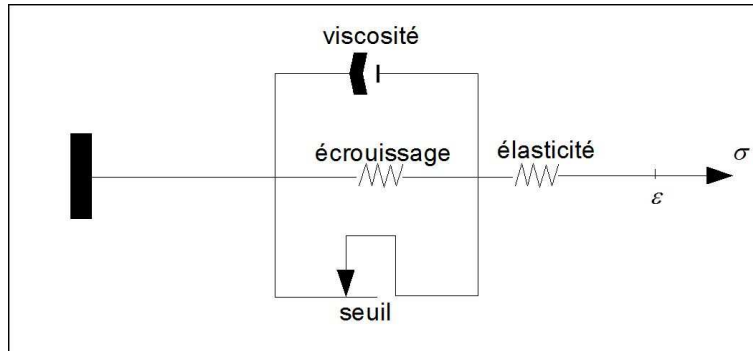


Figure 39: Représentation schématique de l'élasto-viscoplasticité écrouissable à seuil

Ce schéma correspond à un matériau qui se déforme d'abord uniquement élastiquement, puis à partir d'un seuil, commence à plastifier. La contrainte de plasticité est d'autant plus élevée que la déformation plastique déjà cumulée est grande (écrouissage) et que la vitesse est grande (viscosité).

Le tenseur des vitesses de déformation d'un matériau est défini comme suit à partir du gradient du champ de vitesse:

$$\dot{\epsilon} = \frac{1}{2}(\nabla v + {}^T(\nabla v)) \quad (91)$$

On en déduit la vitesse de déformation plastique équivalente:

$$\dot{\bar{\epsilon}} = \sqrt{\frac{2}{3}\dot{\epsilon} : \dot{\epsilon}} \quad (92)$$

Pour un matériau élasto-viscoplastique, le tenseur de vitesse de déformation se décompose en une partie élastique et une partie viscoplastique:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_{el} + \dot{\epsilon}_{vpl} \quad (93)$$

On choisit la loi de Hooke pour modéliser la partie élastique par la formule linéaire suivante:

$$\dot{\epsilon}_{el} = D^{el-1}\sigma \quad (94)$$

On décompose le tenseur des contraintes au sein d'un matériau en une partie déviatorique et une partie sphérique (pression hydrostatique):

$$\sigma = s - pI \quad (95)$$

Avec

$$p = -\frac{1}{3} \text{tr}(\sigma) \quad (96)$$

Pour un métal, la pression ne génère pas de plasticité, seulement de la déformation élastique qui est réversible.

Le déviateur des contraintes  $s$  est la partie de la contrainte qui permet la plasticité du matériau, de manière irréversible et incompressible. La partie complémentaire est la partie sphérique, la pression, qui génère de l'élasticité.

C'est le critère isotrope de Von Mises qui est utilisé pour définir le domaine plastique:

$$f = \sigma_{VM} - \sigma_0 \quad (97)$$

$$\text{Avec } \sigma_{VM} = \sqrt{\frac{3}{2} s : s}$$

Où  $\sigma_0$  est la contrainte d'écoulement du métal considéré.

L'écoulement viscoplastique associé au critère de Von Mises entraîne la relation suivante qui donne la direction de l'écoulement, perpendiculaire à la surface de charge  $f$ , c'est la loi de normalité:

$$\dot{\epsilon}_{vpl} = \lambda_{vpl} \frac{\partial f}{\partial \sigma} \quad (98)$$

Où  $\lambda_{vpl}$  est le multiplicateur plastique.

On représente généralement le comportement viscoplastique d'un métal en formulant sa contrainte d'écoulement en fonction de la déformation plastique équivalente, de la vitesse de déformation plastique équivalente et de la température, reliées ensemble par un jeu de paramètres rhéologiques caractéristiques du matériau.

La loi de Norton Hoff est un exemple de modèle de comportement viscoplastique:

$$\sigma_0 = K \sqrt{3} \left( \sqrt{3} \dot{\epsilon} \right)^m \quad (99)$$

Où  $m$  est le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation,  $K$  est la consistance du matériau. On peut faire porter au paramètre  $K$ , l'écrouissage, c'est à dire la dépendance de la

contrainte à la déformation cumulée:  $K(\bar{\epsilon})$ .

Dans la suite de ce chapitre, on présente différentes expériences de fluotournage du plomb et du cuivre que l'on a ensuite modélisé. Cela a nécessité de définir une loi de comportement pour ces deux matériaux. Pour le plomb, une loi de type Norton Hoff a été utilisée avec une consistance évoluant avec la déformation par une loi puissance. Elle a été identifiée à partir de données de la bibliographie.

Le cuivre et le tantale ont fait l'objet d'une étude expérimentale de caractérisation mécanique qui a donné suite à deux modèles à base de densité de dislocations. Ces deux modèles à base de densité de dislocations montrent l'avantage, contrairement au modèle utilisé pour le plomb, de prendre en compte l'histoire du matériau par le biais de l'équation d'évolution de la densité de dislocation. Cette caractéristique peut comporter un avantage dans le cas du fluotournage où la matière est travaillée lors de nombreux passages de l'outil. Plus de détails sont disponibles dans le chapitre II concernant la rhéologie des matériaux.

### **III.1.3. La gestion du contact avec des outils rigides**

La surface  $\partial\Omega$  du domaine est décomposée en plusieurs surfaces:

$$\partial\Omega = \partial\Omega_c + \partial\Omega_L + \partial\Omega_v + \partial\Omega_T \quad (100)$$

Avec:

$\partial\Omega_L$ , la surface libre pour laquelle la contrainte normale à la surface est nulle

$\partial\Omega_v$ , la surface de vitesse imposée

$\partial\Omega_T$ , la surface de force imposée, ce qui revient à dire que la contrainte normale est imposée

$\partial\Omega_c$ , la surface en contact avec des outils ou avec elle même (autocontact). Dans ce cas, la vitesse de l'outil et des lois de frottement conditionnent la vitesse tangentielle et les contraintes en surface.

En l'occurrence, la simulation du fluotournage est concernée par les surfaces libres, les surfaces de vitesse imposée et les surfaces en contact avec des outils et en contact avec elle même (replis de matière). On présente le cas particulier des outils flottants ainsi que l'algorithme utilisé pour gérer l'auto-contact.

### a) Outils flottants

Dans le procédé de fluotournage, les molettes sont en mouvement de translation le long de la pièce et libres sur leurs axes. De ce fait, leur vitesse de rotation propre est régie par leur contact avec la pièce, par le frottement existant entre les molettes et la pièce, ainsi que par l'écoulement de la matière sous le contact. Les vitesses de rotation des molettes sont donc inconnues a priori, il n'est donc pas possible de les considérer comme conditions initiales du calcul. Le mouvement des molettes est dit « flottant » dans le sens où la détermination de leur mouvement fait partie du calcul numérique. L'algorithme qui permet de prendre en compte des outils flottants a été étudié et implémenté dans le logiciel Forge3® par Boyère [BOY99] et Traoré [TRA01].

En général, pour chaque corps rigide, on considère 6 degrés de libertés, parmi les trois composantes d'un vecteur de vitesse de translation et les trois composantes d'un vecteur de vitesse de rotation.

Dans le cas de la modélisation du fluotournage, nous considérons que la molette a un degré de liberté, la vitesse de rotation selon l'axe de révolution de la pièce (voir figure 40).

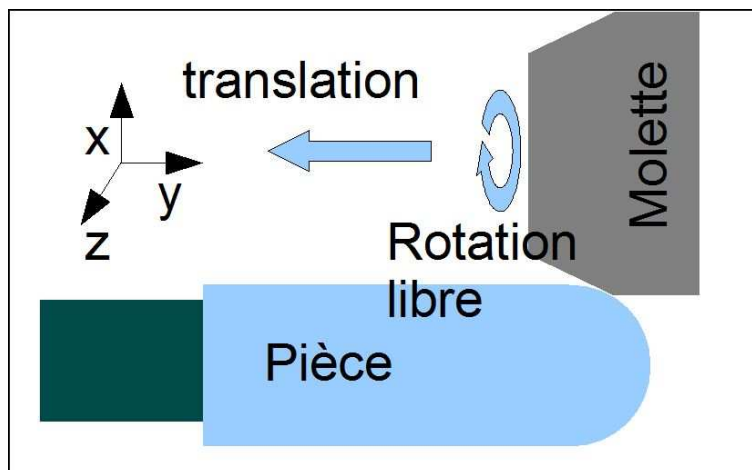


Figure 40: Rotation libre et translation de la molette

La détermination de cette vitesse de rotation est faite en même temps que celle des vitesses des points du solide déformable. La résolution du problème mécanique compte donc des inconnues en plus, correspondant à un degré de liberté supplémentaire par molettes.

En l'occurrence, on impose un contact glissant avec frottement entre les molettes et la pièce. On utilise pour modéliser le frottement une loi à seuil de type Coulomb limité Tresca, ce qui implique que les points en contact suivent la relation suivante:

$$\tau < \min(\mu p, \bar{m} \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}}) \rightarrow v_g \quad (101)$$

$$\tau = \min(\mu p, \bar{m} \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}}) \rightarrow \exists \lambda \geq 0, v_g = -\lambda \tau$$

$$\tau > \min(\mu p, \bar{m} \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}}) \quad \textit{impossible}$$

$\tau$  est la contrainte tangentielle critique,  $v_g$  est la vitesse de glissement.

$p$  est la pression de contact,  $\sigma_0$  est la contrainte d'écoulement.

$\mu$  et  $\bar{m}$  sont respectivement les coefficients de Coulomb et Tresca.

$\lambda$  est un scalaire reliant linéairement la contrainte tangentielle critique à la vitesse de glissement.

De plus, on impose que le couple exercé sur la molette le long de son axe de rotation soit nul (axe y sur la figure 40). De ce fait, dans la simulation, les points de la molette qui sont en contact avec la pièce ont une vitesse imposée dans les directions x et y, et un effort imposé nul dans la direction z. Entraînés par la rotation de la pièce, les points de la molette sont mis en mouvement dans la direction z de telle sorte que dans cette direction, les points de la pièce et ceux de la molette ont une vitesse quasi égale.

Se pose alors la question de l'intérêt d'utiliser les outils flottants... En effet, on peut penser que l'on aurait très bien pu imposer à la molette de tourner à une vitesse qui permette aux points en contact d'avoir la même vitesse que la pièce. ( $\omega_{molette} r_{molette} = \omega_{pièce} r_{pièce}$ ). Seulement l'angle d'attaque de la molette est tel que les points en contact ne sont pas tous situés sur le même rayon de la molette ou de la pièce et donc, la pièce fluotournée serait surcontrainte.

### b) Gestion de l'auto-contact

Le fluotournage a la particularité de former des bourrelets de matière devant la molette qui ont tendance à se replier sur la pièce. L'algorithme de gestion de l'auto-contact développé par Barboza [BAR04] dans le code Forge2005® permet d'empêcher les noeuds de surface d'une pièce de pénétrer cette même pièce. L'algorithme se fait en deux étapes à chaque incrément de calcul.

La première étape consiste à détecter les noeuds en situation de repli par une approche géométrique. Pour chaque noeud P de la facette F, on cherche l'intersection de la demie droite issue de P et normale à F avec d'autres éléments. Ces intersections sont appelées P', elles appartiennent aux facettes F'. Les vecteurs sortants normaux aux facettes F et F' issus des points P et P' sont les vecteurs n et n' (voir exemple figure 41). Pour chaque point F', on calcule les produits scalaires

entre  $n$  et  $n'$ . Si le produit scalaire est inférieur à  $-1/2$ , alors l'angle entre les deux facettes est compris entre  $120^\circ$  et  $240^\circ$ , et donc les points sont considérés en situation de repli. Ces points en situation d'auto-contact sont gérés par un algorithme initialement prévu pour le contact entre deux corps déformables et adaptés pour le repli de matière [BAR04].

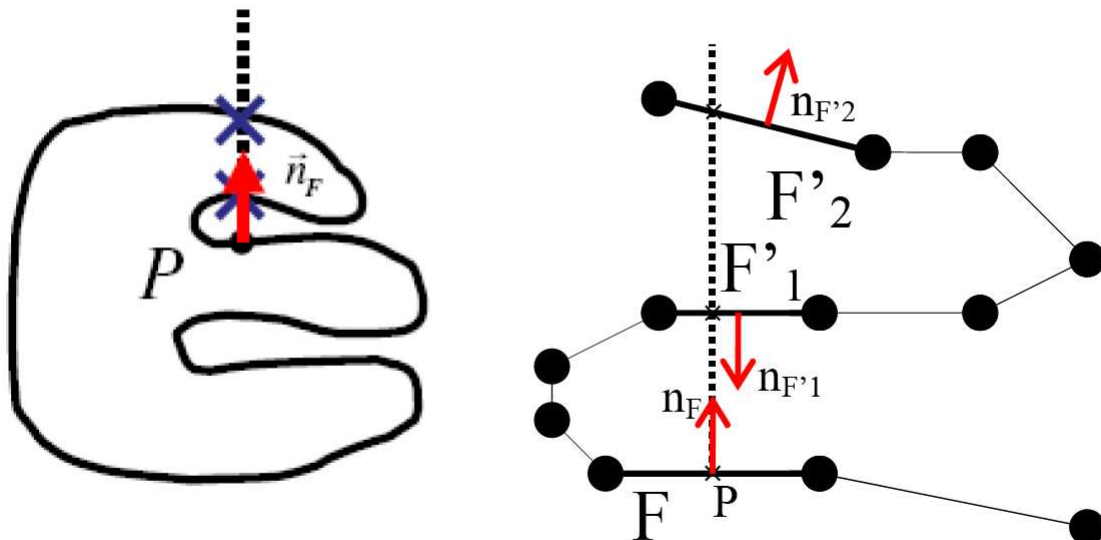


Figure 41: Schéma illustrant la recherche de points en situation de repli

Munis de ces deux algorithmes d'outil flottant et d'autocontact, le code est capable de modéliser la mise en forme du fluotournage de pièces métalliques. Dans le but de valider la modélisation numérique, divers essais de fluotournage ont été réalisés, d'une part, sur du plomb au moyen d'un tour classique, d'autre part, sur des pièces en cuivre sur un fluotur. Ceci fait l'objet du chapitre qui suit.

### III.2. Essais de fluotournage de pièces en plomb

Dans le cadre d'une première campagne d'essais de fluotournage, un tour classique a été adapté au CEMEF pour réaliser du fluotournage. Les efforts de tournage étant bien inférieurs à ceux observés en fluotournage, il a fallu travailler avec un matériau mou, expliquant ainsi le choix des pièces en plomb issues de fonderie.

#### III.2.1. Matériel et plan expérimental

##### a) Banc d'essais

Des travaux de fluotournage du plomb ont déjà été réalisés par Wong et al. [WON03] [WON04] [WON05]. Il a montré entre autres choses que l'utilisation du plomb garantit des contraintes d'écoulement suffisamment faibles pour que la pièce soit raisonnablement déformée sur un tour classique.



Un mandrin et une contre butée ainsi que des molettes ont été réalisés pour la circonstance et montés sur le tour. Comme le montre la figure 42, une molette unique est montée sur une cellule de force 3 axes piézométrique (Kistler). La cellule de force fournit les 3 composantes de la force appliquée par la molette sur la pièce.

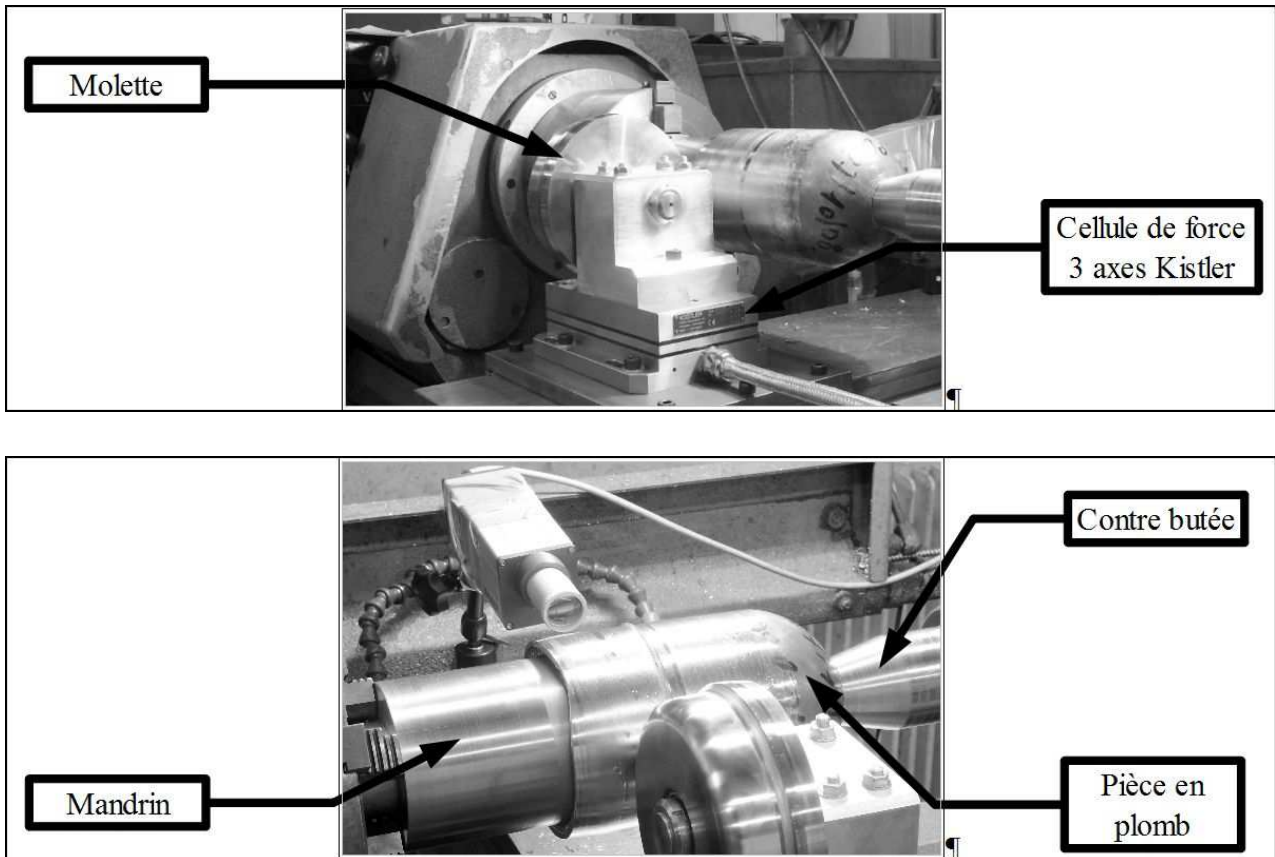


Figure 42: Montage du banc de fluotournage sur un tour classique

### b) Pièces en plomb

Trois pièces de plomb issues de fonderie ont été réalisées par le CEA Valduc. Ces pièces axisymétriques sont cylindriques à l'intérieur et coniques à l'extérieur. De diamètre interne de 98 mm, leurs épaisseurs varient de 11 à 16mm le long de la partie tubulaire. (voir figure 43)

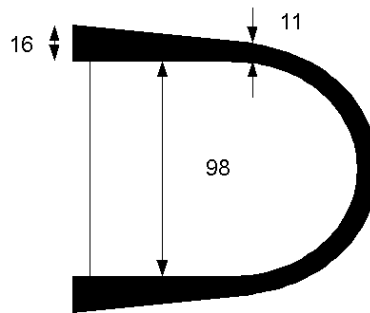


Figure 43: Pièces de plomb issues de fonderie

On a extrait des travaux de Wong et al. [WON05] une caractérisation du plomb pur faite avec des essais de compression sur une large gamme de vitesses de déformation allant de  $0,001 \text{ s}^{-1}$  à  $150 \text{ s}^{-1}$ . A partir de ces courbes on a établi et identifié de manière approximative (sans minimisation d'erreur) les paramètres d'un modèle rhéologique pour le plomb qui sera utilisé par la suite dans le code de simulation numérique du fluotournage (voir figure 44).

On a utilisé un modèle très simple basé sur une loi puissance comme suit:

$$\sigma = K \bar{\epsilon}^n \dot{\bar{\epsilon}}^m \quad (102)$$

Où  $K$ ,  $n$  et  $m$  sont respectivement la consistance, les coefficients d'écrouissage et de sensibilité à la vitesse avec:  $K=57 \text{ Mpa}$ ,  $n= 0.07$  et  $m=0.02$ .

La figure 44 donne d'une part les courbes issues de la littérature à gauche et à droite les courbes que l'on a obtenues à partir de notre modèle.

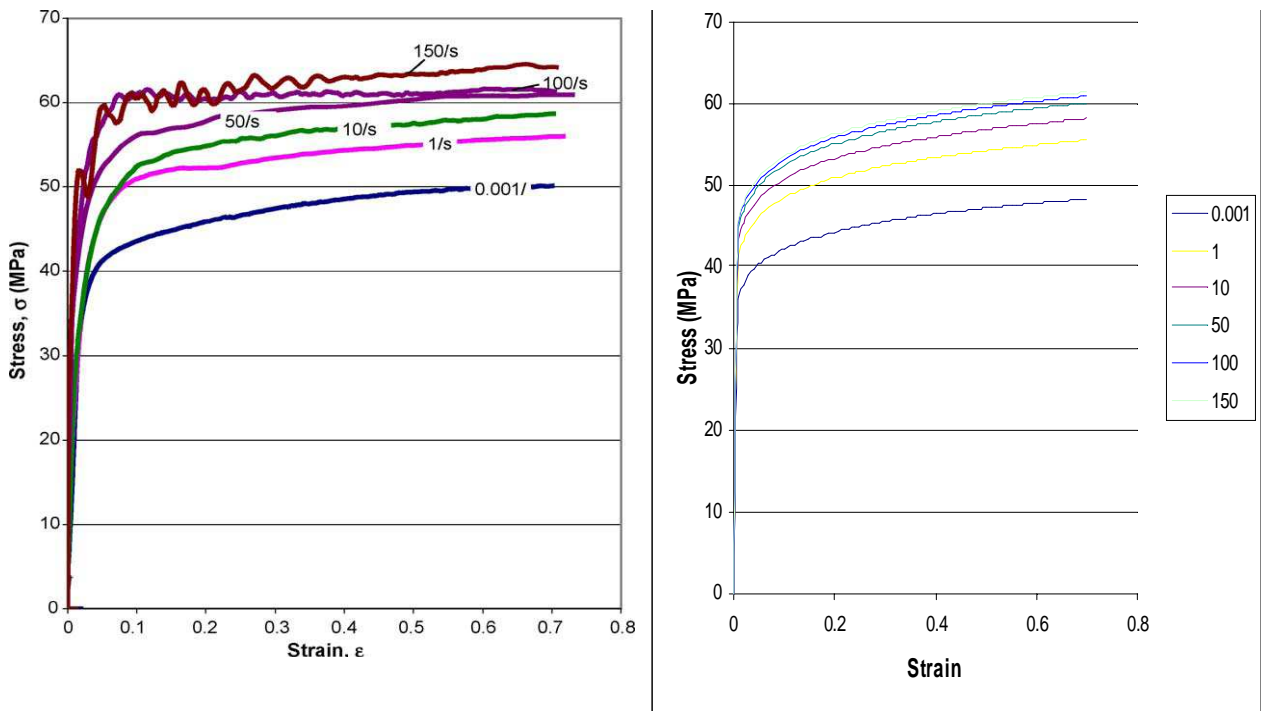


Figure 44: Courbes de contrainte en fonction de la déformation du plomb pour différentes vitesses, à gauche, tirées de [WON05], à droite, obtenues à partir du modèle rhéologique défini par la formule (14).

### c) Plan expérimental

Compte tenu du fait que les pièces sont de forme cylindrique à l'intérieur et légèrement conique à l'extérieur, elles nécessitent toutes plusieurs passes préalables permettant de ramener la paroi extérieure à une forme cylindrique (passe de mise au rond). Pour cela on a réalisé plusieurs passes d'1 mm chacune toutes à la même vitesse. A la fin, la pièce a une épaisseur de 10 millimètres. Cette épaisseur est homogène sur toute la longueur de la pièce. Ce premier travail implique par ailleurs un premier écrouissage des pièces.

Puis on a appliqué sur chaque pièce plusieurs passes de fluotournage. Les conditions appliquées aux trois pièces de plomb une fois mises au rond sont présentées dans le Tableau 4. Les conditions varient d'une pièce à l'autre mais sont répétées à l'identique sur une même pièce. On a fait varier deux paramètres, l'angle d'attaque de la molette et la réduction appliquée à la pièce. Les deux molettes disponibles sont différentes par leur angle d'attaque.

Pièce	Nombre de passes	Molette (angle)	Réduction	Vitesse d'avance	Vitesse de rotation
Mise au rond		30°	2 mm	0,24 mm/t	150 t/min
1	3	30°	2 mm	0,24 mm/t	150 t/min
2	3	30°	1 mm	0,24 mm/t	150 t/min
3	6	20°	1 mm	0,24 mm/t	150 t/min

Tableau 4: Conditions de fluotournage appliquées à chaque pièce de plomb

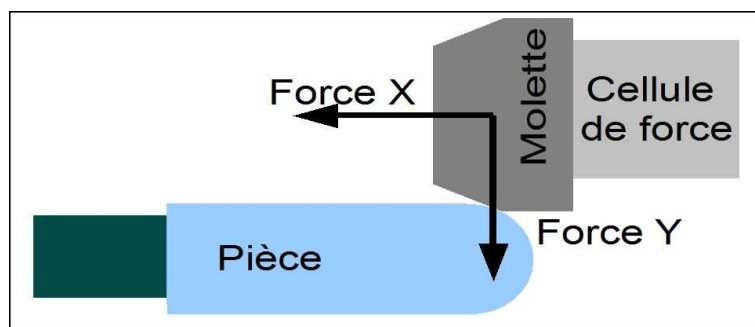


Figure 45: Configuration de la mesure des efforts appliqués par la molette, positionnement du pyromètre

Pour tous ces essais, on mesure la force appliquée par la molette ainsi que la température d'un point situé sur la zone en déformation mais, pour des raisons pratiques, éloigné de la molette.

### *i . Mesure des efforts*

La cellule de force permettant de mesurer les forces appliquées par la molette est schématisée sur la figure 45. On donne sur ce même schéma le repère dans lequel on mesure les forces.

Le troisième axe (Force Z ) n'est pas l'objet d'une acquisition car, la molette étant libre sur son axe, cet effort est considéré comme nul. Une mesure préalable l'a d'ailleurs confirmé.

### III.2.2. Résultats

#### a) Aspects des pièces

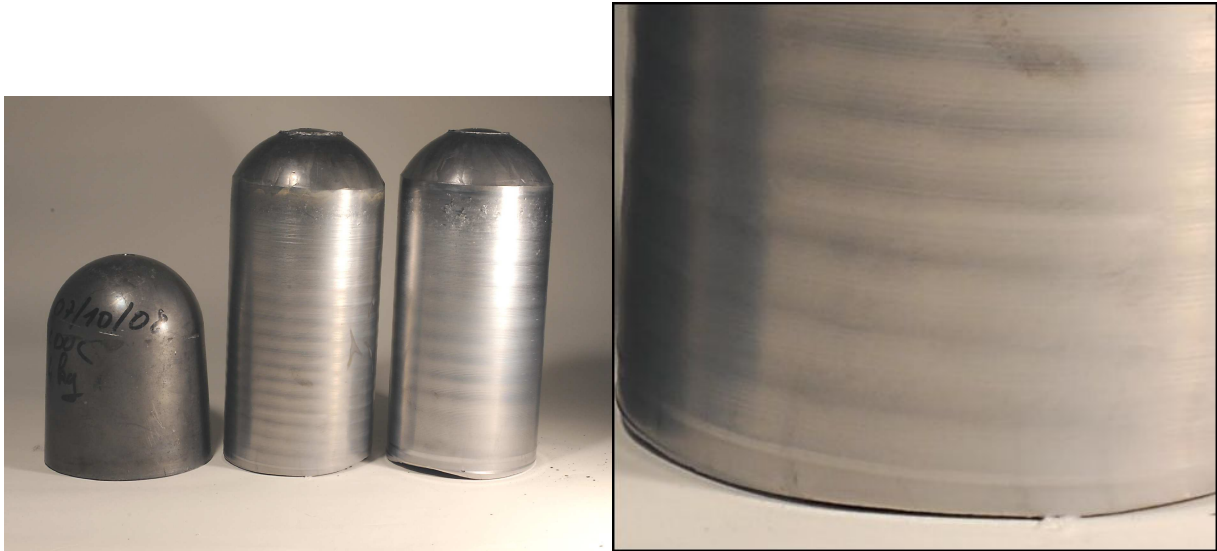


Figure 46: A gauche, pièces de plomb avant et après fluotournage, à droite, zoom sur les irrégularités en surface

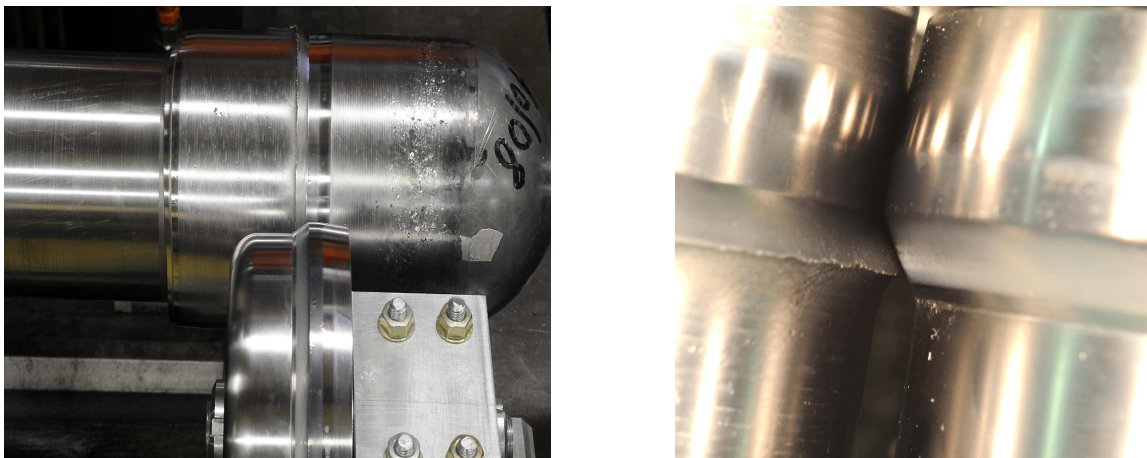


Figure 47: A gauche, pièce de plomb en cours de fluotournage, à droite, zoom sur les irrégularités en surface

On observe sur les pièces fluotournées des irrégularités en surface, des oscillations avec une fréquence régulière tout au long de la passe et qui sont accentuées à chaque nouvelle passe (voir figure 46).

Une passe interrompue a permis de rendre compte de la présence d'un bourrelet de matière devant la molette (voir figure 47).

### b) Mesures d'efforts

On présente dans un premier temps les résultats de mesures de forces dues à la molette. Chaque graphe donne les courbes des différentes passes pour une même pièce. On rappelle que les passes appliquées à une même pièce sont identiques.

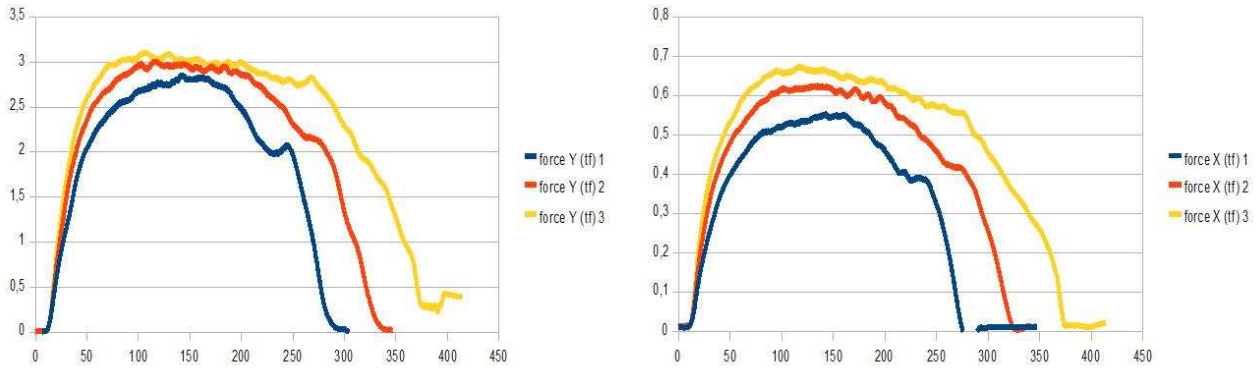


Figure 48: Pièce 1, à gauche, efforts (kiloNewton) appliqués par la molette en Y, à droite, efforts appliqués par la molette en X, en fonction du temps (secondes)

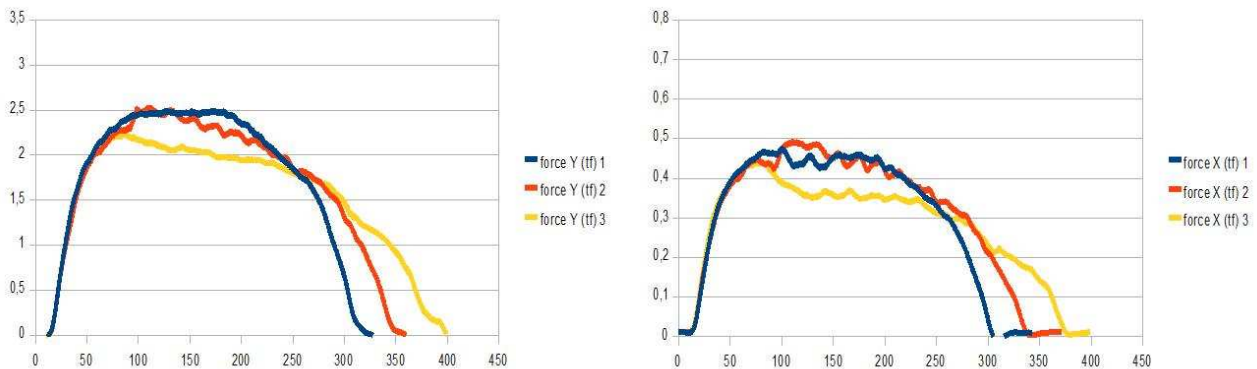


Figure 49: Pièce 2, à gauche, efforts (kiloNewton) appliqués par la molette en Y, à droite, efforts appliqués par la molette en X, en fonction du temps (secondes)

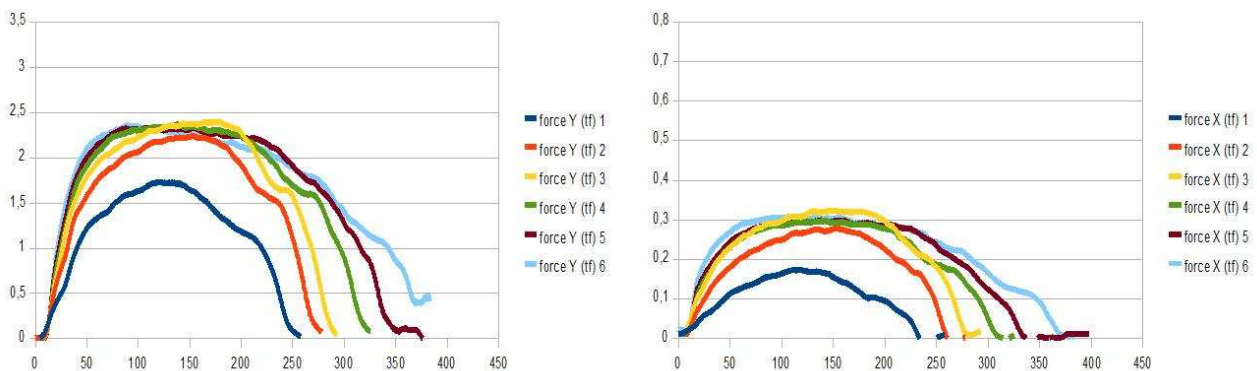


Figure 50: Pièce 3, à gauche, efforts (kiloNewton) appliqués par la molette en Y, à droite, efforts appliqués par la molette en X, en fonction du temps (secondes)

efforts appliqués par la molette en X, en fonction du temps (secondes)

### **III.2.3. Analyse**

#### **a) Aspects des pièces**

Les pièces fluotournées, en particulier avec des molettes dont l'angle est sévère, ont tendance à former des bourrelets de matière qui peuvent se détacher (figure 47). Ce copeau, s'il est fin, comme c'est le cas au départ de la passe, peut se détacher et être recollé sur la pièce par le passage successif de la molette ce qui donne lieu à des mauvais états de surface (voir figure 46).

On observe également sur la paroi extérieure de toutes les pièces, une surface non plane mais oscillante avec une fréquence qui varie si on change la réduction ou le type de molette (voir figure 46). L'origine de ce phénomène peut être liée à une vibration propre au tour.

#### **b) Efforts appliqués par la molette**

Les efforts mesurés par la cellule de force permettent de comprendre la mécanique de l'écoulement de la matière sous la molette. Ils constituent une base de données afin de valider la simulation numérique. Cette dernière étude sera faite dans la partie suivante.

##### ***i . Stationnarité des passes***

Le premier résultat est la forme en cloche des courbes d'effort. Les courbes montrent toutes (X ou Y) une croissance au départ et une décroissance à la fin de la passe, dans les deux cas, très progressives. Ces variations dues à des effets de bord laissent très peu de temps à un régime stationnaire de s'installer. Si un court régime stationnaire s'installe, comme on peut l'observer sur la ou les dernières passes de chaque pièce (suffisamment longue à ce stade), on observe une décroissance de l'effort. On l'observe assez clairement sur la pièce 2, notamment lors de la troisième passe (voir figure 49). On comprend qu'il est difficile alors d'obtenir une pièce homogène dans sa longueur alors que la matière aura subi des contraintes variables pendant sa mise en forme.

##### ***ii . Influence de l'angle d'attaque***

Un autre point important est la direction des efforts.  $F_x$  est la force qui repousse la matière devant la molette,  $F_y$  est la force qui compresse la matière contre le mandrin. On constate que la force appliquée est majoritairement dirigée selon Y. Dans le cas de la molette d'angle d'attaque égal à  $30^\circ$ ,  $F_y$  est environ 5 fois plus grande que  $F_x$ , et pour la molette d'angle d'attaque  $20^\circ$ ,  $F_y$  est 10 fois supérieure à  $F_x$ . Il paraît cohérent que ce rapport soit plus important lorsque l'angle d'attaque est plus faible, puisque la molette a plus tendance à plaquer la pièce contre le mandrin (voir figure 51). On comprend alors que si l'angle d'attaque est faible et donc si la force  $F_y$  est largement majoritaire, la matière subit de la compression dans cette même direction, on se rapproche alors du

laminage circulaire et la matière ne s'écoule pas uniquement devant la molette. De ce fait, le diamètre intérieur de la pièce a tendance à gonfler et l'épaisseur finale est supérieure à celle attendue. En revanche, l'accumulation de matière devant la molette est plus faible. Ces conclusions concernant l'influence de l'angle d'attaque sur l'apparition d'un bourrelet de matière et le grossissement du diamètre sont en conformité avec les travaux qui ont été menés par Wells en 1968 [WEL68] et largement confirmés par la suite. ([MA93], [HAY79], [KAL82])

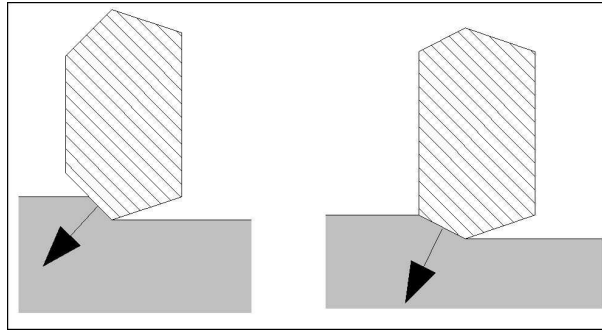


Figure 51: Direction de la force résultante appliquée par la molette, à gauche avec un angle d'attaque important et à droite avec un angle d'attaque plus faible

### iii . Influence de la réduction

Ces essais permettent notamment d'analyser les influences de deux paramètres sur les efforts appliqués par la molette: la réduction, l'angle d'attaque. On rappelle que de la pièce 1 à la pièce 2, on a diminué la réduction (de 2 mm à 1 mm ), et de la pièce 2 à la pièce 3, on a gardé une réduction de 1 mm mais on a diminué l'angle d'attaque de la molette (de 30° à 20°). On constate dans un premier temps que les efforts diminuent avec la réduction, mais semblent également diminuer si l'angle d'attaque diminue.

### iv . Influence de l'épaisseur initiale

Les différentes passes appliquées sur une même pièce sont toutes réalisées à la même vitesse et la même épaisseur de matière repoussée. On constate que les efforts appliqués par la molette augmentent un peu plus à chaque passe pour la première pièce. Dans le cas de la deuxième pièce, les efforts sont un peu plus faibles à chaque passe. Enfin sur la troisième pièce, les efforts augmentent sur les trois premières passes puis diminuent sur les trois dernières. Sans avoir plus d'informations sur la microstructure du matériau, nous proposons de donner une explication.

La troisième pièce, pour laquelle l'effort maximum augmente puis diminue à partir de la troisième passe, montre qu'il existe deux mécanismes en jeu, dont l'un diminue l'effort de fluotournage et l'autre l'augmente et qu'au cours des différentes passes, l'un domine puis l'autre.

On peut très bien imaginer que l'augmentation des efforts dans le cas de la première pièce et des



premières passes de la troisième pièce soit due à l'augmentation de l'écrouissage du matériau. Ensuite, on peut imaginer par ailleurs que ce qui diminue l'effort dans le cas de la deuxième pièce et lors des dernières passes de la pièce trois, est lié à l'épaisseur de la pièce. Autrement dit, on peut penser que fluotourner une épaisseur identique (repousser la même quantité de matière) sur une pièce d'épaisseur faible exige moins d'efforts que sur une pièce d'épaisseur plus grande.

Avec ce raisonnement, on explique que pour la première pièce l'effort max augmente car l'écrouissage est plus important. Dans le cas de la troisième pièce, l'écrouissage n'évolue plus au bout de trois passes, et le tube de plomb s'affinant, l'effort appliqué diminue.

#### **III.2.4. Validation du modèle numérique**

On a réalisé des simulations du fluotournage du plomb. On compare les résultats expérimentaux et numériques en termes d'efforts appliqués par les molettes.

Pour cela, on a utilisé le code commercial Forge2007®. Les cinématiques des outils telles que la vitesse de rotation du mandrin et la vitesse d'avance sont identiques à celles adoptées expérimentalement. La loi de comportement utilisée est celle qui est présentée par l'équation (102). Elle ne présente pas de couplage thermique. Les algorithmes de gestion de l'autocontact et des outils flottants sont utilisés pour cette simulation.

Les courbes de la figure 52 correspondent respectivement à des simulations de passes de 1 mm et 2 mm avec une molette de 30°. La courbe de couleur gris foncé correspond à l'effort appliqué par la molette dans la direction radiale et la courbe de couleur gris clair représente l'effort axial. Ces courbes montrent une réponse stationnaire qui est en contradiction avec l'allure des courbes réelles (voir Figures 48, 49 et 50). En revanche, les valeurs des plateaux sont comparables aux valeurs maximales des efforts obtenus expérimentalement. Pour la passe de 1 mm, l'expérience donne des valeurs respectives d'efforts radial et axial de 2,5 kN et 0,5 kN. Les valeurs des plateaux en simulation numérique sont respectivement de 2,5 kN et 1,2 kN. Quant à la passe de 2mm, l'expérience donne des valeurs respectives d'effort radial et axial de 3 kN et 0,7 kN. Les valeurs des plateaux en simulation numérique sont respectivement de 4 kN et 1,7 kN. Les valeurs numériques des efforts axiaux sont dans les deux cas 2,4 fois plus importantes que les valeurs réelles. Ces différences peuvent être attribuées d'une part, à la rhéologie utilisée, qui, on le rappelle, provient de courbes d'essais obtenus dans la littérature, à la tribologie qui n'a pas fait l'objet d'étude spécifique. Pour ce qui est de la stationnarité des passes, on conclura que les effets de bords que l'on observe expérimentalement, quelqu'en soit la source (déviation d'outil, décollement de la pièce par rapport au mandrin), ne sont pas correctement représentés dans le modèle numérique.

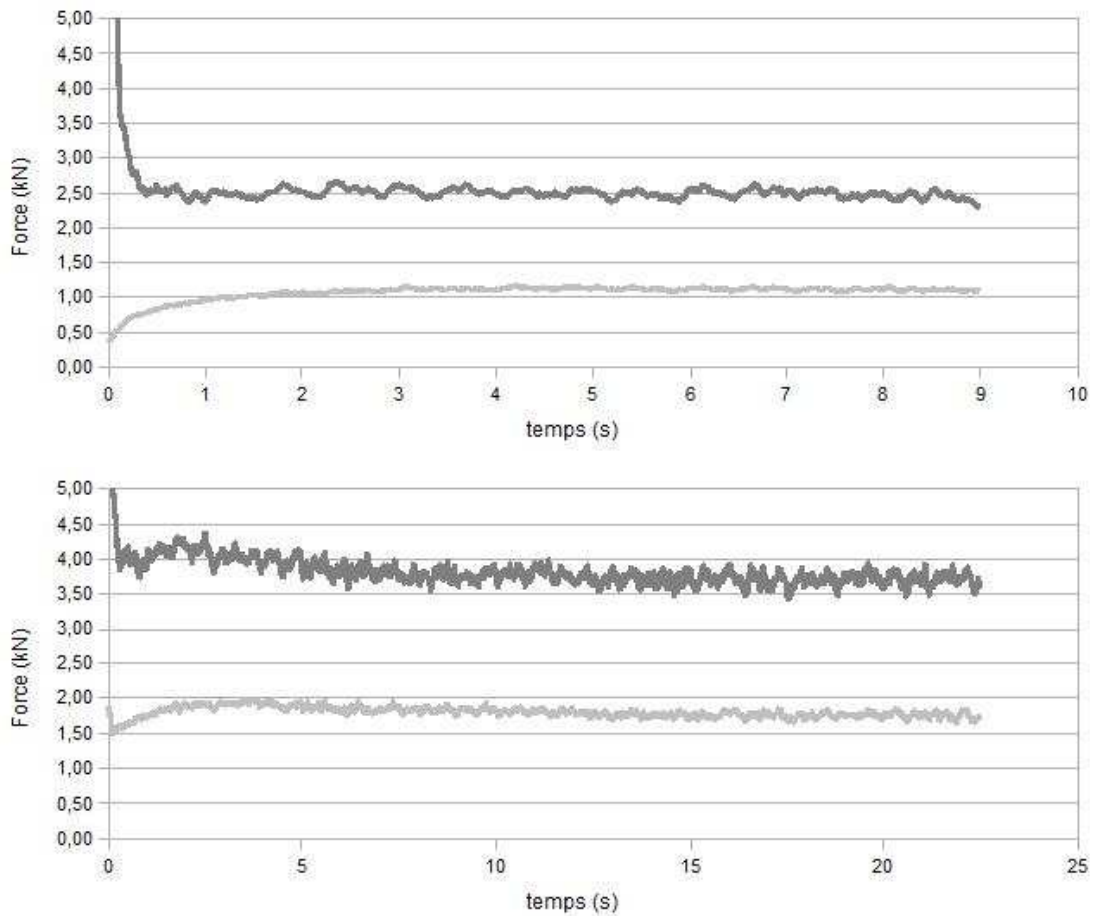


Figure 52: Force radiale appliquée (kiloNewton) par la molette 30°, radiale en gris foncé et axiale en gris clair, en haut par une passe de 1mm et en bas par une passe de 2 mm obtenues avec Forge2007®

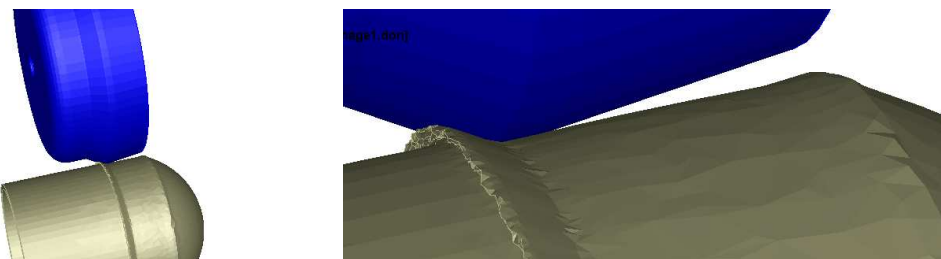


Figure 53: Schéma de la pièce en plomb fluotournée

Enfin, la figure 53 montre que le bourrelet de matière que l'on a observé expérimentalement (voir figure 47) est correctement modélisé par la simulation numérique.

### III.3. Essais de fluotournage de pièces en cuivre

### III.3.1. Matériel et plan expérimental

En suivant la même démarche que celle adoptée pour le plomb, on a réalisé des essais de fluotournage sur des pièces en cuivre préalablement embouties et usinées (voir dimensions figure 54). Les essais sont réalisés sur un fluotour appartenant à la société MBDA.

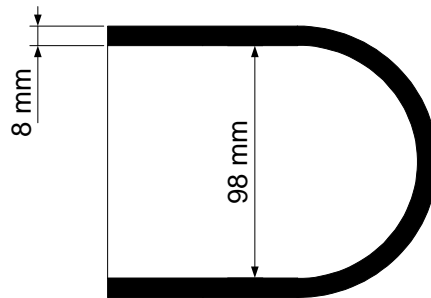


Figure 54: Dimensions des pièces en cuivre

Les pièces sont emmanchées sur un mandrin adapté. Trois molettes sont utilisées simultanément pour chaque passe de fluotournage. Le fluotour est instrumenté de telle sorte que l'on mesure la force radiale appliquée par chaque molette via la mesure de la pression au sein des pistons (voir figure 55 B)). On mesure également la vitesse de rotation des molettes ainsi que celle du mandrin.

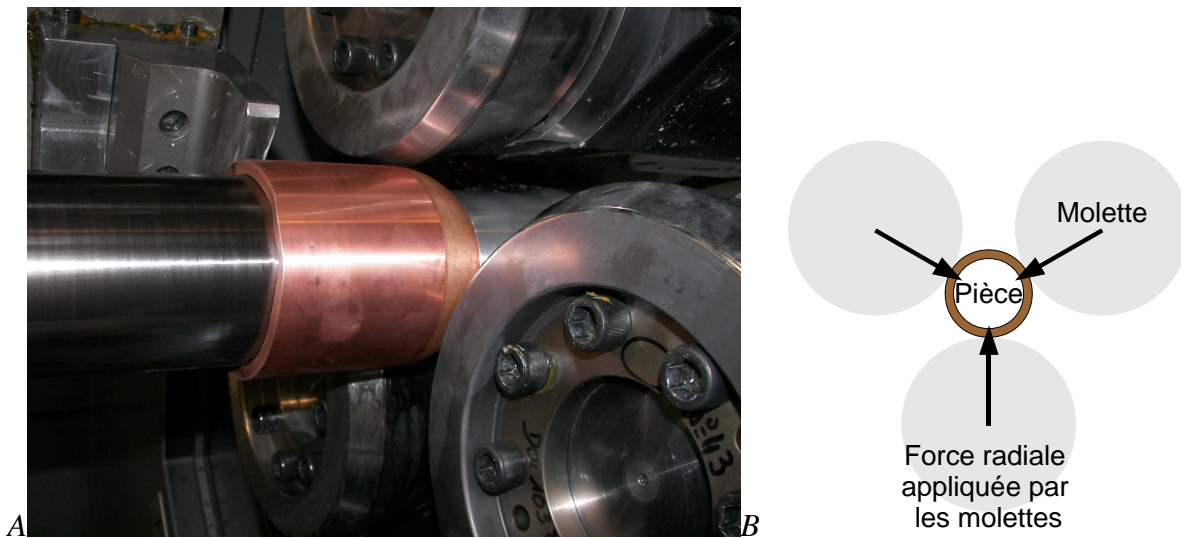


Figure 55: A) Pièce en cuivre initiale sur le mandrin entourée des trois molettes B) Schéma des forces radiales appliquées par les molettes sur la pièce

On dispose de 10 pièces de cuivre sur lesquelles on fait varier la réduction, l'avance et/ou les molettes utilisées. On a mis en place un plan expérimental avec deux niveaux de réduction, trois niveaux d'avance et deux sets de molette. On propose les conditions suivantes:

Pièces	Épaisseur recherchée	Taux de réduction global	Angle d'attaque de la molette	Rotation du mandrin en tr/min	Avance (mm/min)	Avance en mm/tr
1	2	75,00%	15	100	100	1
2	2	75,00%	15	100	50	0,5
3	2	75,00%	15	200	50	0,25
4	2,9	63,75%	15	100	50	0,5
5	2,9	63,75%	15	100	100	1
6	2,9	63,75%	15	200	50	0,25
7	2	75,00%	10	100	50	0,5
8	2	75,00%	10	100	100	1
9	2	75,00%	10	200	50	0,25
10	2,9	63,75%	10	100	50	0,5

Tableau 5: conditions de fluotournage appliquées aux pièces de cuivre

Comme le montre le Tableau 5, on a fait varier la vitesse de rotation et l'avance absolue (en mm/min) sur 2 niveaux chacun mais cela revient à faire varier l'avance par tour sur trois niveaux. On suppose que la vitesse de rotation a une influence faible sur la pièce résultante.

Une fois les pièces fluotournées on relève l'épaisseur de la pièce et son écart par rapport à celle recherchée ainsi que le diamètre final et son écart par rapport au diamètre initial.

### III.3.2. Résultats

#### a) Géométries de pièces



Figure 56: Pièces en cuivre fluotournées

On présente sur la figure 57 le grossissement du diamètre en fonction de l'angle des molettes, sur la figure 58, l'écart d'épaisseur par rapport à celle attendue en fonction de l'avance et sur la figure 59 le grossissement du diamètre en fonction de l'avance.

Sur nos gammes d'étude, on tire les conclusions suivantes:

- le grossissement du diamètre est d'autant plus important que l'angle des molettes est faible
- Le grossissement du diamètre augmente quand l'avance augmente
- Le grossissement du diamètre est d'autant plus important que la réduction est forte
- L'écart sur l'épaisseur est d'autant plus grand que l'avance est grande

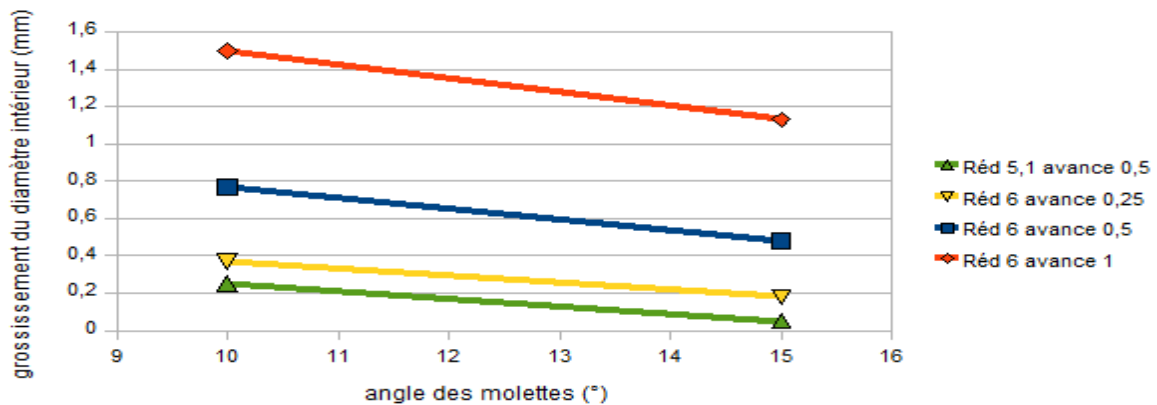


Figure 57: Grossissement du diamètre des pièces en fonction de l'angle de la molette

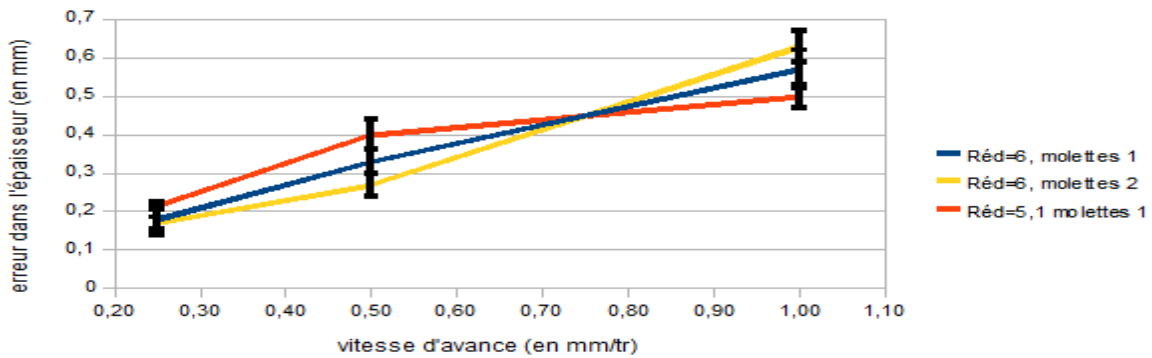


Figure 58: Écart d'épaisseur en fonction de la vitesse d'avance

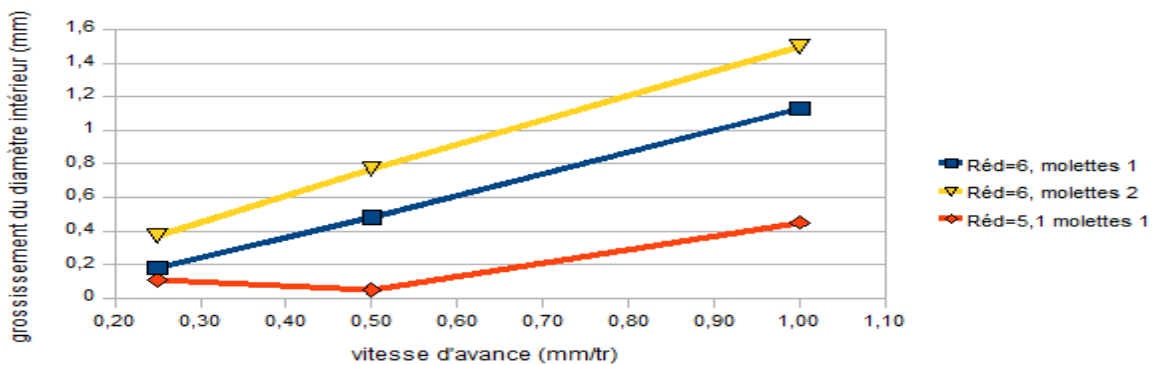
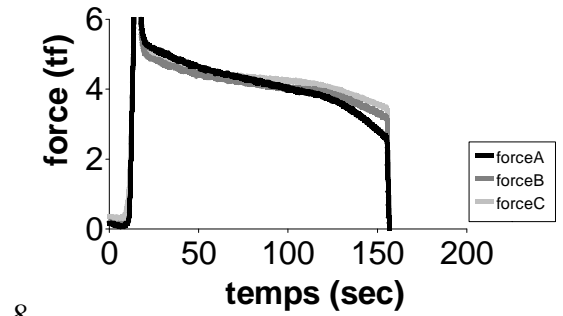
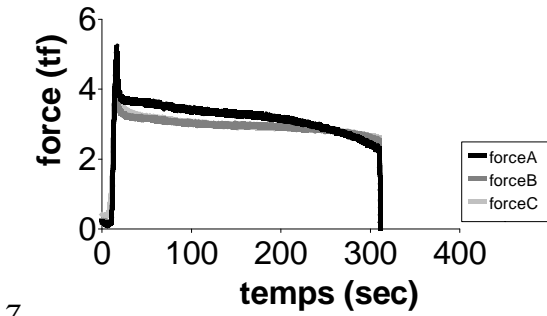
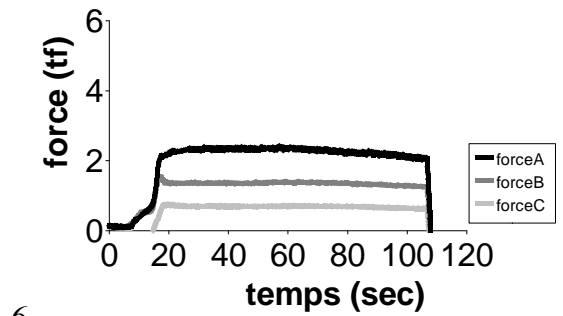
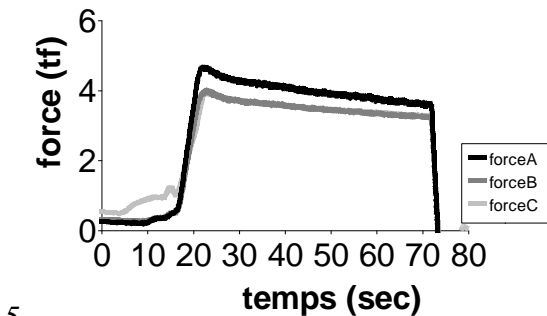
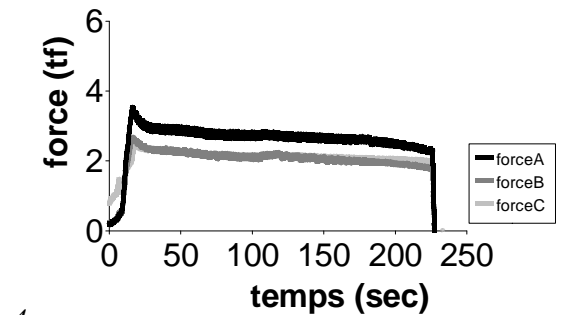
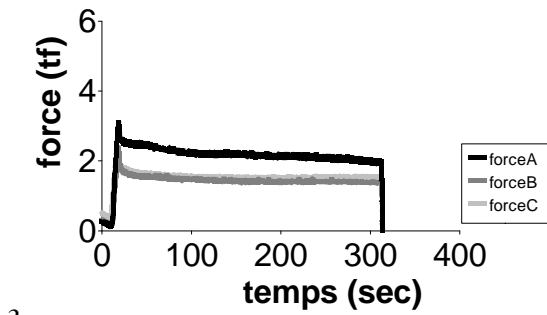
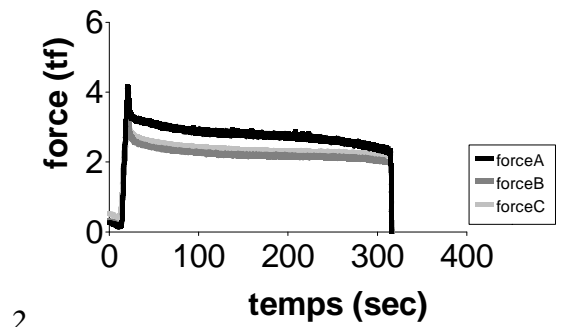
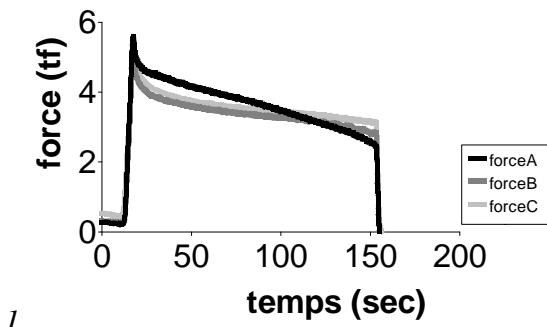


Figure 59: Grossissement du diamètre en fonction de l'avance

### b) Efforts appliqués par les molettes

Les graphes qui suivent représentent les efforts radiaux appliqués par chacune des trois molettes.

Il est intéressant de voir que les efforts montrent d'abord un pic de contrainte, puis un plateau qui se distinguent clairement, dans leur forme, des courbes en forme de cloche observées lors des essais réalisés sur le plomb avec un tour classique. La différence majeure entre les deux campagnes d'essai est le fait d'utiliser un fluotour dans un cas et un tour classique dans un autre. Le fluotour est dimensionné de sorte à minimiser les déviations d'outil, ce qui n'est pas forcément le cas du tour classique pour cette gamme d'effort appliqué. Dans ces conditions, il est difficile de justifier la courbe en cloche observée pour le plomb sans remettre en cause le moyen d'essai.



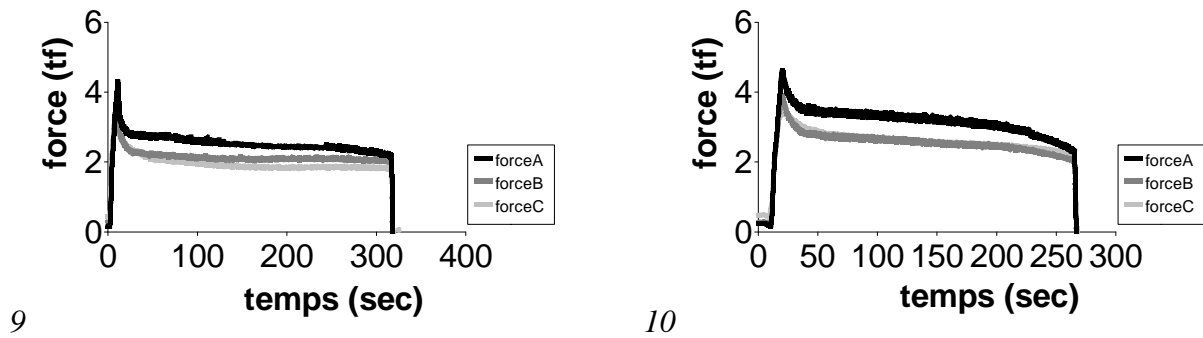


Figure 60: Efforts appliqués par les trois molettes pour les 10 pièces fluotournées

### III.3.3. Validation de la simulation numérique

#### a) Simulation du fluotournage du cuivre

Nous avons choisi de modéliser les essais 2, 4, 7 et 9 qui ont des conditions de vitesse, réduction et géométrie de molette diversifiées. On se place dans les conditions exactes des essais en termes de vitesses et de géométrie. On utilise la loi rhéologique du cuivre déterminée au chapitre II concernant la rhéologie du cuivre et du tantale.

#### b) Efforts appliqués

On compare, dans un premier temps, les courbes d'efforts appliqués par les molettes avec les valeurs expérimentales (voir figure 61). Les valeurs obtenues en simulation numérique sont, une fois de plus, supérieures aux valeurs réelles. Cependant, la simulation numérique respecte la répartition des efforts entre les trois molettes, à savoir, la molette A est celle qui exerce l'effort le plus important. Par ailleurs, la simulation prévoit une augmentation légère de l'effort appliqué par la molette A, ce qui n'est pas le cas en réalité. Enfin, on notera que la loi de comportement ne prend pas en compte l'adoucissement thermique, mécanisme qui permettrait d'expliquer les chutes d'efforts ou les plateaux observés dans les mesures expérimentales.



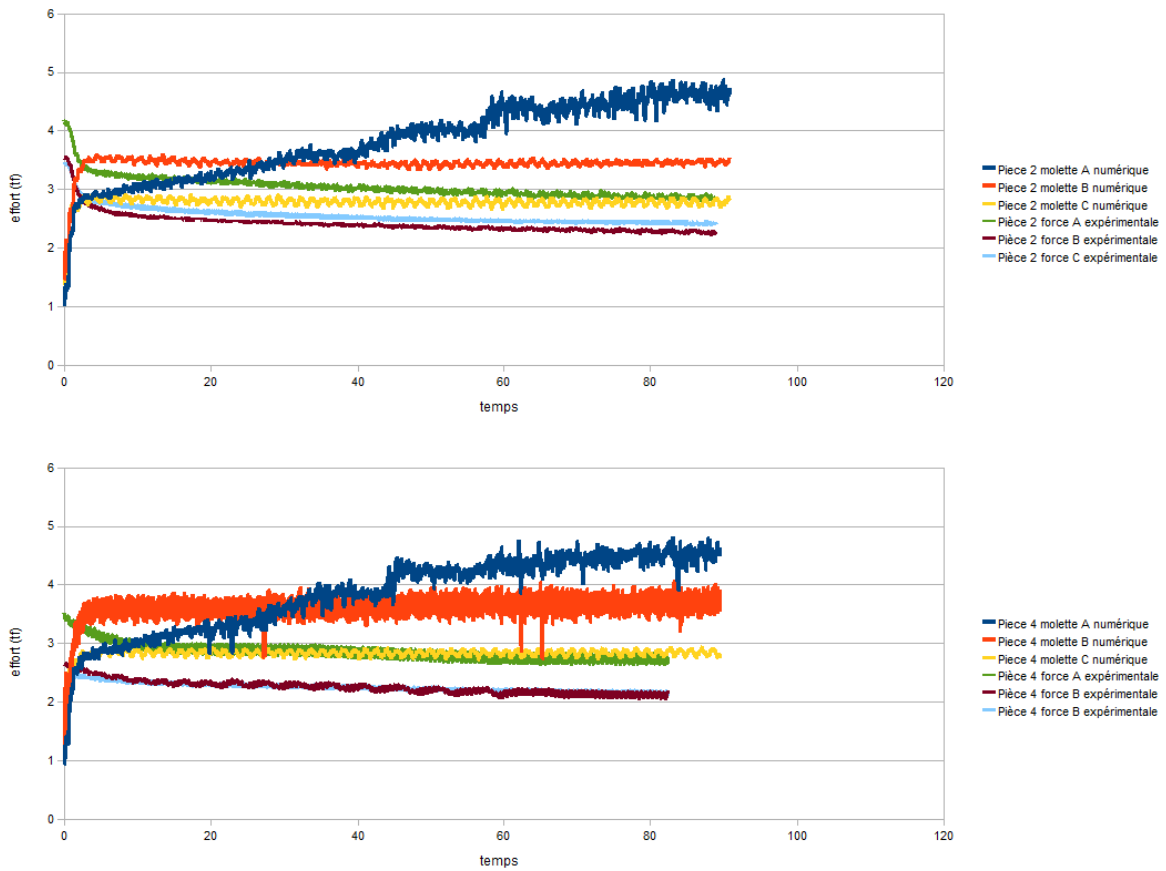


Figure 61: Efforts appliqués par les trois molettes dans le cas des configurations 2 (en haut) et 4 (en bas) en tonnes force par rapport au temps (en secondes)

### c) Relevés géométriques

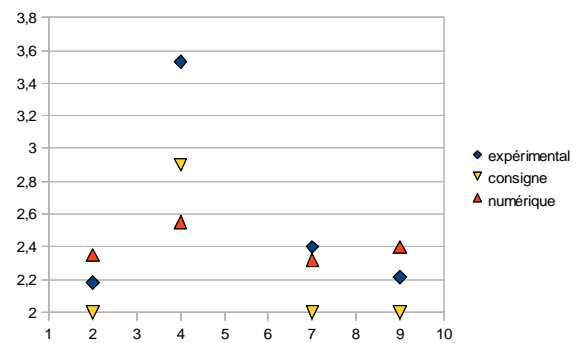
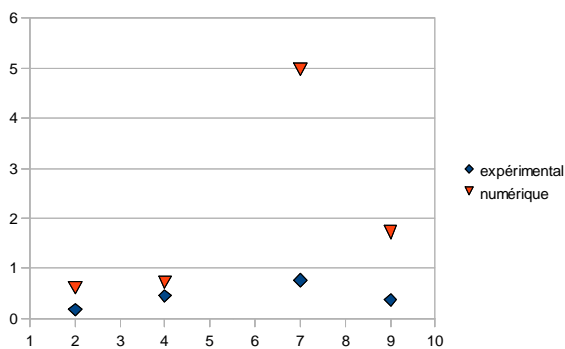


Figure 62: Grossissements du diamètre interne pour les cas (en abscisse) 2, 4, 7 et 9, (en abscisse) 2, 4, 7 et 9, valeurs numériques, valeurs numériques et expérimentales en mm expérimentales et consigne en mm

Les figures 62 et 63 montrent respectivement les grossissements du diamètre des pièces de

cuiivre fluotournées et les épaisseurs finales des pièces. Les valeurs expérimentales et numériques sont représentées pour les cas 2, 4, 7 et 9. On remarque que si le grossissement du diamètre est également présent dans les résultats de simulation numérique, les valeurs sont plus importantes en simulation numérique que les valeurs réelles. On peut expliquer ces différences par la rigidité des outils (mandrin, molette) en simulation, qui entraîne une simulation plus sévère. En particulier, le cas 7 montre un grossissement beaucoup plus important que l'expérience. Même si, parmi les essais, c'est le cas 7 qui montre le plus grand grossissement de diamètre, cet écart avec l'essai ne trouve pas de justification autre qu'une erreur de mise en donnée de la simulation ou une erreur de simulation. Étonnamment, l'épaisseur mesurée en numérique est très proche de celle mesurée expérimentalement pour le cas 7.

En revanche, les épaisseurs finales obtenues par la simulation numérique sont, dans trois cas sur quatre, supérieures à la consigne comme dans les essais réels. Le cas 4, pour lequel l'épaisseur finale obtenue par simulation est inférieure à la consigne, révèle une erreur numérique importante qui mérite d'être approfondie. Pour les autres cas, il existe des écarts assez importants entre les épaisseurs obtenues par simulation numérique et celles mesurées expérimentalement, mais la tendance est toujours la même, c'est-à-dire l'épaisseur effective finale étant plus importante que la consigne. Ceci laisse penser que la simulation permet de restituer le mécanisme qui en est responsable.

#### d) Mesures de duretés

Afin d'analyser l'écroûissage acquis lors du fluotournage, on effectue des mesures de microduretés à 300 grammes dans l'épaisseur et à plusieurs emplacements sur chaque pièce (figure 64). On choisit les pièces 2, 4, 7 et 9 (voir Tableau 5).

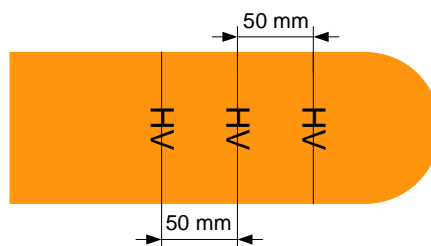


Figure 64: Mesure de la microdureté à trois endroits différents sur la pièce fluotournée

On représente sur la figure 65 les mesures de microduretés qui ont été réalisées sur les pièces 2, 4, 7 et 9 ainsi que les valeurs de microduretés obtenues par estimation numérique de la densité de dislocation transformée en dureté par la relation HDD adaptée au cuivre déterminée dans le chapitre II concernant la rhéologie du cuivre et du tantale.

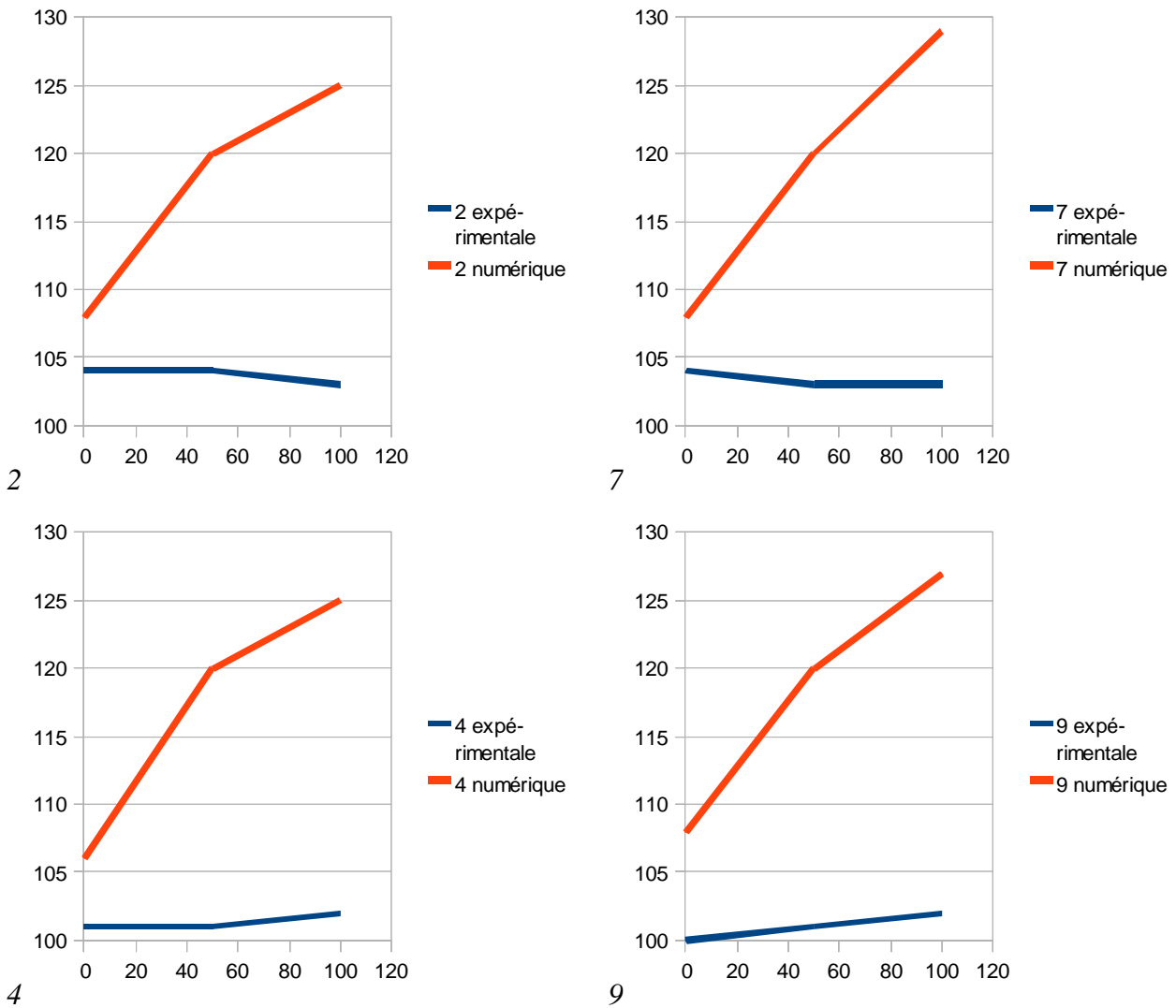


Figure 65: Duretés le long de la pièce fluotournée pour les pièces 2, 4, 7 et 9, duretés mesurées par indentation et duretés obtenues par la densité de dislocation issue de la simulation numérique et la relation HDD pour le cuivre

Les valeurs de dureté mesurées sont quasi constantes sur toute la longueur de la pièce. La simulation numérique prévoit pourtant une augmentation de la microdureté le long des pièces. Dans un premier temps on peut mettre en cause la relation HDD ainsi que la loi de comportement qui ont été établies à partir d'essais mécaniques qui n'ont pas été réalisés sur une gamme de vitesse de déformation suffisante pour modéliser le fluotournage. En effet, les vitesses de déformation des essais mécaniques réalisés sur le cuivre ne dépassent pas 0,1/s alors que le fluotournage génère des vitesses de l'ordre de la centaine /s.

Par ailleurs, la loi de comportement ne prend pas en compte la variation de température. Cette augmentation de la densité de dislocations non réelle est à mettre en relation avec l'augmentation,

au cours de la simulation numérique, de la force appliquée par la molette A qui n'est pas avérée dans les essais. En effet, soit la non prise en compte de la température, soit l'hypothèse d'outils non déformables au cours de la simulation, génèrent une augmentation des efforts appliqués à la pièce. Dans tous les cas, il pourrait être intéressant de tester une simulation du fluotournage avec déformation élastique des molettes et des mandrins. Cela permettrait de rendre compte de la déflexion des molettes et mandrin au cours d'une passe de fluotournage.

#### III.4. Simulation numérique du fluotournage du tantale

L'opportunité de fluotourner des pièces de tantale ne s'est pas présentée dans ce travail. En revanche, on propose quelques simulations de fluotournage de tantale, afin d'évaluer la manière dont la matière s'écoule sous le contact d'une molette. Pour cela, on utilise la loi de comportement à base de densité de dislocations qui a été définie pour le tantale dans le chapitre concernant la rhéologie du tantale et du cuivre. On applique une passe de fluotournage sur un matériau initialement recristallisé (densité de dislocations relative=1) avec 3 molettes.

On utilise les géométries qui ont déjà été utilisées pour le fluotournage du plomb (voir figure 43). On considère quatre cas, dont les conditions sont données dans le Tableau 6.

cas	Réduction	Vitesse de rotation	Vitesse d'avance	Molette, angle d'attaque
1	60,00%	600 tr/min	10 mm/s	20°
2	60,00%	600 tr/min	10 mm/s	30°
3	40,00%	600 tr/min	10 mm/s	20°
4	60,00%	600 tr/min	7 mm/s	20°

Tableau 6: Conditions de simulation numérique du fluotournage du tantale

On effectue un calcul mécanique avec un couplage thermique faible: à chaque incrément de temps, on résout le problème mécanique, puis le problème thermique. A l'incrément suivant, le calcul mécanique est réalisé en tenant compte des températures calculées à l'incrément précédent lors du calcul thermique. La loi de comportement, dépendant de la température, prend en compte la température actualisée.

On ne considère pas d'échanges de chaleur avec l'extérieur.

On présente les cartographies de la contrainte de Von Mises, de la vitesse de déformation, de la

densité de dislocations relative, de la déformation et de la température des quatre cas en cours de fluotournage.

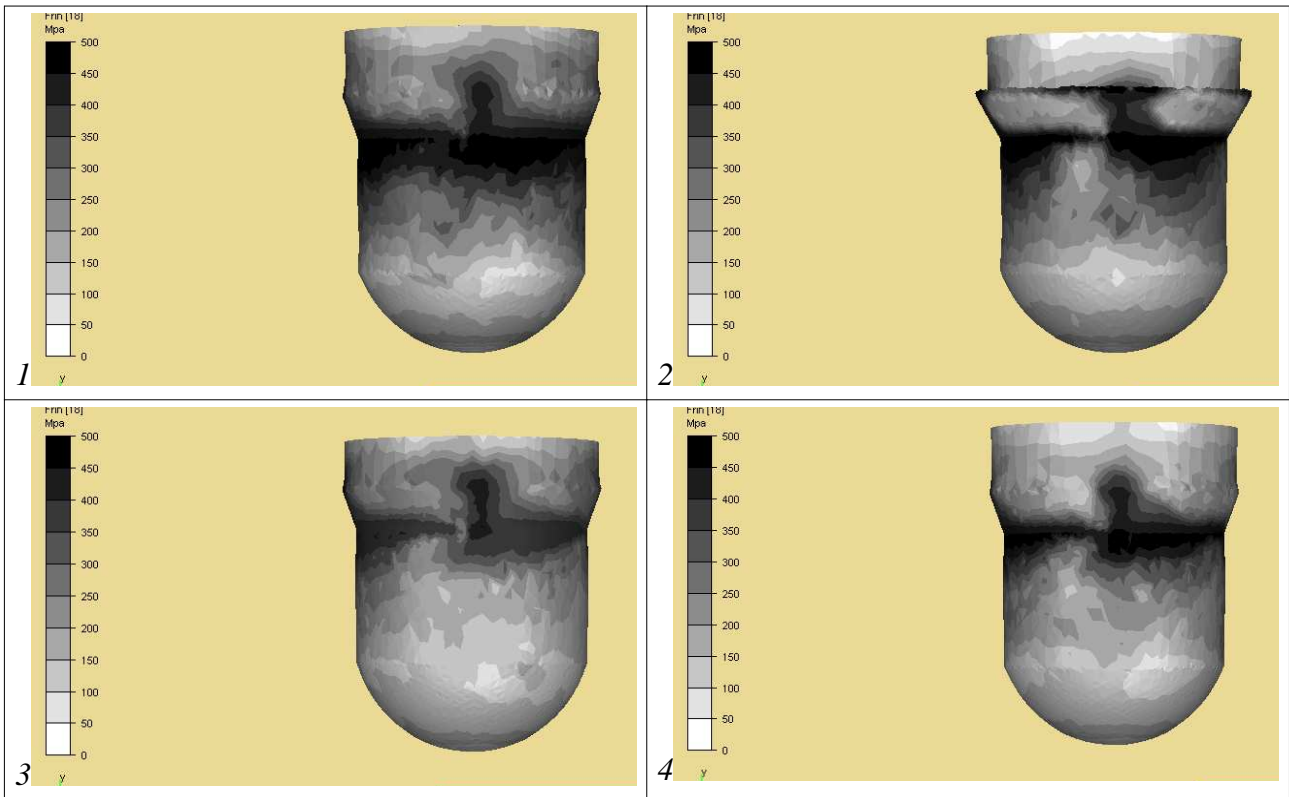


Figure 66: Contrainte de Von Mises pour les cas 1 à 4

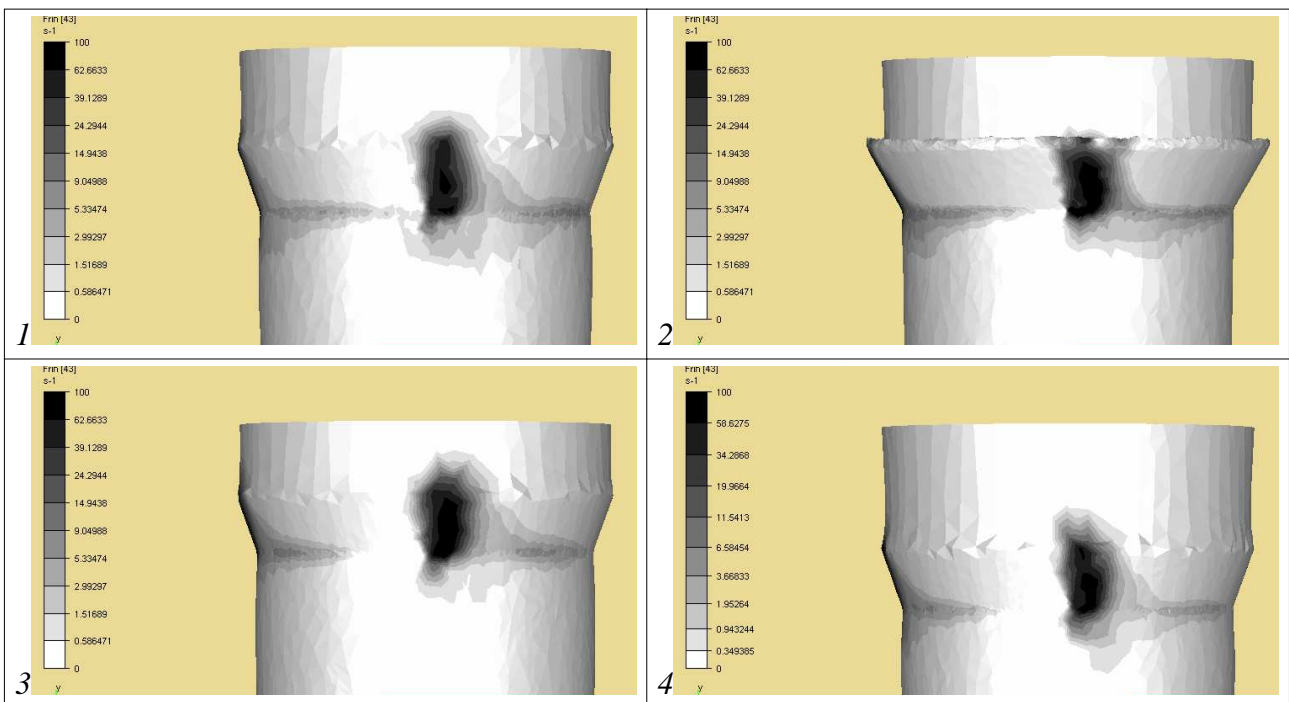


Figure 67: Vitesse de déformation pour les cas 1 à 4

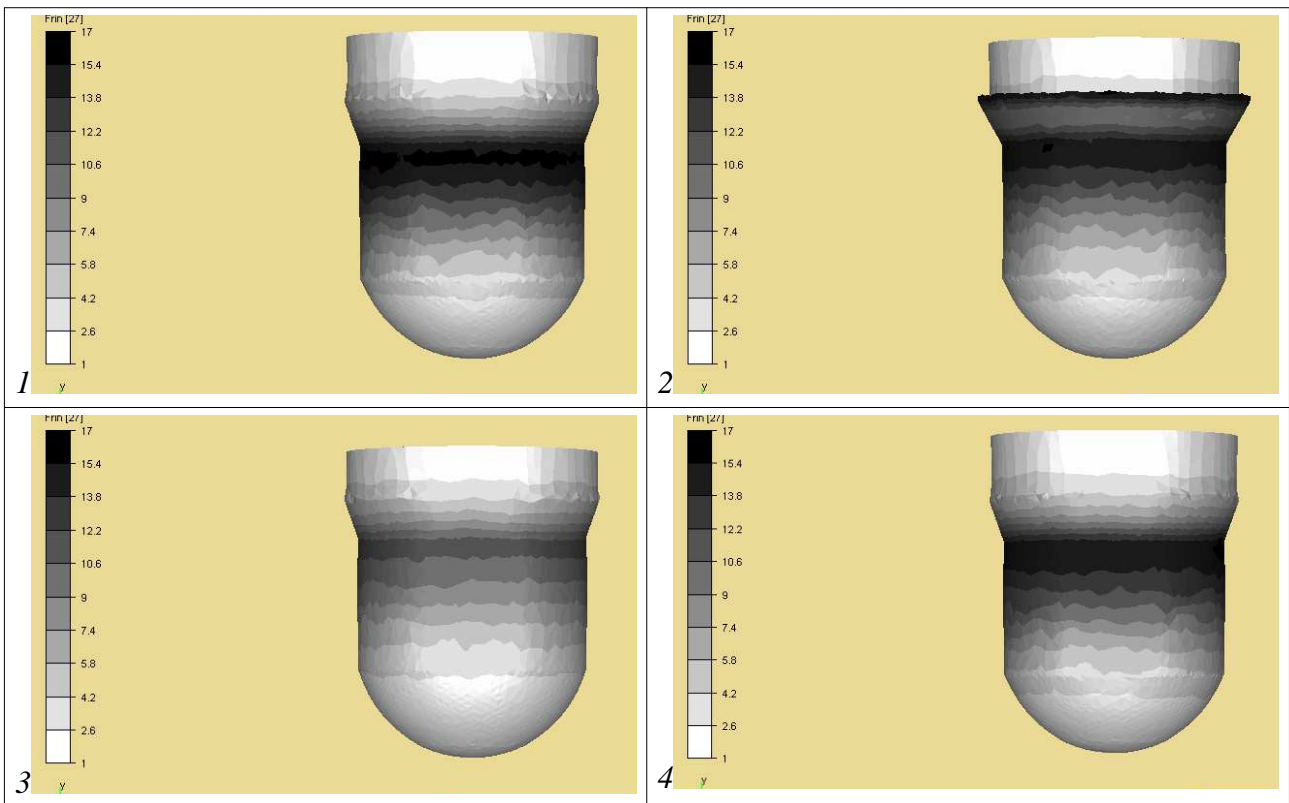


Figure 68: Densité de dislocations pour les cas 1 à 4

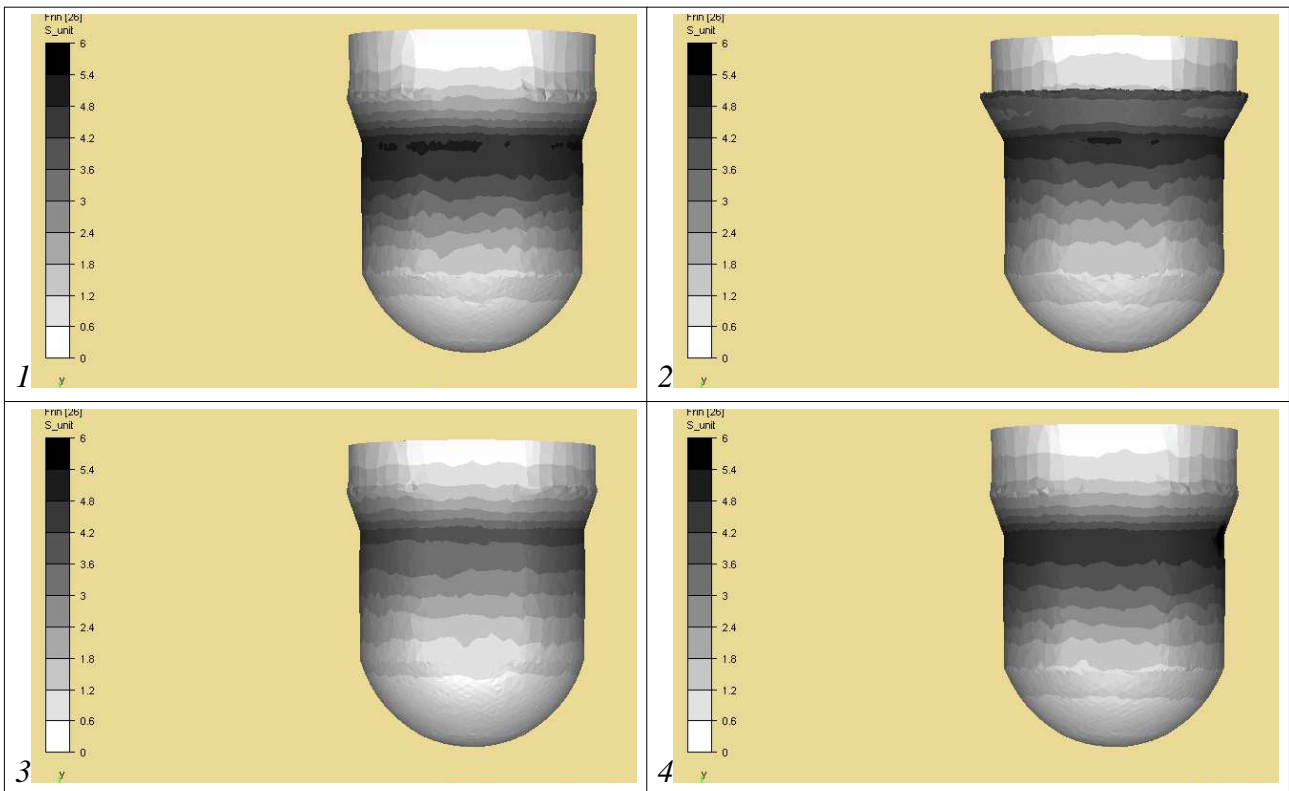


Figure 69: Déformation pour les cas 1 à 4

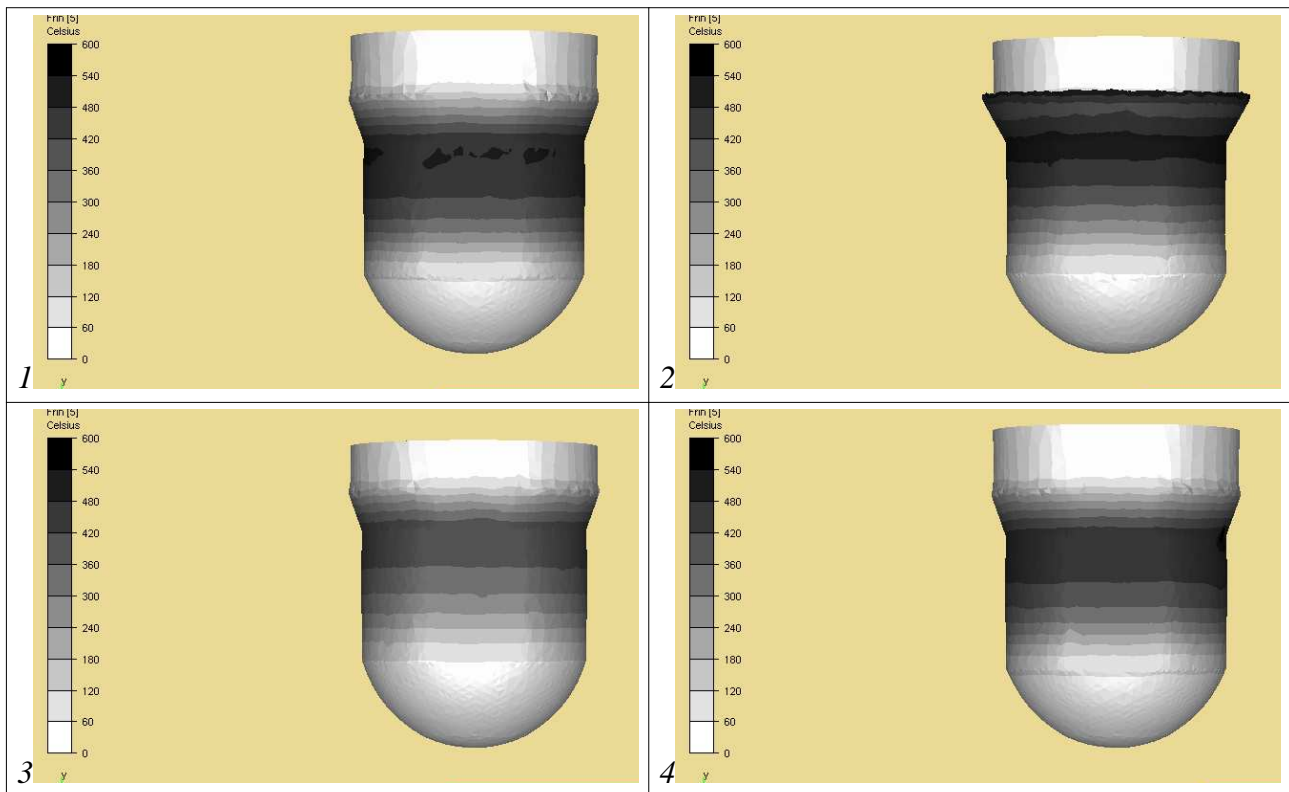


Figure 70: Température pour les cas 1 à 4

On remarque dans un premier temps que la molette avec un angle d'attaque de  $30^\circ$  génère un copeau de matière important qui est rendu possible en simulation grâce à la gestion numérique des replis. Au contraire, la molette avec un angle de  $20^\circ$  n'en génère pas.

On constate une forte localisation des contraintes, des vitesses de déformation et des déformations. La vitesse de déformation atteint des valeurs de  $100 \text{ s}^{-1}$  sous la zone de contact et vaut moins de  $1 \text{ s}^{-1}$  quelques millimètres plus loin. Les valeurs de vitesses de déformation conjuguées aux contraintes d'écoulement génèrent une puissance thermique telle que l'on atteint une température jusqu'à 500 degrés pour le cas 2. Ceci a pour effet d'adoucir le matériau et de générer moins de chaleur. Le couplage thermomécanique permet d'établir cet équilibre et de s'approcher au mieux des contraintes réelles induites.

Le fait de diminuer les vitesses appliquées (cas 4) a pour conséquence de diminuer la température générée ainsi que la contrainte appliquée et la densité de dislocations par rapport au cas 1 (référence). Cette évolution de la densité de dislocations s'oppose à la tendance (bien représentée dans le modèle rhéologique) qu'a le tantale à s'écrouir, d'autant plus que la vitesse de déformation est faible. On associe donc ce phénomène à la différence de température entre les deux cas.

D'une manière générale, les conditions que l'on applique à ces différents cas sont relativement sévères dans la mesure où on ne considère pas d'arrosage de refroidissement comme au cours du

procédé réel et où les vitesses sont élevées par rapport aux valeurs relevées dans la littérature. La sévérité de ces conditions est confirmée par les très hautes valeurs de la densité de dislocations et de la déformation atteinte (jusqu'à 5 pour les cas les plus sollicités).

Cependant, le matériau que l'on traite est extrêmement ductile; il serait donc intéressant de tester ces conditions en situation réelle et ainsi valider ou contredire les résultats numériques. En effet, on peut s'attendre à de l'endommagement qui n'est pas pris en compte par le calcul.

### **III.5. Bilan**

Dans ce chapitre, nous avons présenté différents résultats de fluotournage relatifs à deux campagnes d'essais que nous avons menées respectivement sur un tour classique avec des pièces en plomb et sur un fluotour avec des pièces en cuivre.

Ces essais nous ont permis de mettre en évidence différentes caractéristiques du procédé de fluotournage:

- la direction de l'effort appliquée par les molettes (et donc l'écoulement de la matière) est dépendant de l'angle d'attaque de la molette
- lors de passes successives, l'évolution de l'effort est une combinaison entre une augmentation due au durcissement par écrouissage et une diminution due à l'amincissement de l'épaisseur de la pièce
- le fluotournage peut générer des bourrelets de matière et des oscillations en surface de pièce

Le fluotournage des pièces en cuivre a montré également les points suivants:

- les efforts appliqués par les outils ainsi que l'écrouissage des pièces sont stationnaires le long de la pièce
- le grossissement du diamètre est systématique et son amplitude dépend de l'angle des molettes, de l'avance et de la réduction
- l'écart sur l'épaisseur est également systématique et est d'autant plus grand que l'avance est grande

Ces essais ont été ensuite modélisés avec le logiciel Forge2007® utilisant les algorithmes d'autocontact et d'outil flottant. La modélisation a montré une bonne représentation du bourrelet de matière, de la stationnarité des efforts, de l'amplitude des efforts, et une bonne tendance sur les défauts géométriques, type grossissement de diamètre et non respect de l'épaisseur consigne.

La modélisation doit être améliorée sur les aspects thermiques (prise en compte de la température dans la loi rhéologique, amélioration des lois de conduction de la chaleur) ainsi que la déviation des outils.



On peut conclure que ces simulations valident qualitativement le modèle et que les écarts observés proviennent, pour les essais sur le plomb, des difficultés expérimentales, et pour le cuivre, probablement de la simplicité de la loi de comportement.

Les résultats de fluotournage du tantale montrent par ailleurs la nécessité de considérer correctement la sensibilité du matériau à la vitesse et à la température. En regardant de près ces simulations, on constate que le fluotournage a pour caractéristique principale, une localisation forte de la déformation. Pour conclure, la simulation numérique doit permettre de suivre correctement les forts gradients de vitesses de déformation grâce à un maillage approprié (fin localement). Cette finesse devrait permettre d'améliorer la précision des calculs et donc affiner la modélisation des évolutions métallurgiques, dont la prédiction est attendue pour le tantale. Ce point sera abordé dans le chapitre suivant qui concerne la modélisation du fluotournage par la méthode ALE.

## **IV. Formulation ALE spécifique aux procédés incrémentaux**

### **IV.1. Introduction**

Les procédés de mise en forme incrémentaux ont cette caractéristique majeure qui est la localisation forte de la déformation à l'instant  $t$ , et qui va se déplacer sur tout le lopin. En général, déformer la matière de manière très locale permet d'atteindre des niveaux de déformation plus hauts car l'écoulement de la matière n'est pas uni-axial. C'est en particulier le cas du fluotournage, puisque l'outil déforme par compression, traction ou torsion très localement selon que l'on se trouve en amont, en aval, devant ou derrière la molette. En comparaison, le procédé d'emboutissage permet d'obtenir les mêmes pièces mais avec une direction majoritaire de déformation. D'un point de vue numérique, atteindre ces valeurs très importantes de déformation entraîne une distorsion forte du maillage et surtout, la complexité de la déformation nécessite un maillage fin très localement. En résumé, on a besoin d'un maillage fin sur une très petite zone de la pièce, qui soit capable de suivre le trajet de l'outil.

Des remaillages adaptatifs fréquents associés à une formulation lagrangienne sont la solution la plus évidente. Avec une formulation Arbitrairement Lagrangienne Eulérienne dite « ALE », la vitesse du maillage n'est pas celle de la matière, elle peut être arbitraire. On propose alors de développer une formulation ALE, sur la base de ce qui a déjà été fait pour le procédé de soudage malaxage (Friction Stir Welding ou FSW) [GUE07]. Cette formulation est spécifique aux procédés de mise en forme incrémentaux avec une vitesse de maillage calculée de sorte que le maillage soit plus fin sous l'outil et suive le trajet de l'outil.

Dans un premier temps, on définit plus en détails la formulation ALE. Puis on présentera les développements spécifiques aux procédés de mise en forme incrémentaux dans une formulation appelée « ALE modifiée », qui seront ensuite appliqués au formage incrémental et au fluotournage.

### **IV.2. Formulation ALE**

La méthode ALE est une description du mouvement, au même titre que les méthodes lagrangienne et eulérienne. Les formulations eulériennes et lagrangiennes sont largement utilisées respectivement en mécanique des fluides et en mécanique du solide. La formulation lagrangienne, dont le maillage est attaché à la matière, est classiquement associée à la mécanique du solide, et la formulation eulérienne, pour laquelle au contraire le maillage est fixe, est adoptée pour les écoulements de fluide. La méthode ALE a une forme qui généralise ces méthodes. En effet, elle peut adopter les caractéristiques de l'une ou l'autre des formulations classiques. La formulation ALE est donc réductible à une forme eulérienne ou lagrangienne. Autrement dit, les applications de l'ALE vont de l'écoulement de fluide jusqu'à la mécanique du solide en passant par toutes les

configurations intermédiaires, typiquement les interactions fluide-structure [BEL78] [HUG81] [DON83]. La méthode ALE tient son nom du fait que l'on a la possibilité de choisir arbitrairement la position du maillage. En mécanique du solide, la formulation ALE doit permettre de prendre en compte les différentes interactions de la pièce avec les outils et préserver les surfaces libres.

L'intérêt de la formulation ALE pour les procédés de mise en forme incrémentaux réside dans la possibilité de déplacer les noeuds à chaque incrément afin d'affiner les zones en cours de déformation et de permettre aux zones libres d'être éventuellement déaffinées. Cette méthode est une alternative à une formulation lagrangienne où l'on effectue un remaillage à chaque pas de temps. On souhaite ainsi améliorer la qualité du maillage sur la zone en cours de déformation en remplaçant les remaillages par des régularisations de maillage moins coûteuses en temps de calcul.

Pour cela, on a utilisé des développements qui ont été réalisés pour le soudage par friction malaxage [GUE07] et on les a adaptés aux procédés de mise en forme incrémentaux. On implémente des développements spécifiques à ces procédés, qui permettent en particulier de conserver avec précision les surfaces libres.

Avant de présenter les développements spécifiques aux procédés incrémentaux, on propose dans un premier temps une description de la formulation ALE. La première partie présente les différences fondamentales existant entre les formulations eulérienne, lagrangienne et ALE. Puis la gestion du maillage ainsi que le transport des variables seront abordés.

#### ***IV.2.1. Les maillages lagrangien, eulérien et ALE***

La description eulérienne (figure 71) est utilisée sur un maillage eulérien fixe dans l'espace. La description lagrangienne est utilisée sur un maillage attaché au matériau (figure 72). Il se déforme avec le même champ de vitesse que la matière.. La description ALE est utilisée sur un maillage dont le mouvement est arbitraire (figure 73). Cela signifie que ce maillage peut avoir un mouvement propre et indépendant de celui de la matière. Il peut également être fixe dans l'espace donc de forme eulérienne ou attaché au matériau donc de forme lagrangienne.

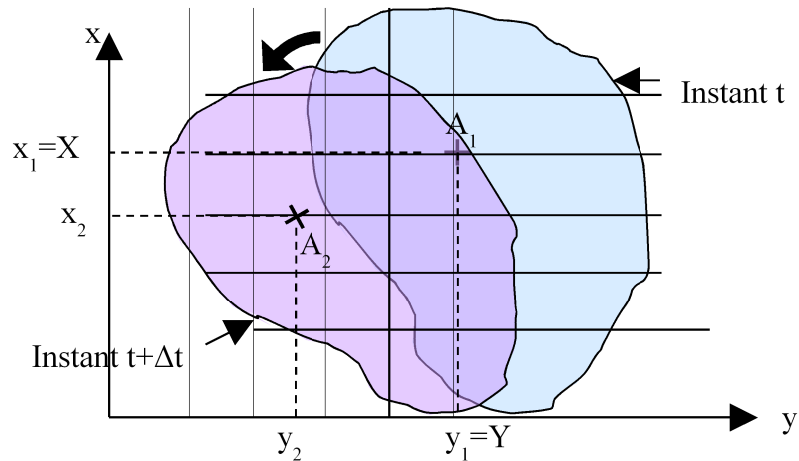


Figure 71: Déformation sur un incrément de temps sur un solide en 2D représentée par une formulation eulérienne (le maillage est fixe). Le solide se déplace pendant l'incrément  $\Delta t$ . Le point matériel défini en  $A_1$  à l'incrément  $t$  et défini ensuite en  $A_2$  à l'incrément  $t+\Delta t$  voit ses coordonnées changer dans le repère eulérien.

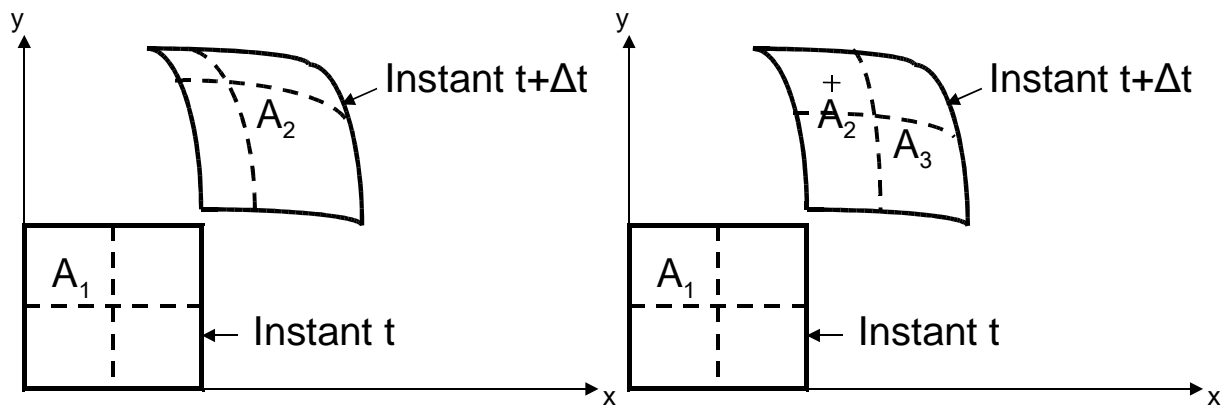


Figure 72: Déformation sur un incrément de temps, pour un maillage lagrangien à gauche et ALE à droite

### i . Les descriptions lagrangienne, eulérienne et ALE

Le point de vue lagrangien consiste à suivre les particules de matière. On utilise donc une grille qui suit le mouvement de la matière, chaque nœud étant connecté à la même particule de matière au cours du temps. L'avantage principal est la conservation précise de l'histoire de la matière. En suivant un nœud de la grille, on suit parfaitement l'histoire de la particule de matière correspondante. En revanche, il est impossible de suivre des déformations trop importantes telles que celles que l'on observe en mécanique des fluides. Dans la formulation lagrangienne, il n'y a pas d'effet convectif, la dérivée matérielle est une dérivée simple. A titre d'exemple, si  $\zeta$  est une variable d'état et  $X$  les coordonnées matérielles, auxquelles la grille lagrangienne est attachée, alors

l'évolution temporelle de  $\zeta$  (ou son transport) est représentée par :

$$\begin{cases} \frac{d\zeta(X,t)}{dt} = \frac{\partial\zeta}{\partial t}\Big|_X + \frac{\partial\zeta}{\partial X} \underbrace{\frac{dX}{dt}}_{=0}\Big|_X \\ \frac{d\zeta(X,t)}{dt} = \frac{\partial\zeta}{\partial t}\Big|_X \end{cases} \quad (103)$$

Le point de vue eulérien consiste à observer depuis un nœud de la grille l'évolution des quantités physiques due, d'une part à un changement d'état de la matière mais aussi à cause de leur mouvement traversant la grille (on ne regarde plus la même particule), d'où l'apparition d'un terme convectif faisant intervenir la vitesse du maillage:

$$\begin{cases} \frac{d\zeta(x,t)}{dt} = \frac{\partial\zeta}{\partial t}\Big|_x + \frac{\partial\zeta}{\partial x} \underbrace{\frac{\partial x}{\partial t}}_v\Big|_x \\ \frac{d\zeta(x,t)}{dt} = \frac{\partial\zeta}{\partial t}\Big|_x + v \frac{\partial\zeta}{\partial x} \end{cases} \quad (104)$$

Avec  $x$ , les coordonnées spatiales, auxquelles la grille eulérienne est attachée, c'est-à-dire fixe, et  $v = \frac{\partial x(X,t)}{\partial t}\Big|_X$ , la vitesse d'un point matériel.

Dans le cas de la formulation ALE, la grille n'est pas forcément fixe et n'est pas forcément attachée à la matière. Le maillage est attaché à un système de coordonnées de référence  $\chi$ . De la même manière que pour les formulations lagrangienne et eulérienne, on décrit l'évolution d'une quantité physique:

$$\begin{cases} \frac{d\zeta(\chi,t)}{dt} = \frac{\partial\zeta}{\partial t}\Big|_\chi + \frac{\partial\zeta}{\partial\chi} \underbrace{\frac{\partial\chi}{\partial t}}_{=v_c}\Big|_\chi \\ \frac{d\zeta(\chi,t)}{dt} = \frac{\partial\zeta}{\partial t}\Big|_\chi + v_c \frac{\partial\zeta}{\partial\chi} \end{cases} \quad (105)$$

Comme pour la formulation eulérienne, on observe un terme convectif avec  $v_c = \frac{\partial\chi(X,t)}{\partial t}\Big|_X$ , un terme de vitesse.

Si on applique la dérivée temporelle définie en (105) aux coordonnées spatiales  $x$ , on obtient la vitesse de la matière  $v$ , et on fait apparaître un terme de vitesse de grille  $w$  :

$$\underbrace{\frac{dx(\chi, t)}{dt}}_v = \underbrace{\frac{\partial x}{\partial t}}_w \Big|_x + v_c \frac{\partial x}{\partial \chi} \quad (106)$$

Avec:  $w = \frac{\partial x(\chi, t)}{\partial t} \Big|_x$  la vitesse absolue du système de coordonnées référentiel, c'est-à-dire la vitesse absolue du maillage.

On introduit la vitesse  $c$  qui est la vitesse relative entre la vitesse du point matériel et la vitesse absolue du maillage, :

$$c = v - w \quad (107)$$

En utilisant (106) et (107) on déduit la forme de  $c$  :

$$c = v_c \frac{\partial x}{\partial \chi} \quad (108)$$

On obtient alors l'expression suivante, réductible à une formulation eulérienne si  $c=v$

$$\frac{d\zeta(\chi, t)}{dt} = \frac{\partial \zeta}{\partial t} \Big|_x + c \frac{\partial \zeta}{\partial x} \quad (109)$$

## ii . Méthode de résolution ALE: méthode directe, découplage

La littérature montre que l'on aborde la résolution ALE par 2 méthodes différentes pour lesquelles la détermination de ces termes convectifs se déroule à deux étapes différentes du calcul. Dans le cadre de la méthode directe, le terme convectif est conservé dans les équations d'équilibre. On implémente généralement la méthode directe à partir d'un code initialement eulérien, car un terme convectif existe déjà dans les équations d'équilibre ([WAN97] [BEL97] [HUE04]).

La deuxième méthode de résolution consiste à découpler le calcul en deux étapes, une étape diffusive et une étape convective (voir figure 73). C'est cette dernière solution qui est la plus couramment utilisée en mécanique du solide car elle est facile à implémenter à partir d'un code lagrangien. Autrement dit, on effectue une étape lagrangienne, puis on régularise le maillage et on lui affecte une vitesse propre différente de celle de la matière. La méthode découplée nécessite une étape de transport de variables d'état, étape numériquement diffusive.

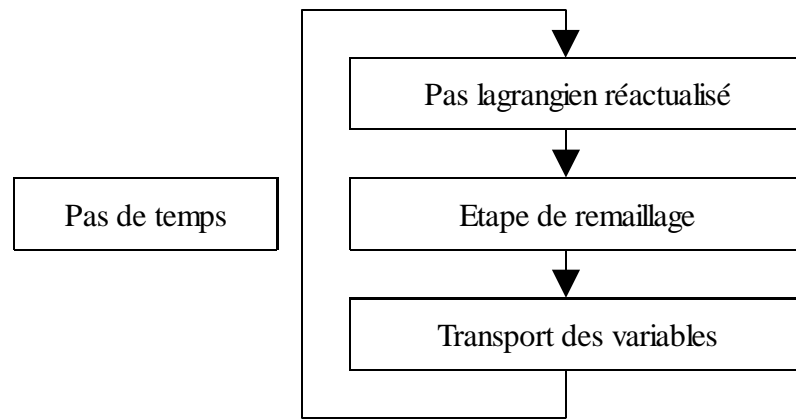


Figure 73: Etapes d'un calcul ALE par la méthode découplée

A la suite du pas lagrangien, on calcule la vitesse du maillage; les noeuds en surface sont attachés à la matière et l'on optimise la vitesse des noeuds en volume dans les zones à fort cisaillement afin d'éviter les distorsions des mailles. La dernière étape, qui est également propre à la méthode ALE, consiste à mettre à jour les points du maillage, connaissant la vitesse relative de celui-ci par rapport à la matière, par des algorithmes dits de transport. La méthode découplée a été utilisée notamment par Benson [BEN89] et Wang [WAN97].

L'avantage de la méthode découplée par rapport à la méthode directe est la facilité d'implémentation de l'algorithme ALE à partir du code lagrangien actuel.

#### IV.2.2. La gestion du maillage dans la méthode ALE

##### a) Le déplacement du maillage

Dans la méthode découplée, on définit le maillage après la résolution du système d'équation. Au sein de cette méthode on distingue deux approches, respectivement les méthodes de *splitting* géométrique et cinématique ([TRA01]):

- *splitting* géométrique: on mène l'étape lagrangienne jusqu'à actualisation du nouveau maillage lagrangien, puis on régularise le nouveau maillage par modification des coordonnées
- *splitting* cinématique: on mène l'étape lagrangienne sans réactualiser le maillage. Sur le maillage précédent sur lequel on connaît les vitesses des points, on effectue une régularisation des vitesses et ensuite on actualise le maillage

En général, on découple la régularisation en surface et en volume. La procédure la plus courante consiste à établir d'abord le maillage surfacique qui doit définir au mieux les contours de la pièce. La régularisation du maillage volumique est développée à partir de ce maillage surfacique dans un deuxième temps. On procède ainsi pour donner la priorité à l'établissement du contact, à la gestion des surfaces libres, des arêtes, etc.

En mécanique du solide, on exige de la méthode de remaillage qu'elle définisse parfaitement les contours, qu'elle optimise le calcul en utilisant un élément adéquat, qu'elle préserve la finesse du maillage précédent, et enfin qu'elle soit peu coûteuse et robuste.

### *i . Les méthodes de remaillage des surfaces*

La contrainte qui garantit que le domaine matériel et le maillage ont les mêmes contours est :

$$v \cdot n = w \cdot n \quad (110)$$

Avec  $n$  la normale au nœud en surface libre, calculée par la moyenne des normales aux faces attenantes au nœud concerné.

Dans le cas des procédés de mise en forme incrémentaux, le mouvement tangentiel des nœuds en surface est globalement négligeable. Il devient important à proximité de la zone de contact, où une grande quantité de nœuds est mobilisée pour affiner cette zone.

L'utilisation de surface d'interpolation permet de conserver les surfaces précisément, mais est d'autant plus coûteuse que le degré d'interpolation est grand. Nous entrerons plus en détail dans la gestion des surfaces libres dans la partie IV.3.2..

### *ii . Les méthodes de remaillage des nœuds en volume*

Une fois les surfaces ALE définies, il s'agit de définir les coordonnées des nœuds en volumes. Leur déplacement permettra de les repositionner plus en adéquation avec les nœuds en surface et éventuellement améliorer la qualité des éléments en volume.

Il existe globalement deux méthodes de régularisation du volume, la méthode de Laplace [TRA01] [STO99] et la méthode de barycentrage .

#### **◇ La méthode de Laplace :**

Pour la méthode de Laplace, on utilise l'opérateur de Laplace pour décrire la vitesse du maillage :

$$\nabla^2 w = 0 \quad (111)$$

On discrétise la formulation en introduisant la fonction potentielle qui suit. Ensuite on la minimise, c'est la méthode de centrage :

$$I = \sum (w^i - \bar{w}^i)^2 \quad (112)$$



Avec  $\bar{w}^i$ , la vitesse moyenne du voisinage.

#### ◇ La méthode de barycentrage géométrique

On cherche dans ce modèle à ce qu'un nœud soit le barycentre des nœuds qui l'entourent :

$$x_i = \frac{1}{|\Gamma_i|} \sum_{j \in \Gamma_i} x_j \quad (113)$$

Où  $\Gamma_i$  est l'ensemble des nœuds connectés à  $x_i$ .

On parcourt et on rectifie ainsi la position de chacun des noeuds plusieurs fois s'il le faut.

#### ◇ La méthode de barycentrage cinématique

Cette méthode est très similaire à la méthode du barycentrage géométrique. Cette méthode est basée sur un algorithme itératif où la vitesse d'un nœud est la moyenne des vitesses des noeuds voisins à l'itération précédente. Les itérations cessent lorsque la solution converge. La convergence est atteinte lorsque les vitesses de tous les noeuds n'évoluent plus (ou peu) d'une itération à l'autre.

#### b) Le transport des variables

On considère ici l'étape de transport des variables dans le système sur le nouveau maillage régularisé. Le problème du transport consiste en fait à recalculer les variables aux nœuds et aux points de Gauss sur le maillage ALE qui a un mouvement relatif par rapport au matériau.

On part du maillage ALE à l'instant  $t$  muni des valeurs de ces variables aux nœuds et aux points d'intégration, et le transport consiste à allouer une valeur aux points d'intégration et aux nœuds du maillage ALE à l'instant  $t + \Delta t$ .

Le domaine matériel se trouve fixé dans l'espace du fait du découplage. Les points matériels sont identifiés par leur position spatiale. Le maillage est décrit par la position des nœuds dans l'espace et leur connectivité. Une caractéristique importante du remaillage nécessaire en formulation lagrangienne, est la conservation pendant tout le calcul de la connectivité du maillage.

Un algorithme de transport doit idéalement être précis, conservatif, stable et consistant.

On trouve dans la littérature deux algorithmes de transport des variables, les approches par convection et par interpolation. Le principe de la méthode de convection est l'intégration de la dérivée temporelle de la variable  $\zeta$ . L'approche par interpolation consiste à résoudre le problème sur le nouveau maillage lagrangien puis à interpoler géométriquement les valeurs de  $\zeta$  pour

résoudre le problème sur le maillage ALE.

### *i. Approche par convection*

On peut mettre à jour les variables  $\zeta$  en utilisant la définition de la dérivée temporelle :

$$\frac{d\zeta(\chi, t)}{dt} = \frac{\partial \zeta}{\partial t} \Big|_{\chi} + c \frac{\partial \zeta}{\partial x} \leftrightarrow \dot{\zeta} = \frac{\partial \zeta}{\partial t} \Big|_{\chi} + c \nabla(\zeta)$$

On extrait de cette formulation la valeur de la variable  $\zeta$  à partir de  $\zeta_{ref}$  qui est la valeur de  $\zeta$  à l'incrément précédent.

$$\zeta^{t+\Delta t} = \zeta_{ref} + \int_{t_0}^{t_1} (\dot{\zeta} - c \nabla(\zeta)) dt \quad (114)$$

Dans la méthode découplée ALE,  $\dot{\zeta}$  est calculée lors de l'étape lagrangienne. Il reste donc à intégrer le terme convectif. Plus précisément, il faut déterminer le gradient de la variable  $\zeta$ .

$$\zeta^{t+\Delta t} = \zeta_{ref} + \int_{t_0}^{t_1} \dot{\zeta} dt - \int_{t_0}^{t_1} (c \nabla(\zeta)) dt \quad (115)$$

L'approximation linéaire est sans doute la méthode la plus simple pour arriver à la solution, mais très diffuse. Il existe d'autres manières de résoudre le problème : la méthode des moindres carrés, la méthode de Galerkin discontinu, etc [MAG94].

### *ii. Approche par interpolation*

L'approche par interpolation consiste à déterminer la valeur de la variable  $\zeta$  au point du maillage lagrangien.

$$\zeta^{lag} = \zeta_{ref} + \int_{t_0}^{t_1} \dot{\zeta} dt \quad (116)$$

On connaît la position du maillage lagrangien :

$$x_{lag} = x_{ref} + \Delta u \quad (117)$$

Avec  $\Delta u$  le déplacement du nœud considéré au cours d'un incrément.

Et à partir de cette position, on peut déterminer celle du maillage ALE :

$$x_{ALE} = x^{t+\Delta t} = x_{lag} - \Delta u_c \quad (118)$$

Avec  $\Delta u_c$  le déplacement du nœud considéré au cours de la régularisation ALE.

La variable  $\zeta$  à l'instant  $t + \Delta t$  vaut alors :

$$\zeta^{t+\Delta t}(x^{t+\Delta t}) = \zeta_{lag}(x_{lag} - \Delta u_c) \quad (119)$$

Le calcul de  $\zeta^{t+\Delta t}$  peut être considéré comme un problème d'interpolation, où  $\zeta_{lag}$  est connu en  $x_{lag}$ .

L'approche utilisée dans le code dans lequel on travaille a été développée par Guerdoux [GUE07]. Il utilise des patches de recouvrement pour interpoler avec précision les informations aux nœuds et aux points d'intégration.

### IV.3. Développements spécifiques liés aux procédés incrémentaux

L'approche ALE de la formulation quasi-statique incompressible des matériaux visco-plastiques a été utilisée au CEMEF dans un premier temps pour la simulation du remplissage et solidification en fonderie [CHE95] [BEL04] [BEL05]. La formulation ALE dans le cas de la mise en forme de matériau solide a été développée par la suite dans le cadre d'une étude sur le soudage par malaxage [GUE07] [FOU06] puis pour la simulation de l'usinage grande vitesse [FOU07] [DEL08] [DEL082] et enfin pour la simulation du laminage [PHI08]. Sur la base d'un code initialement lagrangien, la méthode indirecte a été choisie. A la suite d'un pas lagrangien, des étapes de régularisation du maillage et de transport des variables P0 et P1 sont réalisées. L'étape de régularisation du maillage implique la définition d'une vitesse propre du maillage en respectant les conditions de surface (libre ou en contact) et, éventuellement soumise à un estimateur d'erreur dictant une taille de maille optimale.

Comme pour le soudage par malaxage, on fera appel à l'estimateur d'erreur de Zienkiewicz-Zhu ( $Z^2$ ) [ZIE87] [ZIE92] [ZIE922], couplé à une stratégie adaptative, déjà utilisé pour le remaillage adaptatif [BOU05]. L'erreur  $Z^2$  est basée sur des gradients de puissance. Intégrée à une stratégie adaptative, elle permet d'affiner le maillage très localement, en l'occurrence la zone où les gradients de contrainte et de vitesse de déformation sont les plus importants. Dans le cas des procédés de mise en forme incrémentaux, cette zone est située sous l'outil. Il est souhaitable que la zone de mailles affinée évolue donc avec la position de l'outil. Avec une formulation lagrangienne, des remaillages fréquents le permettent. Avec une formulation ALE, c'est la mobilité des nœuds à travers la matière par régularisation du maillage qui l'autorise.

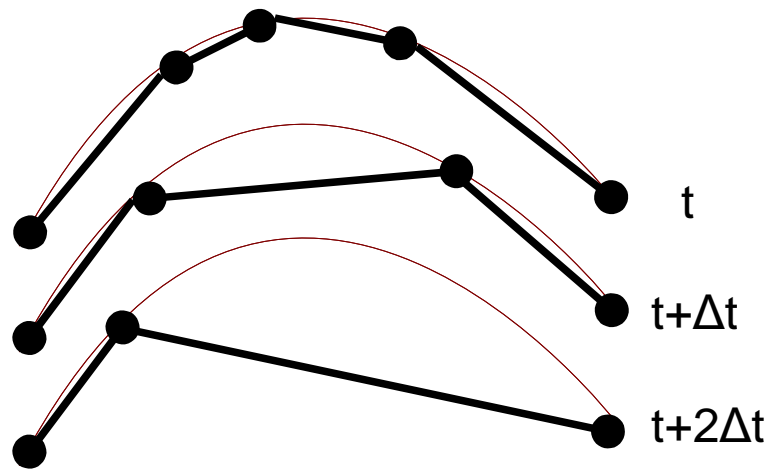


Figure 74: Déraffinement d'une surface par régularisation

Le problème majeur posé par la formulation ALE en mécanique du solide est certainement la conservation des surfaces libres. Comme le montre la figure 74, lors d'une régularisation sur une surface non plane où l'estimateur d'erreur prévoit de déraffiner le maillage, la surface perd sa définition. Et globalement les surfaces ont tendance à s'aplanir numériquement. Cela entraîne une modification du volume et bien sûr un résultat faux!

Le problème existe notamment dans le cas des procédés de mise en forme incrémentaux; les surfaces libres sont majoritaires, de géométries complexes et qui évoluent.

On définit une nouvelle formulation dite « ALE modifiée » dans laquelle on propose d'une part d'introduire un estimateur d'erreur géométrique qui permettra de conserver une certaine définition de la surface et ainsi une finesse de maillage suffisante sur les zones où la surface est courbe. D'autre part, la régularisation du maillage sera corrigée au moyen d'une surface polynomiale du troisième degré (voir figure 82). Dans une première partie, on décrit l'algorithme de calcul de la vitesse propre du maillage en tenant compte des erreurs de  $Z^2$  et géométrique. Puis, dans une deuxième partie, on décrira la correction apportée lors de la régularisation des surfaces.

#### IV.3.1. Détermination de la vitesse de maillage

La méthode employée ici pour régulariser le maillage est celle développée par Guerdoux [GUE07] et a pour base un barycentrage géométrique. Il a développé des algorithmes permettant de détecter les arêtes et sommets des solides, d'effectuer un barycentrage volumique permettant de privilégier la qualité volumique ou la minimisation de l'erreur de  $Z^2$ , et d'effectuer ce barycentrage pondéré sur la surface tout en conservant les frontières matérielles. On ne détaillera que brièvement ces algorithmes dans cette thèse mais on propose au lecteur de consulter les travaux de Guerdoux [GUE07] pour plus de détails.

En revanche, les algorithmes développés au cours de cette thèse propres aux procédés de mise en forme incrémentaux sont détaillés. Ils seront intégrés à une nouvelle formulation appelée ALE modifiée.

### a) Régularisation du maillage

La régularisation du maillage se fait après le calcul lagrangien et de manière itérative. Elle consiste à définir la vitesse propre du maillage  $w_m$ . A chaque pas de temps, on définit les degrés de liberté de chaque nœud du maillage. En effet, un algorithme spécifique permet de détecter les nœuds appartenant à une arête ou un sommet. Les nœuds en sommet ne bénéficient d'aucun degré de liberté et les nœuds en arête d'un degré de liberté. Les nœuds en surface ont, quant à eux, deux degrés de liberté, ils évoluent selon une direction tangente à la surface. Ensuite on parcourt les nœuds du maillage; la position régularisée des nœuds est calculée par barycentrage pondéré par  $C_e$  par rapport à la position de l'itération précédente  $it-1$ . Les vitesses propres du maillage sont calculées à partir des nouvelles positions du maillage:

$$\begin{aligned} x_n^{it} &= \frac{1}{|\Gamma_n|} \sum_{e \in \Gamma_n} x_{g_e}^{it-1} C_e^{it-1} \\ \tilde{w}_n^{it} &= \frac{(x_n^{it} - x_n^0)}{\Delta t} \end{aligned} \quad (120)$$

Où  $x_n^0$  est la position du nœud avant régularisation,  $x_{g_e}$  est le centre de gravité de chaque élément  $e$  connecté au nœud  $n$ .

Dans le cas des nœuds en surface, on ajoute une condition de conservation du domaine. On y reviendra dans la section concernant les surfaces libres (IV.3.2.).

A chaque itération, les vitesses tendent vers une valeur qui permet de satisfaire, soit une qualité d'éléments optimale, soit une erreur minimisée et uniformément répartie sur le domaine. Ceci dépend de la définition donnée aux poids  $C_e^{it-1}$ . Guerdoux propose la formulation suivante permettant de prendre en compte plus ou moins  $C_{fe}^{it-1}$  et  $C_{ae}^{it-1}$ , coefficients respectifs de forme et d'adaptation:

$$C_e^{it-1} = \xi C_{fe}^{it-1} + (1 - \xi) C_{ae}^{it-1} \quad (121)$$

Avec  $\xi$  variant entre 0 et 1.

A la fin d'une itération, un critère de convergence permet de stopper ou relancer une nouvelle

itération.

### b) Estimateurs d'erreur

L'estimateur d'erreur intervient sur le coefficient d'adaptation  $C_{ae}^{it-1}$ . En effet, il est défini comme le rapport de la taille moyenne de l'élément  $h_e^{it-1}$  par rapport à sa taille optimale  $h_e^{opt}$  :

$$C_{ae}^{it-1} = \left( \frac{h_e^{it-1}}{h_e^{opt}} \right)^3 \quad (122)$$

La taille optimale d'un élément est directement liée à la contribution de l'élément  $e$  en erreur  $\theta_e$  de discrétisation spatiale.

La stratégie adaptative que l'on utilise a été développée au CEMEF par Boussetta [BOU05] pour le remaillage adaptatif, par Guerdoux pour l'ALE et est issue des développements de Zienkiewicz [ZIE87]. Le principe est de supposer qu'un maillage est optimal lorsque l'erreur globale (la somme de toutes les erreurs en chaque élément) est minimale et uniformément répartie sur le maillage. Dans le cas de l'ALE, on fixe le nombre d'éléments et on détermine une taille d'élément optimale  $h_e^{opt}$  ainsi qu'une erreur optimale globale  $\theta^{opt}$

$$h_e^{opt} = h_e \frac{(Nb_{elt})^{-\frac{1}{d}} \left( \sum_{e \in M} \left( (\theta_e)^{\frac{2d}{2p+d}} \right) \right)^{\frac{1}{d}}}{(\theta_e)^{\frac{2}{2p+d}}} \quad (123)$$

$$\theta^{opt} = (Nb_{elt})^{-\frac{p}{d}} \left( \sum_{e \in M} \left( (\theta_e)^{\frac{2d}{2p+d}} \right) \right)^{\frac{2p+d}{2d}} \quad (124)$$

Avec  $h_e$  et  $\theta_e$ , respectivement la taille et l'erreur actuelles de l'élément,  $d$  la dimension spatiale du problème et  $p$  la vitesse de convergence,  $M$ , l'ensemble des éléments du solide. Plus d'informations sur cette stratégie adaptative sont disponibles dans [BOU05]. Quant à l'erreur  $\theta_e$ , elle peut être définie de diverses manières. On impose seulement que celle-ci tende vers 0 lorsque l'on diminue la taille des éléments. On présente l'erreur de Zienkiewicz Zhu ( $Z^2$ ) qui est déjà utilisée pour le remaillage adaptatif [BOU05] ainsi qu'une erreur géométrique introduite spécifiquement pour les simulations de procédés à caractère incrémental impliquant la mobilité du maillage sur des

surfaces libres.

### *i. Erreur de Zienkiewicz Zhu*

L'erreur de Zienkiewicz -Zhu [ZIE87], [ZIE92] convient particulièrement à la mise en forme des solides car elle caractérise les gradients de puissance générés par la déformation et la contrainte. Elle est définie par la différence entre la solution numérique et la solution vraie du problème:

$$\theta_{Z^2_e} = \left( \int_{\Omega} (s - s_h) : (\dot{\epsilon} - \dot{\epsilon}_h) d\omega \right)^{\frac{1}{2}} \quad (125)$$

Avec  $(s, \dot{\epsilon})$  le déviateur de contrainte et la vitesse de déformation réels et  $(s_h, \dot{\epsilon}_h)$ , la solution du problème discrétisé.

Le déviateur de contrainte et la vitesse de déformation réels sont approximés par des valeurs d'ordre supérieur à la solution discrétisée obtenue par patch de recouvrement (travaux de Fourment [FOU92] et Boussetta [BOU05]), c'est-à-dire qu'on utilise les valeurs des éléments voisins pour reconstruire une valeur plus lissée. On caractérise ainsi le gradient lié à la discrétisation spatiale.

L'approximation faite pour  $(s, \dot{\epsilon})$  revient à considérer l'erreur due aux sauts de contrainte et de vitesse de déformation à la frontière des éléments.

### *ii. Erreur Géométrique*

L'erreur géométrique que l'on introduit est spécifique aux éléments en surface. On utilise, pour la définir, les normes consistantes. Ce sont des vecteurs unitaires définis aux noeuds par la moyenne des normales sortantes des éléments voisins pondérées par la surface des éléments voisins. [BEL04].

$$\tilde{n}_n = \frac{1}{\left\| \sum_{f \in \Gamma_n} S_f n_f \right\|} \sum_{f \in \Gamma_n} S_f n_f \quad (126)$$

Avec  $\Gamma_n$ , l'ensemble des facettes voisines au nœud,  $S_f$  et  $n_f$ , respectivement la surface et la normale sortante de chaque facette voisine  $f$  (voir figure 75).

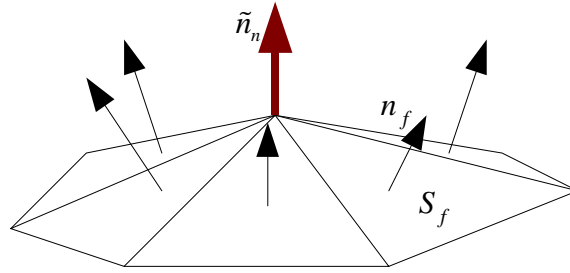


Figure 75: Normale consistante en un nœud (en rouge) et normales des facettes voisines

A partir de la normale consistante, on définit dans un premier temps un marqueur de la courbure:

$$\psi_n = \frac{\sum_{f \in \Gamma_n} \tilde{n}_n \cdot n_f}{Nb_f} \quad (127)$$

Avec  $Nb_f$  le nombre de facettes voisines.

Le marqueur est alors défini sur chaque élément par la moyenne des valeurs aux nœuds attenants à cet élément:

$$\psi_e = \frac{\sum_{n=1}^{NB_{nS}} (\psi_n)}{NB_{nS}} \quad (128)$$

$NB_{nS}$  est le nombre de nœuds en surface concernés par la fonction  $\psi_n$ . En effet,  $\psi_e$  n'est calculé que pour les éléments ayant au moins un nœud en surface.

On définit ensuite l'erreur géométrique par:

$$\theta_{ge} = \max_{M_S} (\psi_e) - \psi_e \quad (129)$$

Où  $M_S$  est l'ensemble des éléments ayant au moins un nœud en surface libre concerné par la fonction  $\psi_n$ . La fonction  $\theta_{ge}$  est représentée pour un cas 2D en fonction de l'angle  $\alpha$  sur la figure 76.



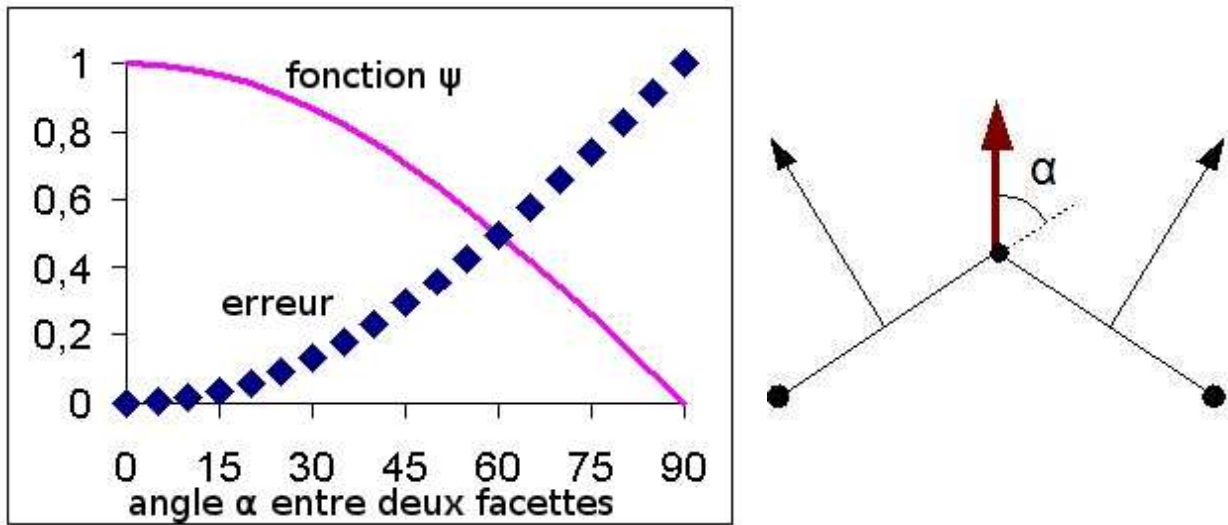


Figure 76: Erreur géométrique  $\theta_{ge}$  sur un cas 2D: en trait plein, la fonction en fonction de l'angle  $\alpha$  (en degrés) tel qu'il est défini par le schéma à droite, en pointillé, la fonction erreur géométrique.

En 3D, les éléments qui n'ont aucun nœud en surface ont une erreur nulle, les éléments qui ont un nœud en surface ont une erreur égale à celle du nœud, ceux qui ont deux, trois ou quatre nœuds en surface, ont une erreur moyenne des erreurs de tous ces nœuds. On montre un exemple en 2D sur la figure 77.

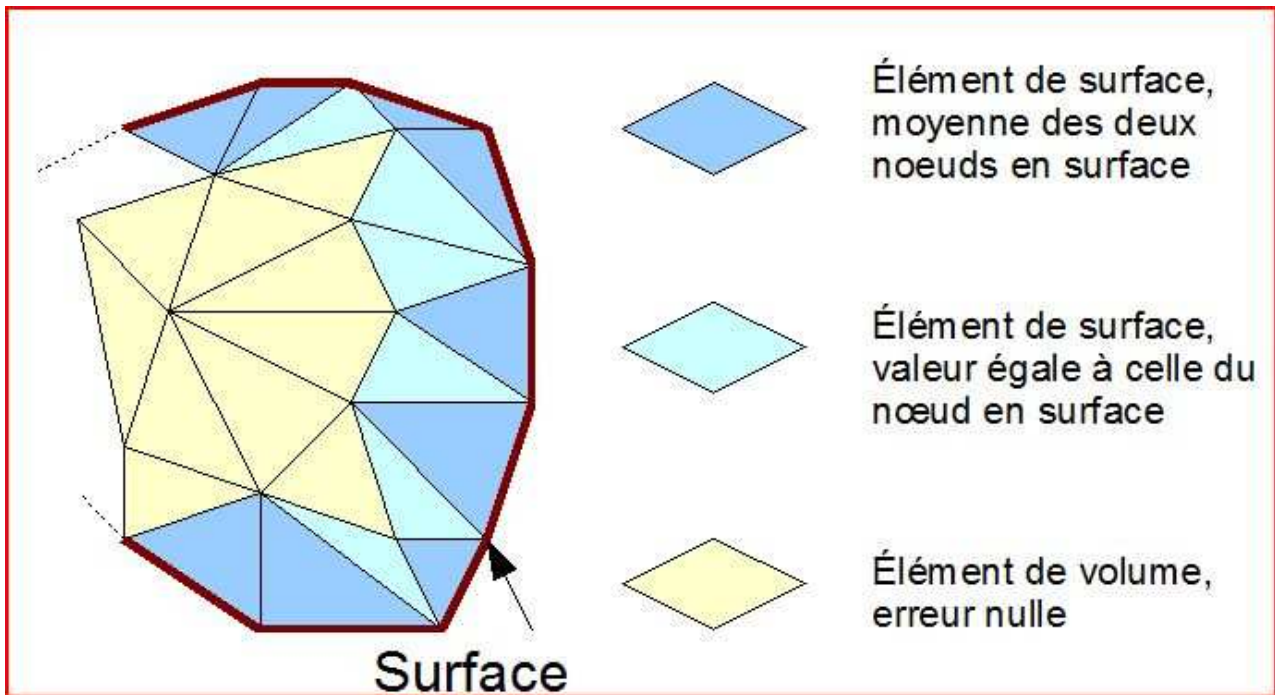


Figure 77: Distribution de l'erreur géométrique en fonction de l'élément, cas 2D

### iii . Erreur couplée $Z^2$ et géométrique

Les erreurs de  $Z^2$  et géométrique précédemment définies sont couplées pour les procédés de mise en forme incrémentaux. Chacune est normée par une transformation affine de telle sorte que le minimum de chaque erreur sur le domaine vaut 0 et le maximum vaut 1 :

$$|\theta_{Z^2_e}| = \frac{\theta_{Z^2_e} - \min_M(\theta_{Z^2_e})}{\max_M(\theta_{Z^2_e}) - \min_M(\theta_{Z^2_e})} \quad (130)$$

Où  $M$  est l'ensemble des éléments du solide.

$$|\theta_{ge}| = \frac{\theta_{ge} - \min_M(\theta_{ge})}{\max_M(\theta_{ge}) - \min_M(\theta_{ge})} \quad (131)$$

Enfin, l'erreur finale pour les procédés de mise en forme incrémentaux est la suivante:

$$\theta_e = \max(|\theta_{Z^2}|, a|\theta_{ge}|) \quad (132)$$

Avec  $a$  , un coefficient de pondération de l'erreur géométrique par rapport à l'erreur de  $Z^2$ .

Les formules (123) et (124) de la stratégie adaptative permettent alors d'obtenir respectivement la taille d'élément et l'erreur optimale.

On a appliqué l'erreur couplée (132) à des exemples de maillages de fluotournage et de formage incrémental sur les figures 78 et 79 pour  $a=10$  .

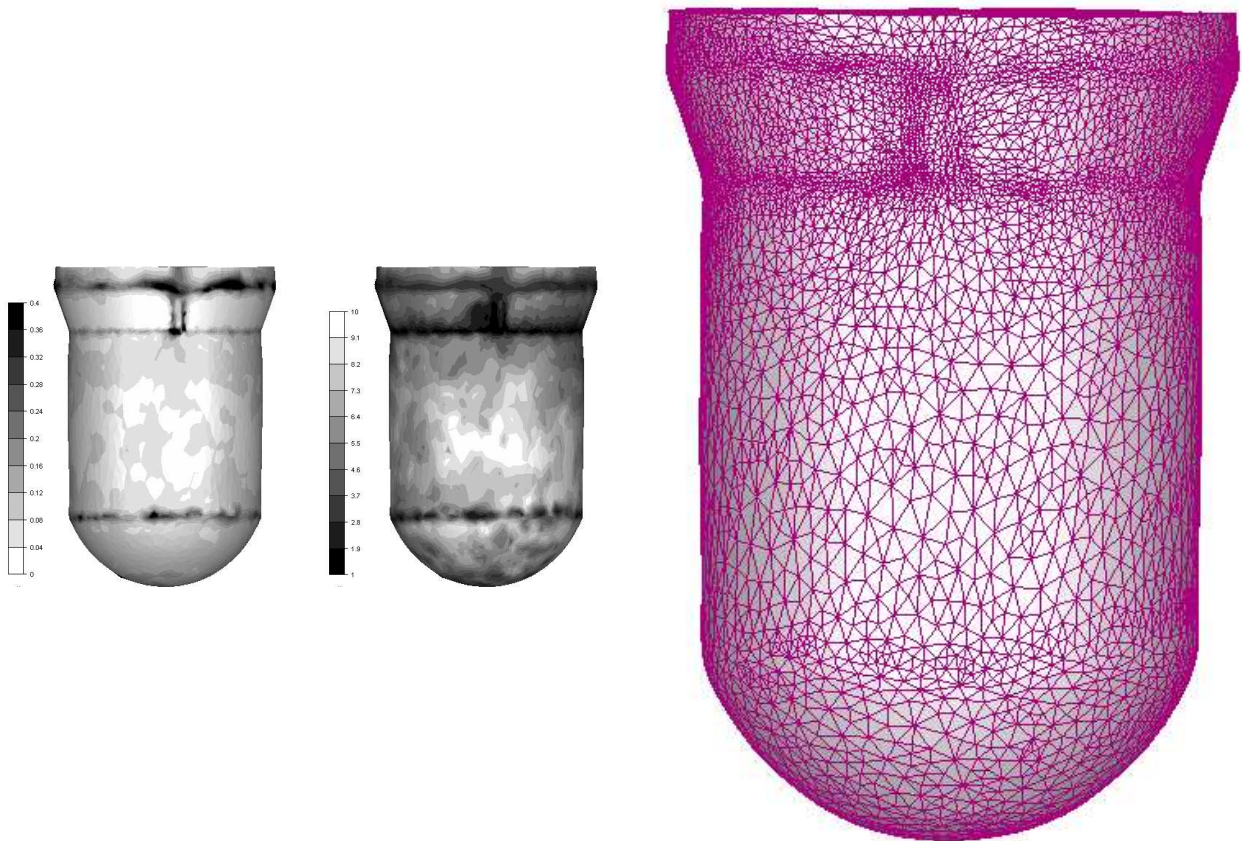


Figure 78: Sur une pièce fluotournée, à gauche, erreur, au milieu, taille optimale des éléments, à droite, maillage qui en résulte. Au centre, de la pièce, la zone actuellement travaillée par la molette

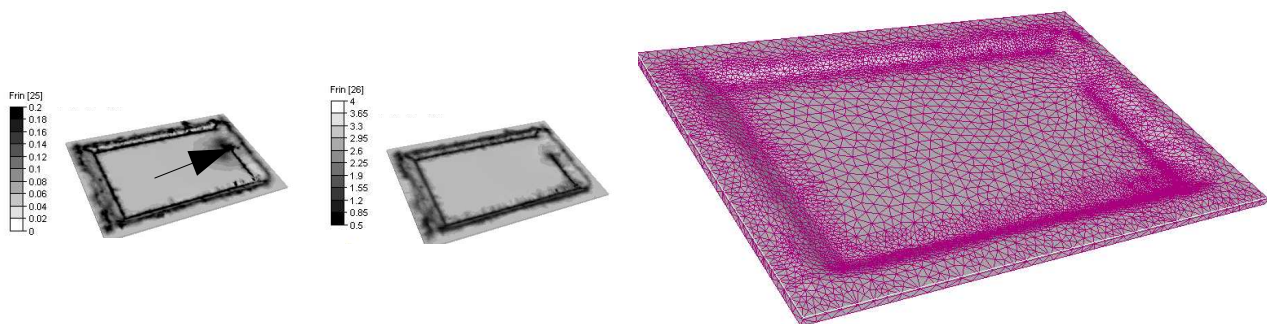


Figure 79: Sur une pièce de formage incrémental, à gauche, erreur, au milieu, taille optimale des éléments, à droite, maillage qui en résulte. La flèche désignant la zone actuellement travaillée par l'outil.

### IV.3.2. Gestion des surfaces libres

L'erreur géométrique précédemment définie permet, certes, d'affiner le maillage sur les zones présentant des courbures, mais il faut avant tout veiller à ce que le mouvement des noeuds en surface n'en altère pas la géométrie. Pour optimiser la mobilité de ces noeuds, on décrit la surface par une interpolation de degré supérieur. Cela peut être réalisé au moyen d'une fonction spline comme l'ont fait Huetink [HUE90] et plus tard Traoré [TRA01] en 3D. McIvor ([MCI96]) propose quant à lui, une interpolation quadratique sur plusieurs facettes. Dans ce travail, on définit une surface polynomiale du 3e degré sur un élément, sur laquelle les noeuds vont glisser. Cette technique, appliquée sur un élément, fait appel aux normales consistantes aux noeuds mais n'utilise pas de patch.

Dans un premier temps, on décrit la gestion des surfaces libres telle qu'elle a été développée par Guerdoux [GUE07] pour le soudage par malaxage. Puis on présentera la correction apportée.

#### a) Calcul de la vitesse de maillage

Guerdoux [GUE07] utilise les normales consistantes aux noeuds, précédemment introduites par l'équation (24). Pour conserver le flux de matière dans la direction normale à la surface, il utilise la formulation suivante:

$$w_n^{t+\Delta t} \cdot \tilde{n}_n = v_n^{t+\Delta t} \cdot \tilde{n}_n \quad (133)$$

Pour ce qui est de la direction tangente, la vitesse du maillage est arbitraire et, dans notre cas, elle est soumise à l'estimateur d'erreur que l'on a défini dans la section précédente par (30) et qui contient les erreurs de  $Z^2$  et géométrique.

La vitesse de maillage est calculée, dans un premier temps, sans tenir compte du respect des surfaces (équation 18):

$$\begin{aligned} x_n^{it} &= \frac{1}{|\Gamma_n|} \sum_{e \in \Gamma_n} x_{g_e}^{it-1} C_e^{it-1} \\ \tilde{w}_n^{it} &= \frac{(x_n^0 - x_n^{it})}{\Delta t} \end{aligned} \quad (134)$$

Où  $\Gamma_n$  est le patch contenant le noeud  $n$ .

Puis on soustrait à la vitesse du maillage  $\tilde{w}_n^{it}$ , une partie de la composante normale permettant de satisfaire (31), c'est à dire le vecteur  $u$  représenté sur le schéma de la figure 80.

$$w_n^{it} = \tilde{w}_n^{it} - \underbrace{\sum_{\alpha=1}^{NBC} \left( (v_n - \tilde{w}_n^{it}) \cdot \tilde{n}_n^\alpha \right) \cdot \tilde{n}_n^\alpha}_u \quad (135)$$

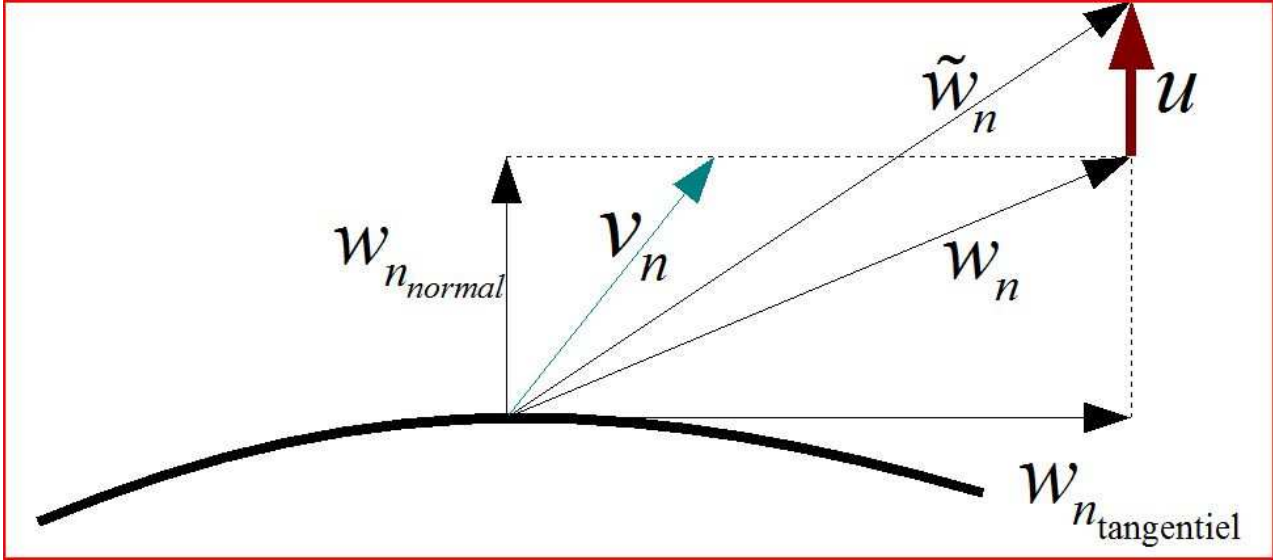


Figure 80: Calcul de la vitesse de maillage pour un nœud en surface

Un algorithme de projection a été développé lors de mouvements importants du maillage par rapport à celui de la matière, ce qui est le cas du fluotournage. Comme l'illustre la figure 81 issue des travaux de Guerdoux [GUE07], les nœuds en surface sont actualisés en utilisant la vitesse obtenue par les relations (134) et (135), on obtient alors le point  $M$ . Ce point est projeté sur le maillage de l'instant  $t$ ; on obtient le point  $M_p$ . En ce point, on calcule une nouvelle normale consistante et une nouvelle vitesse matérielle, moyenne des nœuds de l'élément où la projection a eu lieu.

$$\tilde{n}_{M_p}^{it} = \frac{\sum_{n \in f} N_n(X_{M_p}^{it}) \cdot \tilde{n}_n}{\left\| \sum_{n \in f} N_n(X_{M_p}^{it}) \cdot \tilde{n}_n \right\|} \quad (136)$$

$$v_{M_p}^{it} = \sum_{n \in f} N_n(X_{M_p}^{it}) \cdot v_n$$

Et la vitesse du maillage est calculée par la formule suivante:

$$W_n^{it} = \frac{X_M^{it} - X_{M_p}}{\Delta t} + \left( v_{M_p}^{it} \cdot \tilde{n}_{M_p}^{it} \right) \tilde{n}_{M_p}^{it} \quad (137)$$

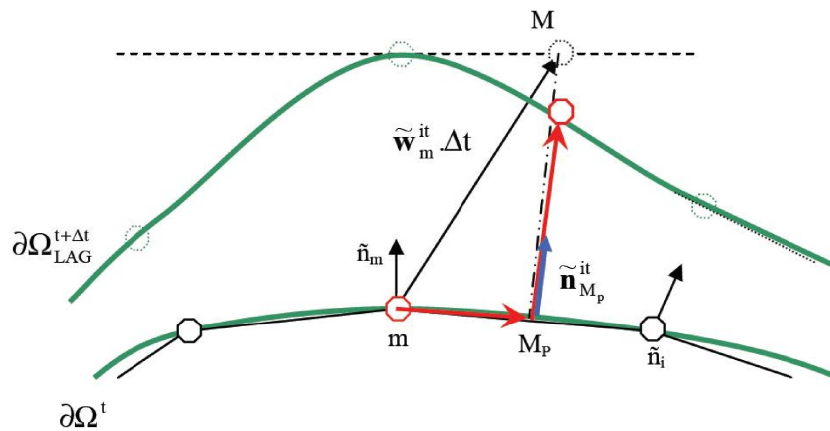


Figure 81: Schéma de projection du maillage ALE issu de[GUE07]

Cet algorithme développé par Guerdoux permet en théorie de respecter les surfaces libres. Cependant, le déplacement est fait sur une surface plane (surface tangentielle à la normale consistante) et le mouvement tangentiel des nœuds, sur une surface courbe, entraîne un lissage de celle-ci comme le montre la figure 82. En effet, on peut perdre ou gagner du volume, selon que la surface est convexe ou concave par déplacement.

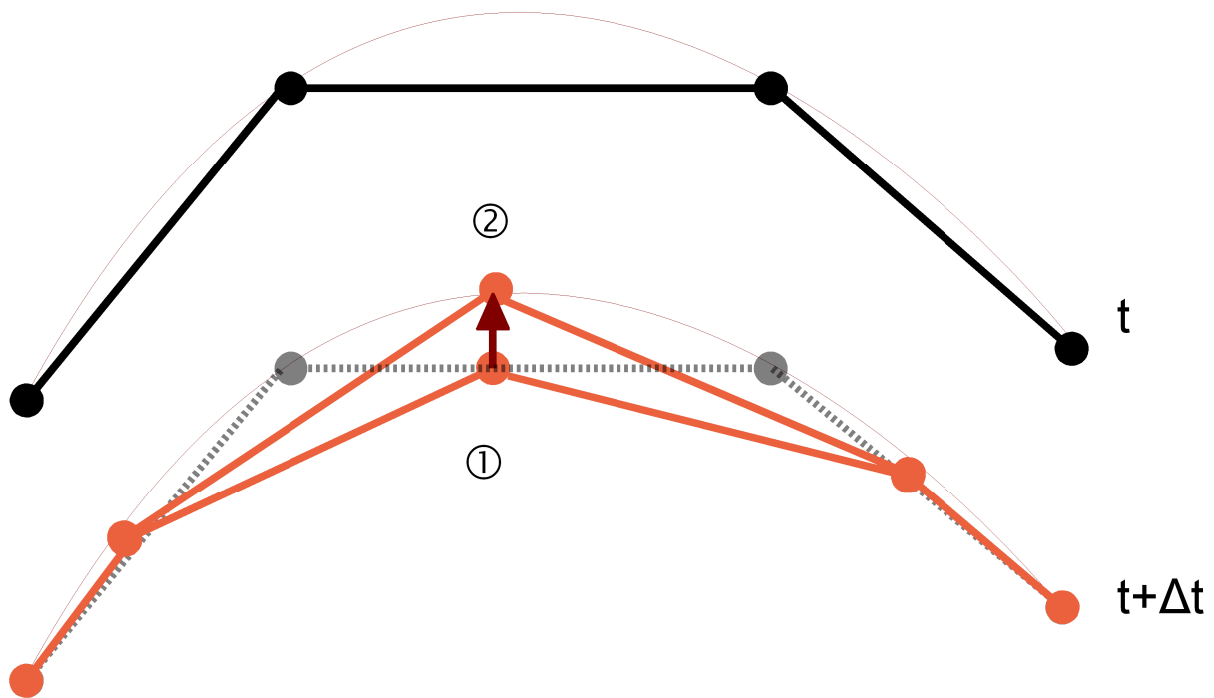


Figure 82: Correction de la position des nœuds en surface par surface polynomiale du troisième



degré, ①, avant correction, ②, après correction

On propose d'introduire une surface polynomiale du troisième degré qui va permettre de définir au mieux les surface courbes (voir figure 82). Cette surface est définie sur la facette appartenant au maillage de l'incrément  $t$  et où a été projeté le point  $M$ . On ne considère donc pas d'évolution de la courbure entre les incréments  $t$  et  $t+\Delta t$

### b) Correction par surface de 3° degré

La surface  $S$  est définie de telle sorte qu'elle contient les trois noeuds de la facette concernée et que les normales consistantes en ces trois noeuds sont orthogonales à  $S$  (voir figure 83).

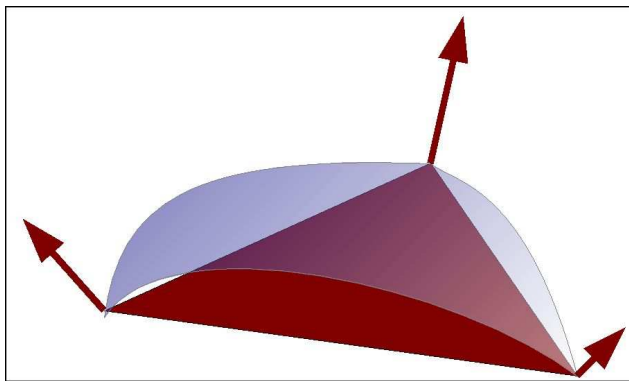


Figure 83: Surface de correction sur un élément, orthogonale aux 3 normales consistantes et contenant les 3 noeuds de la facette de projection

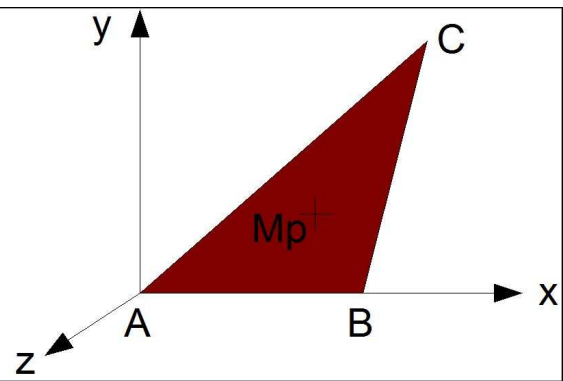


Figure 84: Repère de travail pour la correction polynomiale

Dans un premier temps, on replace la facette concernée dont les noeuds sont nommés A, B et C dans un repère de travail local tel que:

- La facette est dans le plan  $Z=0$
- Le nœud A est au centre:  $A(0,0,0)$
- Le nœud B est sur le plan  $Y=0$  :  $B(X_B,0,0)$
- Le nœud C est  $C(X_C, Y_C, 0)$  ( voir figure 84)

On introduit la surface  $S$  définie par la fonction  $t(X,Y)$  :

$$t(X,Y) = aX^3 + bY^3 + cX^2Y + dXY^2 + eX^2 + fY^2 + hX + iY + j \quad (138)$$

On définit également le vecteur  $U(-t'_X, -t'_Y, 1)$  orthogonal à la surface  $S$  avec:

$$t'_x(X, Y) = 3aX^2 + 2cXY + dY^2 + 2eX + h \quad (139)$$

$$t'_y(X, Y) = 3bY^2 + cX^2 + 2dXY + 2fY + i$$

On calcule  $a, b, c, d, e, f, h, i, j$  de telle sorte que les conditions suivantes soient respectées:

- Les noeuds  $A, B$  et  $C$  appartiennent à  $S$

$$\begin{aligned} t_A(0, 0) &= 0 \\ t_B(X_B, 0) &= 0 \\ t_C(X_C, Y_C) &= 0 \end{aligned} \quad (140)$$

- Les normales consistantes aux points  $A, B$  et  $C$  respectivement  $N_A(X'_A, Y'_A, Z'_A)$   
 $N_B(X'_B, Y'_B, Z'_B)$   $N_C(X'_B, Y'_B, Z'_B)$  (coordonnées locales) sont orthogonales à  $S$  :

$$\begin{aligned} N_A \wedge U_A &= 0 \\ N_B \wedge U_B &= 0 \\ N_C \wedge U_C &= 0 \end{aligned} \quad (141)$$

On obtient alors les paramètres de la courbe  $S$  :



$$\begin{aligned}
 j &= 0 \\
 i &= -\frac{Y'_A}{Z'_A} \\
 h &= -\frac{X'_A}{Z'_A} \\
 c &= \frac{-iZ'_B - Y'_B}{X_B^2 Z'_B} \\
 a &= \frac{1}{X_B^2} \left( h - \frac{X'_B}{Z'_B} \right) \\
 e &= \frac{X'_B - 2hZ'_B}{X_B Z'_B} \\
 d &= -\frac{X'_C/Z'_C + 3aX_C^2 + 2cX_C Y_C + 2eX_C + h}{Y_C^2} \\
 f &= -\frac{(Y'_C Y_C)/Z'_C - (3aX_C^3 + 2cX_C^2 Y_C + dX_C Y_C^2 + 3eX_C^2 + 3hX_C + 2iY_C)}{Y_C^2} \\
 b &= \frac{2aX_C^3 + cX_C^2 Y_C + dX_C Y_C^2 + 2eX_C^2 + 2hX_C + iY_C - (Y'_C Y_C)/Z'_C}{Y_C^3}
 \end{aligned} \tag{142}$$

On établit alors la valeur de la fonction  $t$  au point  $M_p$  et on définit le vecteur correction  $c_{M_p}$  de coordonnées locales  $(O, O, t(X_{M_p}, Y_{M_p}))$  dont on calcule les coordonnées dans le repère global. On corrige alors la relation (137) par la suivante:

$$W_n^{it} = \frac{X_M^{it} - X_{M_p}}{\Delta t} + \left( v_{M_p}^{it} \cdot \tilde{n}_{M_p}^{it} \right) \tilde{n}_{M_p}^{it} + c_{M_p} \tag{143}$$

#### IV.4. Application de la formulation ALE

Dans les procédés de mise en forme incrémentaux, la déformation est localisée sur une petite zone de la pièce, le maillage a tendance alors à se rassembler vers la zone où la déformation est grande, c'est-à-dire vers l'outil. Dans le reste du maillage, la qualité diminue du fait du mouvement des noeuds vers cette zone.

On propose donc d'appliquer les développements présentés dans cette partie aux cas de fluotournage et formage incrémental. On comparera les méthodes lagrangiennes, et les versions ALE en se focalisant sur l'amélioration apportée par l'erreur géométrique et la projection sur une surface polynomiale, tant sur le respect des surfaces libres que sur les résultats quantitatifs.

Le procédé de formage incrémental fera l'objet d'une présentation courte dans un premier temps.

#### ***IV.4.1. Formage incrémental***

##### **a) Description du procédé et mise en donnée**

Le procédé de formage incrémental permet de mettre en forme des tôles à géométrie complexe par un outillage simple. Le principe est de déformer la tôle progressivement, de manière incrémentale, selon un chemin d'outil prédéfini (voir figure 85). Après le passage répété de l'outil sur la tôle, on obtient une pièce déformée de manière relativement homogène, sans copeau et sans perte de matière. Ce procédé ne nécessite pas la fabrication d'outillage spécifique et entraîne un minimum de perte de matière. Le formage incrémental est un procédé alternatif au procédé d'emboutissage, destiné au prototypage rapide, ou aux productions de faible volume.

D'un point de vue de la simulation numérique, les exigences, en termes de maillage et cinématique sont communes à celle du fluotournage puisque faisant partie des procédés de mise en forme incrémentaux. Quant à la préservation des surfaces libres, le procédé de formage incrémental est plus simple à simuler que le fluotournage car les surfaces de la pièce sont globalement planes.



*Figure 85: Procédé de formage incrémental [MCL02]*

Pour la simulation, nous utiliserons un outil sphérique. Alors que dans le procédé réel, l'outil est en rotation sur lui-même, l'outil sera fixe pour la simulation mais en contact glissant avec la pièce. Il sera animé d'un tracé rectangulaire, de plus en plus profond et de plus en plus petit. Il se déplace à une vitesse de 1 mm/s, suivant la cinématique décrite par la figure 87.

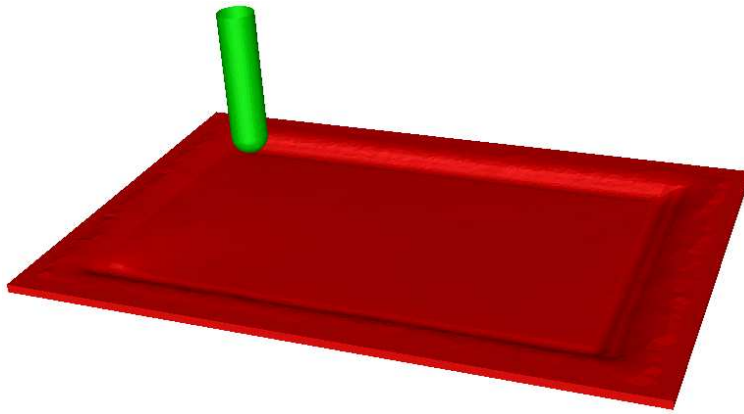


Figure 86: Maillages et formes de l'outil et de la pièce de la simulation numérique du procédé de formage incrémental avec Forge2007®

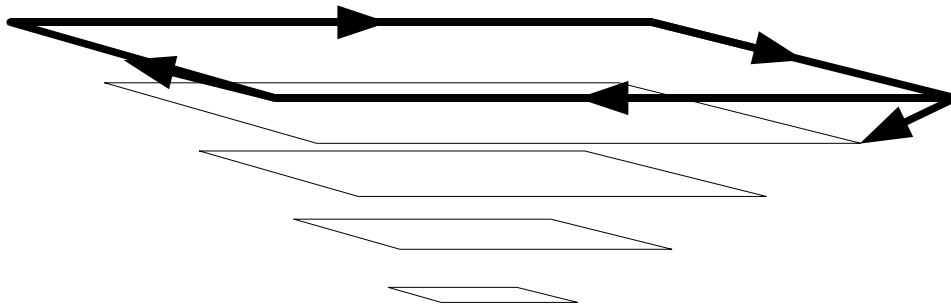


Figure 87: Cinématique d'outil de la simulation numérique du procédé de formage incrémental

### **b) Validation de la formulation ALE**

On a réalisé une même simulation avec 3 formulations différentes: lagrangienne, ALE sans les développements de cette thèse, et ALE incluant les développements de cette thèse. On présente les résultats dans le Tableau 7.

En se concentrant sur les deux dernières colonnes, on constate que les développements présentés dans le précédent chapitre, permettent de respecter correctement les surfaces libres, alors que la formulation ALE non modifiée a clairement tendance à lisser les surfaces. Le maillage est plus dense sur les zones où la surface est courbe et moins dense dans la zone de déformation. En effet, telle que le montre la carte des tailles de mailles optimales représentée sur la quatrième ligne, la répartition des noeuds est davantage régie par l'erreur géométrique que l'erreur de  $Z^2$  dans la formulation modifiée. (On rappelle que l'on pondère l'erreur géométrique avec une valeur de  $a=10$  (équation (132))).

Pour ce qui est des contraintes de Von Mises (dernière ligne), la formulation ALE non modifiée engendre des contraintes qui n'existent pas dans la formulation lagrangienne. La formulation ALE modifiée, au contraire permet de restituer correctement l'état de contraintes. Ces contraintes sont d'origine purement numérique et sont attribuées à la dégradation de la surface libre.

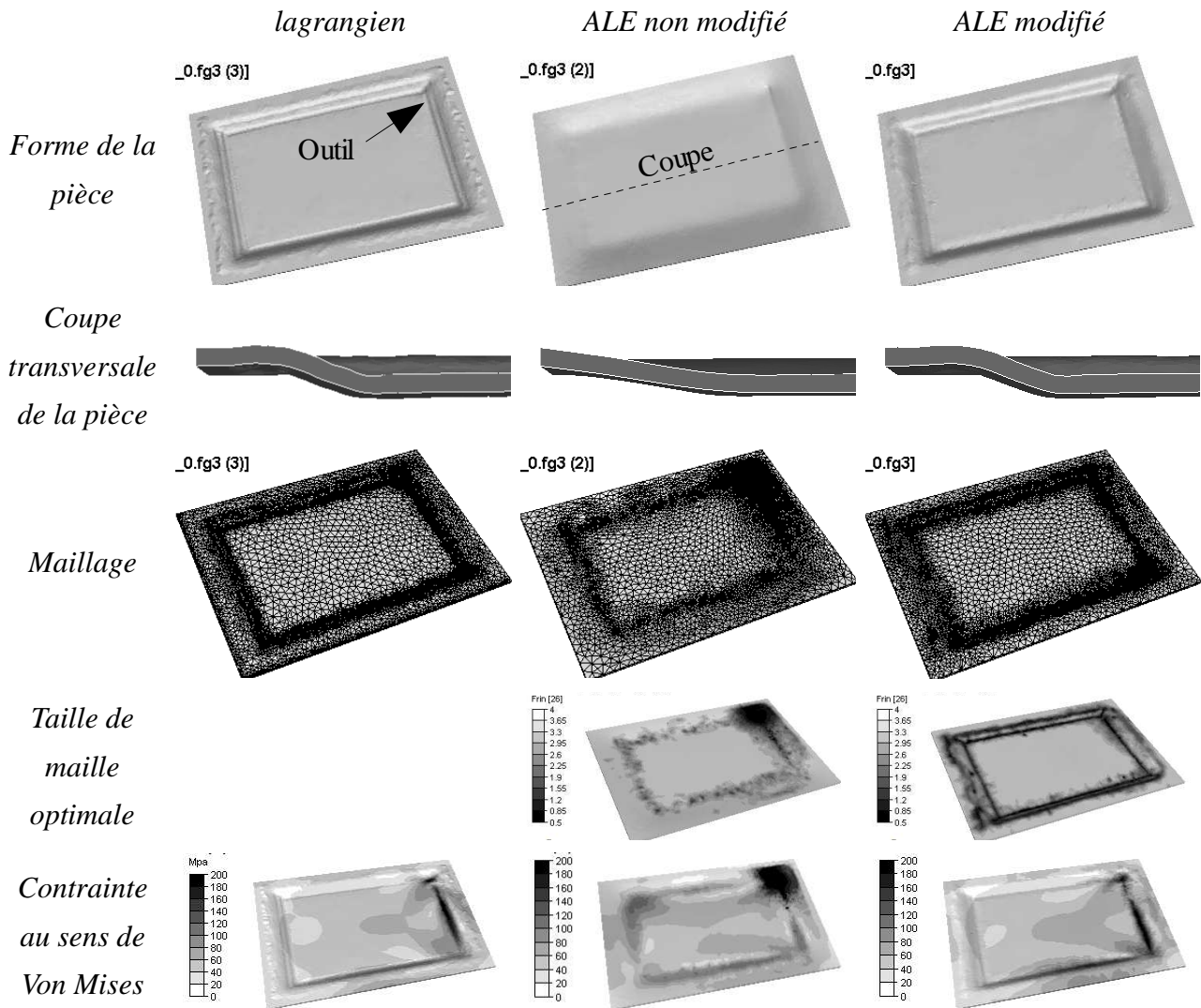


Tableau 7: Comparaison entre les formulations lagrangienne, ALE, et ALE modifiée dans un cas de simulation du formage incrémental, la première case donne l'emplacement de l'outil, valable pour toutes les autres cases. La deuxième case montre le plan de coupe qui permet d'obtenir la deuxième ligne

Les modifications apportées à la formulation ALE permettent de localiser le maillage à la fois, sur les zones en déformation mais aussi sur les surfaces courbes, permettant une discrétisation suffisante. Par ailleurs, la correction quadratique introduite est un développement indispensable pour le respect des surfaces, dans le cas du formage incrémental. La formulation ALE permet d'obtenir des résultats similaires à ceux obtenus avec la formulation lagrangienne, tant pour la

géométrie que pour les champs de contrainte.

#### ***IV.4.2. Fluotournage***

##### **a) Validation de la formulation ALE**

Pour valider la formulation ALE, on utilise un cas de fluotournage initialisé avec la formulation lagrangienne et que l'on poursuit avec les trois formulations: lagrangienne, ALE non modifié et ALE modifiée. Comme pour le procédé de formage incrémental, on présente les résultats en terme de respect des surfaces, maillages et champs de contraintes. On observe les géométries et champs de contraintes et vitesses de déformations après 100 régularisations de maillage (équivalents à 100 incréments).

Comme pour le formage incrémental, on constate que la formulation ALE modifiée restitue correctement la géométrie ainsi que les champs de contraintes et vitesses de déformations.

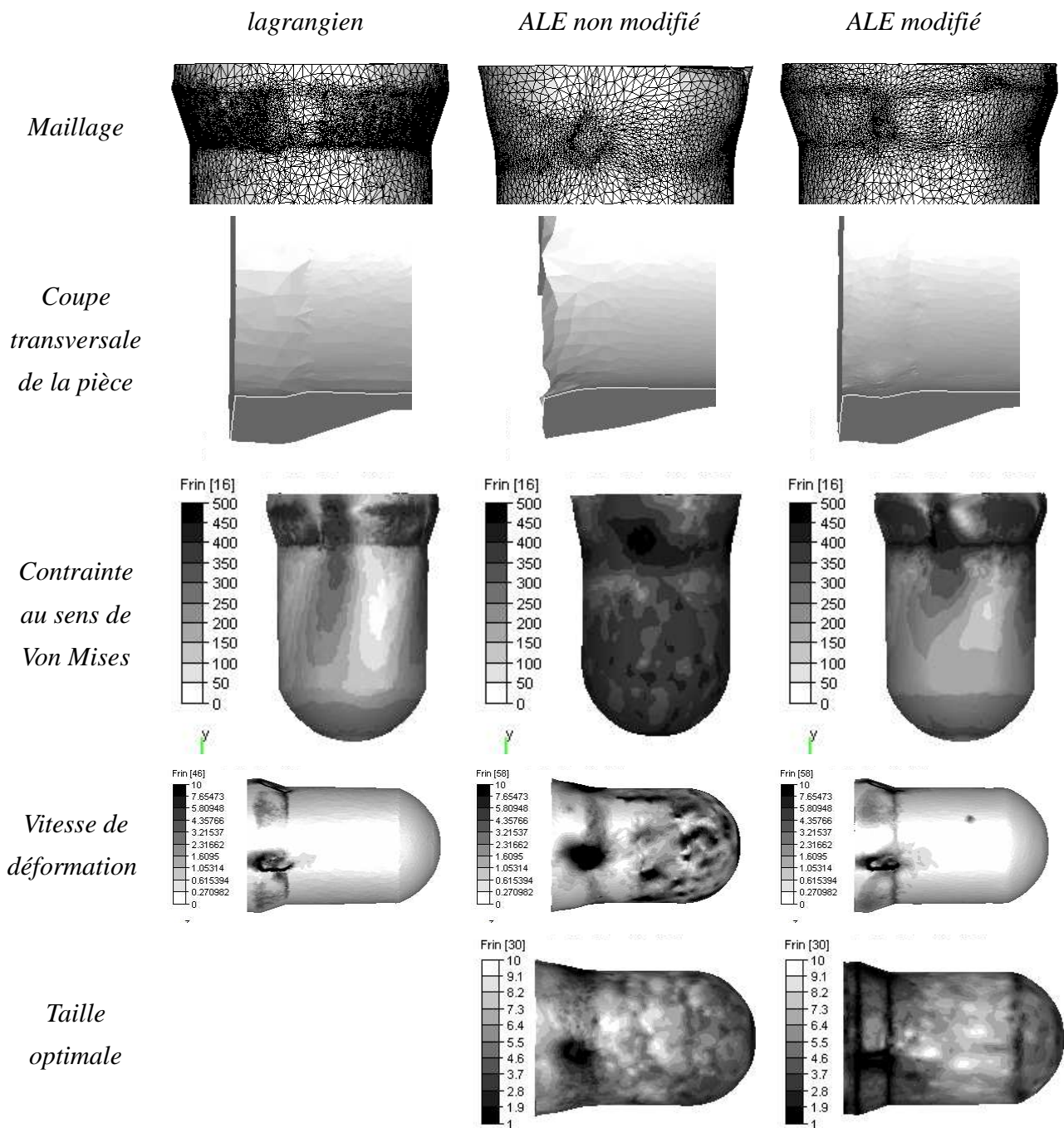


Tableau 8: Comparaison entre les formulations lagrangienne, ALE, et ALE modifiée dans un cas de simulation du fluotournage

La figure qui suit donne une cartographie de la correction apportée par la surface polynomiale (voir figure 88) au cours d'une régularisation. Les valeurs positives sont des corrections convexes et les valeurs négatives sont des corrections concaves. On constate que les valeurs, au cours d'une seule régularisation atteignent plus de 0.02 mm soit, environ 1% de l'épaisseur de la pièce. Cette valeur est également l'erreur que l'on fait si on n'utilise pas d'interpolation corrective. Elle est

d'ailleurs cumulée à chaque incrément tout au long du procédé.

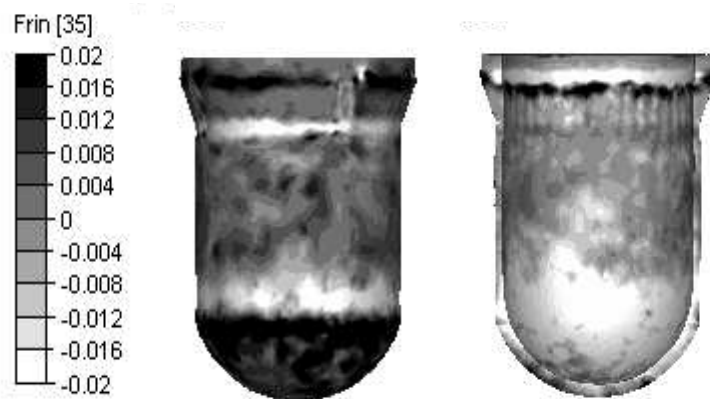


Figure 88: Correction apportée par la surface polynomiale au cours d'une régularisation, (paroi externe à gauche, paroi interne à droite)

Si on regarde plus en détail les variations de volume (figure 89), on constate que la pièce a tendance à perdre du volume avec l'utilisation de la formulation ALE initiale. L'utilisation de l'erreur géométrique couplée à l'erreur de  $Z^2$  permet de réduire nettement la variation de volume. La correction par surface polynomiale permet de ramener quasiment à zéro la variation de volume utilisée avec ou sans l'erreur géométrique.

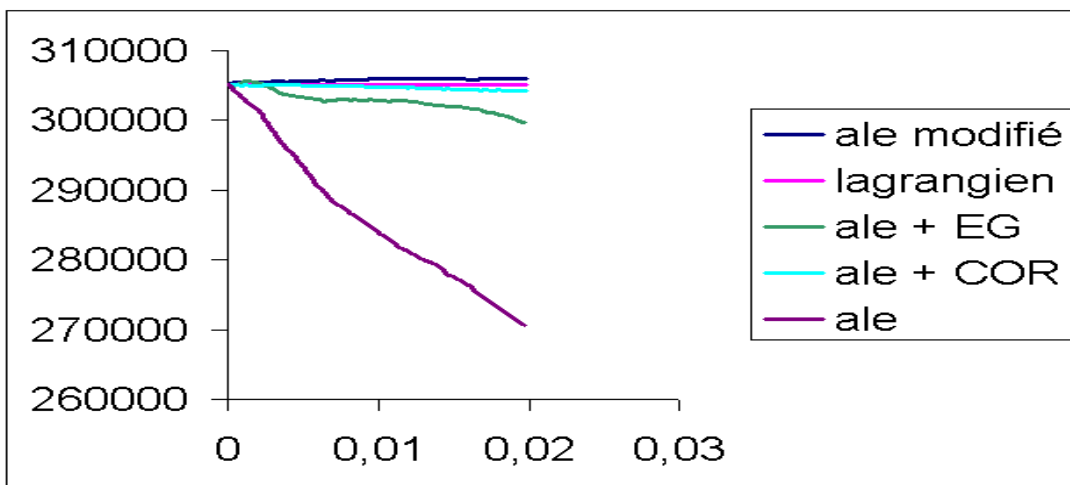


Figure 89: Evolution du volume sur quelques incréments de la simulation du flutournage avec les formulations lagrangienne, ALE initiale, ALE modifiée, ALE avec l'erreur géométrique (ALE+EG) (mais pas la correction surfacique), ALE avec la correction surfacique (ALE+COR) (mais pas l'erreur géométrique)

#### IV.4.3. Intérêt de la formulation ALE

##### a) Précision et temps de calcul

On a montré dans la section précédente que la formulation ALE modifiée permet d'obtenir des résultats similaires à ceux obtenus avec la formulation lagrangienne. On souhaite maintenant montrer de quelle manière la formulation ALE est plus intéressante que la formulation lagrangienne dans le cas des procédés de mise en forme incrémentaux.

La formulation ALE permet de localiser parfaitement le maillage grâce à la régularisation et les estimateurs d'erreur utilisés. Pour obtenir un résultat similaire avec la même précision avec une formulation lagrangienne, on peut imaginer plusieurs solutions. On peut mailler finement une zone suffisamment grande en prévision du passage de l'outil et ne pas remailler tant que l'outil est dans cette zone. Cette solution est très coûteuse en temps de calculs du fait du nombre très important de noeuds. Une alternative à cela, toujours, pour une même précision, serait de faire un remaillage adaptatif à chaque incrément. Or, le coût du remaillage est supérieur au coût de la régularisation ALE.

On propose alors de comparer les temps de calculs de deux cas de simulation du fluotournage, avec la formulation ALE modifiée et avec une formulation lagrangienne où on vise une précision semblable (même taille d'éléments dans la zone sous l'outil) en effectuant des remaillages réguliers. On constate sur la figure 90 que, dans le cas du fluotournage, la formulation ALE modifiée n'apporte pas d'amélioration notable du temps de calcul.

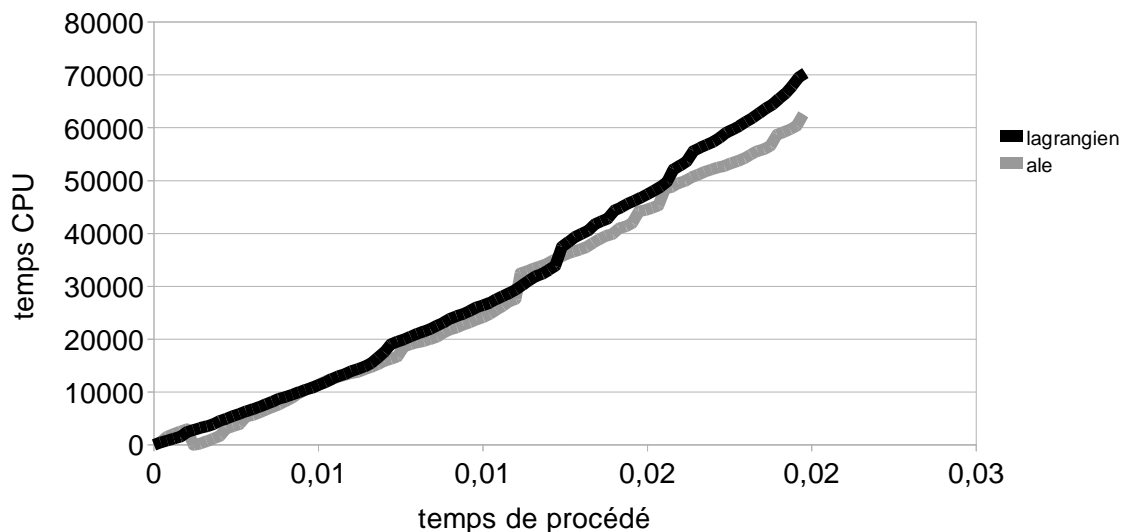


Figure 90: Temps de simulation du fluotournage avec la formulation ALE et la formulation lagrangienne



En pratique, lorsque l'on utilise une formulation lagrangienne, on ne vise pas une précision si grande, on fait des remaillages fréquents mais pas systématiques et surtout le maillage n'est pas aussi fin que les estimateurs de  $Z^2$  et géométrique pourraient le préconiser. En d'autres termes, dans notre étude, la formulation ALE apporte plus un gain de précision qu'un gain de temps vis à vis de la formulation lagrangienne.

En réalité, la formulation lagrangienne du code Forge a bénéficié d'une optimisation mathématique du temps de calcul. De manière optimiste, on peut s'attendre à ce que les temps de régularisation soient optimisés également afin de concurrencer la méthode lagrangienne.

Par ailleurs, les deux formulations ont été comparées, sur une courte période du temps de procédé. Il aurait pu être profitable à la formulation ALE de les comparer sur une passe complète de fluotournage. Cependant, la formulation ALE n'est pour le moment pas disponible pour le calcul multi-processeurs, et donc une passe complète peut s'avérer très longue.

### **b)Qualités du maillage**

Outre la localisation des éléments sous la zone de contact, la régularisation du maillage à base de barycentrage de la formulation ALE permet d'améliorer nettement la forme des éléments et de diminuer les gradients de taille de mailles. En effet, sur la figure 91, on voit bien sur les deux figures du bas que le gradient de taille de maille est plus important dans la zone proche du contact. Diminuer les gradients de taille de maille améliore la qualité des éléments et la stabilité du calcul.

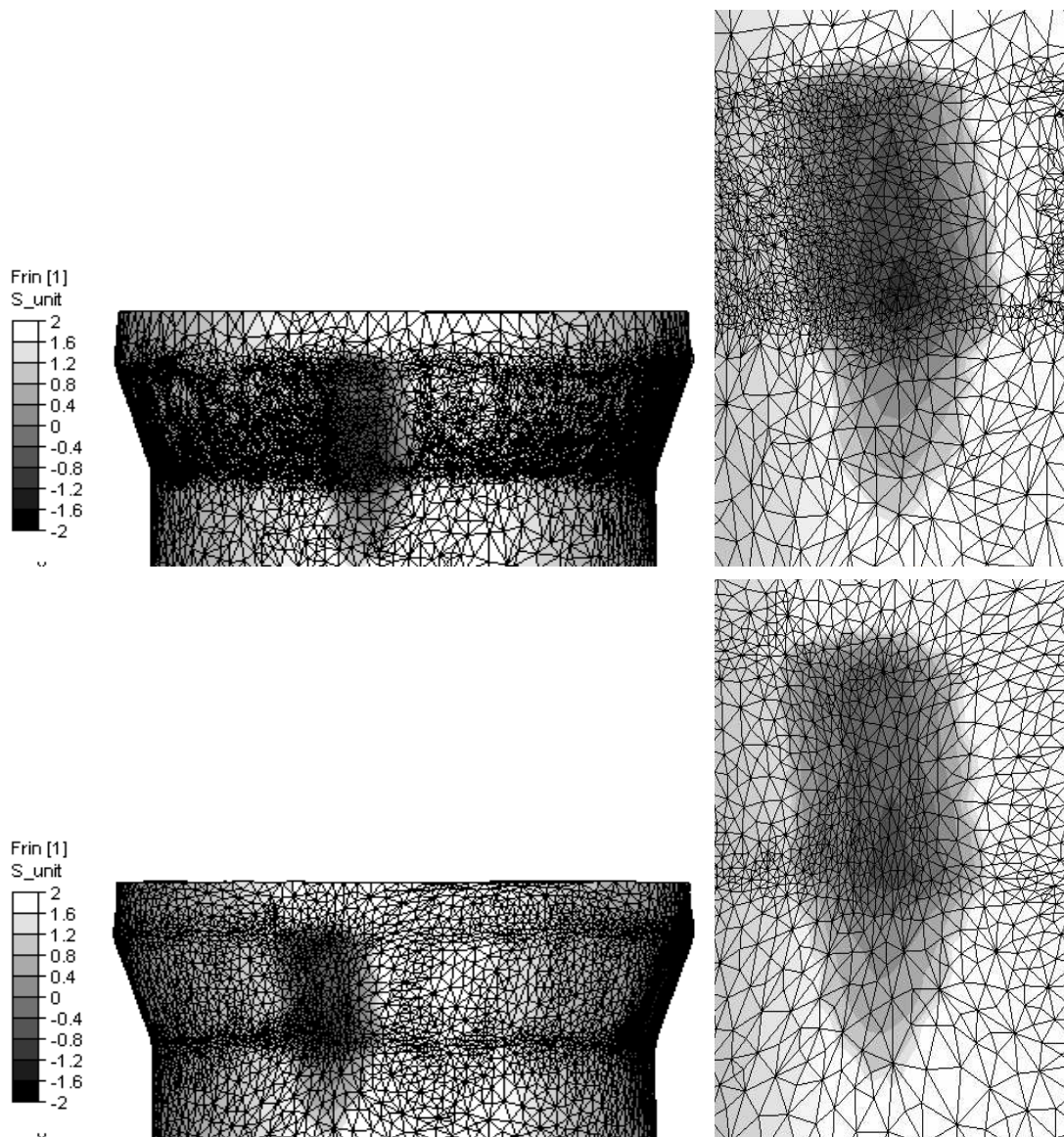


Figure 91: Maillages de la zone de contact lagrangien au dessus et ALE en bas

On constate avec la figure 91 que le maillage est beaucoup moins dense avec la formulation ALE modifiée qu'avec la formulation lagrangienne. Le remaillage qui est opéré dans la formulation lagrangienne a tendance à augmenter le nombre de noeuds afin de respecter la surface du lopin qui se complexifie au cours de la déformation, alors que dans la formulation ALE modifiée, le nombre de noeuds n'évolue pas au cours des régularisations. La régularisation optimise un nombre donné de noeuds afin de minimiser les erreurs considérées. Il y a une conséquence à cela: la formulation ALE a tendance à lisser les surfaces, même si les algorithmes développés dans cette thèse permettent de conserver les volumes. On peut voir ce lissage sur la coupe transversale de la pièce où le bourrelet de matière est angulaire en lagrangien et arrondi en ALE (Tableau 8).

#### IV.5. Conclusion

Les procédés de mise en forme incrémentaux ont pour caractéristique principale, une déformation très locale et qui parcourt la pièce sur une grande distance. La principale difficulté numérique de cette famille de procédés est sans doute la gestion du maillage. Celui-ci doit être suffisamment fin localement là où la déformation a lieu, du fait de la complexité des champs de contraintes et vitesse de déformation et il doit être capable de suivre l'outil qui se déplace de manière tangentielle à la surface tout au long du procédé. Dans ce sens, la formulation ALE permet une certaine mobilité du maillage.

A partir d'une formulation ALE de type découplée, développée pour le soudage par malaxage, on a développé des algorithmes complémentaires dédiés aux procédés de mise en forme incrémentaux. La régularisation du maillage, qui est la deuxième étape après le pas lagrangien, est opérée de telle sorte que l'on concentre les noeuds sous l'outil au moyen d'un estimateur d'erreur de Zienkiewicz-Zhu. La nécessité de conserver correctement les surfaces libres nous a poussés à développer un deuxième estimateur d'erreur liée à la courbure géométrique des surfaces et qui utilise notamment les normales consistantes au nœud. Cet estimateur d'erreur est couplé à l'estimateur de  $Z^2$ . Par ailleurs, une fonction d'interpolation des surfaces libres a été développée et a permis une excellente conservation du volume lors du mouvement des noeuds en surface à chaque incrément. La fonction d'interpolation utilise également les normales consistantes aux noeuds et est calculée sur un élément seulement. Cette caractéristique est essentielle dans la perspective d'une parallélisation du code ALE.

Le code développé a été testé sur le formage incrémental ainsi que sur le fluotournage, tous deux sont des procédés de mise en forme incrémentaux. Les résultats valident la formulation ALE développée dans ce travail par rapport aux résultats issus de la formulation lagrangienne en termes de respect des surfaces, du volume et des champs de contrainte et vitesse de déformation.

Par rapport à la formulation lagrangienne, le gain de temps n'est pas un argument majeur pour le choix de l'ALE, on cherchera surtout un gain de précision et une amélioration des conditions de calcul: qualité des éléments et gradient de taille de maille.

D'une manière générale, diminuer les temps de calcul des simulations de procédés de mise en forme incrémentaux est un objectif difficile à atteindre. En effet, le nombre d'incrément est dicté par la taille des éléments et le déplacement tangentiel de l'outil. Le nombre d'incrément est d'autant plus important que les éléments sont petits, que la circonférence de la pièce est grande et que l'avance par tour est petite. L'utilisation d'un code parallèle sur une architecture parallèle permet de diminuer le coût d'un incrément mais pas le nombre d'incrément, car il va répartir les noeuds sur plusieurs processeurs. Cependant, étant donné le coût de la communication entre les processeurs, le gain de temps est de moins en moins intéressant au fur et à mesure que l'on augmente le nombre de processeurs. Dans le cas d'une simulation du fluotournage, on optimise le nombre de processeurs à une dizaine. Au delà, le gain de temps est quasi-nul.

Une perspective permettant un gain de temps serait de simuler une partie seulement de la pièce avec l'utilisation de conditions périodiques [POP05] si les outils présentent une symétrie axiale, et ceci éventuellement couplé à la formulation ALE.

Les développements présentés ici peuvent être utilisés pour la simulation d'autres procédés. Ils sont, comme on l'a constaté, indispensables pour la simulation des procédés de mise en forme incrémentaux, mais ils sont généralisables à tout procédé générant des surfaces libres étendues et complexes.



## V. Modélisation de l'étape de traitement thermique du tantale fluotourné

### V.1. Introduction

Dans la continuité de ce qui a été fait pour la modélisation de la déformation à froid du tantale, on cherche à mettre en place des modèles dépendant de la densité de dislocations qui représentent les mécanismes en jeu lors de traitements thermiques. La commodité de l'utilisation de la densité de dislocations comme variable de référence vient du fait que celle-ci représente l'énergie stockée dans le matériau lors de sa déformation [HIR82] et que cette énergie  $E$  est le moteur des différentes transformations qui ont lieu lors d'un traitement thermique.

$$E = \frac{Gb^2}{2} \rho \quad (144)$$

Avec  $G$  le module de cisaillement et  $b$  le vecteur de Burgers.

Deux volets principaux sont abordés dans ce chapitre: la restauration statique du tantale pour laquelle on propose un modèle, puis une étude qualitative de la recristallisation.

La restauration, tout comme la recristallisation, amène à un adoucissement du matériau. La restauration a en général une cinétique plus lente que la recristallisation mais intervient à des températures plus faibles. Elle correspond à un mécanisme continu et homogène, contrairement à la recristallisation qui se traduit par des phénomènes de germination et croissance, déclenchée suivant des valeurs critiques de la température, du temps et de l'énergie stockée. Les deux mécanismes sont en compétition autour de la réduction de l'énergie stockée sous forme de dislocations lors de la déformation plastique.

Plus la montée en température est longue plus le mécanisme de restauration a le temps de se produire et plus la recristallisation est tardive, ceci illustrant la compétition entre les deux mécanismes. En outre, la tendance forte du tantale à réagir avec les éléments atmosphériques contraint à réaliser des traitements thermiques sous vide secondaire, ce qui implique des vitesses de montée en température très faibles (quelques dizaines de degrés par minute). Le matériau est alors chauffé à des températures trop faibles pour recristalliser spontanément mais suffisamment longtemps pour restaurer. Beckenhauer [BEC93] a montré la forte influence du temps de montée en température sur la température critique de recristallisation du tantale. Les cinétiques de restauration du tantale apparaissent donc comme essentielles dans son mécanisme d'adoucissement [STU02].

Un modèle de restauration est proposé dans un premier temps à partir de mesures de microduretés. Afin de comprendre en détail les mécanismes liés à la recristallisation, on utilise

ensuite des analyses EBSD au cours de traitements thermiques in situ au moyen d'une platine chauffante intégrée à un MEB. Il s'agit, entre autres, de comprendre comment la germination apparaît, et d'observer et caractériser si possible la compétition entre la recristallisation et la restauration. Ces mesures permettent notamment de faire le lien entre densité de dislocations et déclenchement de la recristallisation dans l'optique d'alimenter un modèle complet de recristallisation prédisant la fraction recristallisée et la taille des grains.

Dans ce contexte, nous proposons une méthode innovante de mesure de la fraction recristallisée qui prend en compte la compétition de la restauration avec la recristallisation. Contrairement à l'étude sur platine chauffante, ces mesures sont réalisées sur des échantillons pour lesquels l'état de déformation est connu et homogène. Ces échantillons ont des dimensions trop petites qu'ils puissent être analysés avec la platine chauffante.

## **V.2. Mécanisme de restauration: mesure et modèle**

La restauration est un phénomène thermiquement activé où les dislocations se réarrangent dans le but de diminuer l'énergie stockée. Une partie des dislocations s'annihilent, une autre partie se rassemble pour former des parois de dislocations qui peuvent engendrer des sous-joints de grains, c'est la polygonisation de la structure. Globalement, on observe une diminution de l'énergie stockée, c'est à dire une diminution de la densité de dislocation moyenne. Modéliser la restauration nécessite un modèle, et sa calibration passe par une mesure de l'énergie stockée au cours des traitements thermiques en faisant varier le temps et la température. D'un point de vue expérimental, mesurer la densité et la distribution des dislocations au sein d'un grain n'est pas trivial.

Dans ce travail, nous choisissons de calibrer une loi de restauration simple au moyen de mesures de microdureté. Cette technique a déjà été utilisée pour modéliser la restauration. Par exemple, Stüwe [STU02] et Kalu [KAL07] ont proposé un modèle de recristallisation incluant la compétition entre recristallisation et restauration. Ce modèle est directement dépendant de la dureté du matériau, qui est donc supposée connue. Dans une démarche de modélisation, cette donnée est cependant difficile à prédire.

Dans notre étude, nous étudions la restauration en utilisant la relation HDD (Hardness Dislocation Density) définie dans le premier chapitre de cette thèse. Cette relation relie la microdureté à la densité de dislocations totale. Ceci autorise la modélisation de la restauration en fonction de la densité de dislocations.

### **V.2.1. Les modèles de restauration de la littérature**

Humphreys [HUM04] a réalisé une revue bibliographique très complète et détaillée sur les modèles cinétiques qui ont été proposés jusqu'ici. Les stratégies de modélisation sont de deux types. Le premier est un modèle empirique où on ne considère l'évolution que d'un seul paramètre. Deux

types de cinétique sont généralement utilisées:

$$\frac{dX_R}{dt} = -\frac{\lambda}{t} \quad (145)$$

$$\frac{dX_R}{dt} = -\lambda X_R^m \quad (146)$$

Le paramètre  $X_R$  est défini par la méthode d'analyse utilisée: il sera la dureté si on utilise l'indentation, la contrainte d'écoulement s'il s'agit d'essais mécaniques, l'énergie si on utilise la DSC, etc.  $\lambda$  est un coefficient caractérisant la cinétique de restauration du matériau.

La deuxième stratégie, plus physique, vise à modéliser l'annihilation et le réarrangement en sous-joints de grain des dislocations. Le mécanisme d'annihilation peut être contrôlé par montée ou par glissement mécaniquement et thermiquement activé des dislocations. Dans le premier cas, une équation équivalente à la cinétique de la relation (146) avec  $m = 2$  est considérée:

$$\frac{d\rho}{dt} = -\lambda\rho^2 \quad (147)$$

Avec  $\rho$  la densité de dislocations.

Enfin, si le mécanisme d'annihilation est contrôlé par glissement thermiquement et mécaniquement activé des dislocations, certains auteurs [KUH50] [COT50] [FRI64] [NES95] [VER96] [VER99] préconisent l'utilisation d'une énergie d'activation  $Q$  qui dépend de la contrainte d'écoulement  $\sigma$ :

$$\frac{d\sigma}{dt} = -\lambda \exp\left(\frac{-Q(\sigma)}{kT}\right) \quad (148)$$

Avec  $k$  la constante de Boltzmann.

### V.2.2. *Modèle proposé pour le tantale*

Pour le tantale, on propose de décrire la restauration statique en s'inspirant de l'équation (147), que l'on complète avec un terme d'activation énergétique utilisant une énergie d'activation  $Q$  constante:

$$\frac{d\rho}{dt} = -\lambda(\rho - \rho_\infty)^2 \exp\left(\frac{-Q}{kT}\right). \quad (149)$$



Ce modèle permet une meilleure représentativité des résultats expérimentaux pour le tantale, meilleure que les différents modèles existants dans la littérature. Suivant (149), la densité de dislocations décroît vers une valeur de saturation  $\rho_{\infty}$ . Le paramètre  $\lambda$  est défini en  $s^{-1}$ , puisque la densité de dislocations est une variable relative, donc sans dimension. En effet, nous considérons ici la même définition de la densité de dislocations que celle utilisée au chapitre II pour définir une loi de comportement, c'est-à-dire une densité de dislocations relative à une densité de dislocations de référence.

$$\frac{\rho_{réel}}{\rho_{0réel}} = \rho, \quad (150)$$

où  $\rho_{0réel}$  est la densité de dislocations réelle de l'état de référence, choisi ici comme étant l'état recristallisé du matériau. Ce choix définit donc une densité de dislocations  $\rho$  telle que  $\rho \geq 1$ .

Le modèle cinétique que l'on propose présente l'avantage d'être simple, et de contenir un nombre raisonnable de paramètres.

### V.2.3. Identification expérimentale des paramètres du modèle de restauration du tantale

On utilise la relation HDD établie au chapitre 1 et qui relie la mesure de micro-dureté du tantale et sa densité de dislocations. L'objectif est d'identifier la loi de restauration statique (149) dont les 3 paramètres à identifier sont:  $\rho_{\infty}$ ,  $Q$  et  $\lambda$ . Nous utilisons des cylindres de tantale ( $H = 11mm$ ,  $D = 7mm$ ) qui ont subi préalablement des essais de compression selon 4 vitesses de sollicitations différentes, et à des taux de réduction de 54%. Les déformations des échantillons sont hétérogènes et atteignent 80% sur les zones les plus déformées (d'après les simulations éléments finis qui y sont associées). Chaque échantillon est coupé en deux suivant une section longitudinale, ce qui fournit un total de 8 échantillons qui subissent ensuite un traitement thermique décrit dans le Tableau 9. Tous ces traitements comportent un palier de 45 minutes à une température cible. Les températures, temps et vitesses de traitement sont choisis de telle sorte que la matière ne subisse que de la restauration (pas de transformations morphologiques observées, donc pas de germination-croissance).

Test	Vitesse de compression (mm/s)	Température cible (en °C)	Vitesse de chauffe (en °C par min)
1	0.01	600	20
2	0.01	600	10
3	0.1	600	20
4	0.1	600	10
5	1	800	20
6	1	800	10
7	10	800	20
8	10	800	10

Tableau 9: Conditions de traitement thermique de restauration des échantillons de compression (taux de réduction de 54%) de tantale

Après avoir préparé les surfaces par polissage mécanique (progressif jusqu'à un papier 4000 grains /mm<sup>2</sup> lubrifié au savon liquide, environ deux minutes par papier), on effectue des mesures de dureté pour caractériser les 8 échantillons déformés et thermiquement restaurés. De la même manière que la relation HDD a été validée avec des mesures de microdureté dans le premier chapitre, et étant donné le caractère hétérogène des déformations, on quadrille l'échantillon sur sa coupe longitudinale (figure 92) par des mesures utilisant une charge  $P$  de 3 Newtons. Ces mesures sont espacées de 250 microns. Ceci induit environ 800 points de mesure par échantillon.

A partir des mesures de microdureté, on établit la cartographie des densités de dislocations en utilisant la relation HDD. Les densités de dislocations « expérimentales » ainsi obtenues sont appelées  $\rho_{\text{exp}TT}$ .

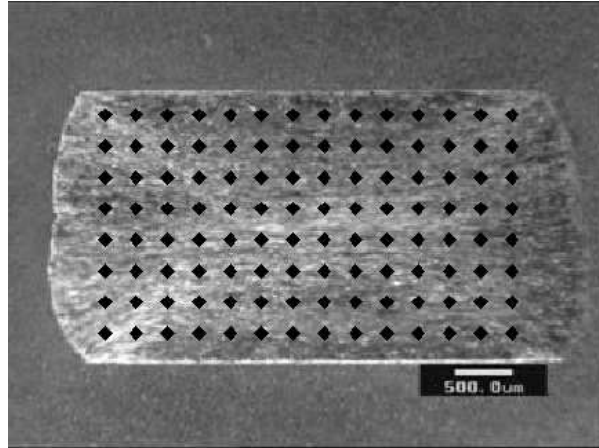


Figure 92: Pion de compression de tantale coupé en deux quadrillé par des mesures de microdureté

Le modèle de restauration (149) est appliqué aux pièces non traitées thermiquement, où les densités de dislocation issues de la déformation plastique sont notées  $\rho_{exp}$ . Le résultat du calcul donne une valeur numérique de la densité de dislocations du matériau après traitement thermique, en chaque point de mesure. On note cette donnée numérique  $\rho_{modelTT}$ .

L'écart entre la densité de dislocations  $\rho_{expTT}$  et la densité de dislocations modélisée  $\rho_{modelTT}$  est calculé point par point grâce à l'équation (8). L'erreur totale inclut toutes les mesures faites sur les 8 pièces décrites au Tableau 9 (8 fois 800 mesures).

$$err\_total = \frac{\sum_{8parts \times 800points} (\rho_{expTT} - \rho_{modelTT})^2}{8parts \times 800points} \quad (151)$$

En utilisant une méthode itérative (méthode Newton Raphson disponible dans le solveur Excel), l'erreur est minimisée, et on obtient une estimation des valeurs des paramètres du modèle de restauration  $\rho_{\infty}$ ,  $Q$  et  $\lambda$  (Tableau 10)

$\rho_{\infty}$	$Q$	$\lambda$
2,6 (sans unité)	$1,27 \cdot 10^{-19} J$ (0.79 eV)	$20.7 s^{-1}$

Tableau 10: Paramètres du modèle de restauration

Du fait de la grande quantité de points de mesure considérés, la précision de la détermination des paramètres par voie expérimentale est présentée sous forme d'une fonction de densité de probabilité. Le paramètre de cette courbe est une erreur relative calculée pour chaque point expérimental :

$$err = \frac{\rho_{expTT} - \rho_{modelTT}}{\rho_{expTT}} \quad (152)$$

On écrit alors une fonction de densité de probabilité relative à cette erreur (figure 93):

$$f(x) = \frac{d}{dx}(P(err > x)) \quad (153)$$

Où P est la probabilité, sur la totalité des données expérimentales que l'erreur soit supérieure à x.

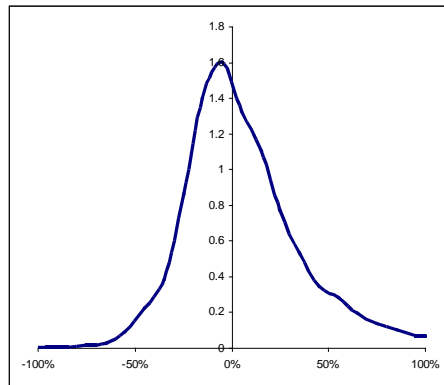


Figure 93: Fonction de densité de probabilité de l'erreur (144)

On trace également la probabilité, sur la totalité des données expérimentales, que l'erreur soit comprise entre les erreurs -x et x (figure 94). On obtient une courbe donnant un indice de confiance en fonction de l'erreur. On note que cette probabilité est très proche de la fonction P utilisée pour générer la fonction de densité ci-dessus. La seule différence est que la fonction P considère les erreurs négatives et positives.

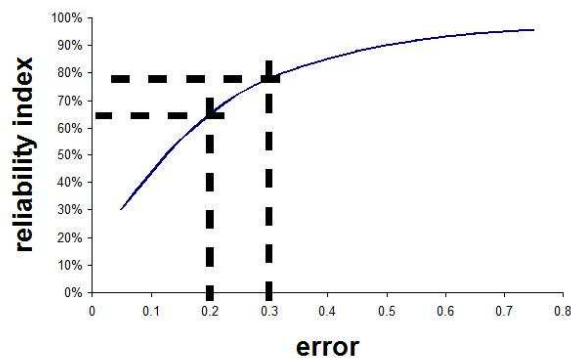


Figure 94: Courbe d'indice de confiance

La courbe de la figure 94 permet de qualifier la confiance que l'on peut donner au modèle pour une erreur donnée. Par exemple, sur 78% des données expérimentales, le modèle permet de représenter les mécanismes de restauration qui ont lieu dans les pièces déformées et traitées thermiquement avec une erreur plus petite que 30%. Ou encore, sur 65% des données expérimentales, le modèle représente bien la restauration avec une erreur inférieure à 20%.

#### V.2.4. Analyse du modèle de restauration

Le modèle de restauration du tantale que l'on propose a été paramétré avec une grande quantité de mesures Vickers réalisées sur des pièces de tantale déformées et restaurées et au moyen de la relation HDD, liant la micro-dureté du matériau et sa densité de dislocations.

Il est intéressant de comparer la valeur du terme d'activation énergétique ( $0.79eV$ ) du modèle de restauration avec la valeur du terme d'activation énergétique d'auto-diffusion ( $2.3eV$  [HER96]). Cette différence montre que la restauration se met en place facilement et est probablement en forte compétition avec la recristallisation quand les températures le permettent.

La méthode utilisée ne permet toutefois pas d'appréhender plus précisément les mécanismes en jeu lors de la restauration du tantale.

La grande quantité de points expérimentaux a permis de réaliser une analyse statistique de l'erreur de modélisation de la restauration. La figure 93 montre une légère dissymétrie de la courbe d'erreur, mais globalement on est proche d'une distribution Gaussienne. La courbe de l'indice de confiance en fonction de l'erreur montre que le modèle parvient à rendre compte d'une fraction significative des données expérimentales. La dispersion de ces données peut être attribuée aux incertitudes de mesure de la microdureté (incluant la variabilité de densité de dislocations d'un grain à l'autre), aux conditions de traitements thermiques (oxydation, gradient de température) ou encore à la préparation des échantillons (polissage). Par ailleurs, l'utilisation d'échantillons de compression est très intéressante car la déformation est grande et hétérogène, mais cette hétérogénéité varie

significativement en fonction des conditions de frottement de l'outil. Il est donc probable que ce soit là le facteur dominant qui limite la reproductibilité des essais d'un échantillon à l'autre, et donc la précision de la loi de restauration.

Grâce au modèle de restauration proposé, on estime les cinétiques d'adoucissement au cours d'un traitement thermique, et en particulier au cours de la montée en température. Ceci permet d'évaluer les densités de dislocations qui subsistent aux plus hautes températures, et qui peuvent éventuellement alimenter des phénomènes de recristallisation.

### ***V.2.5. Application du modèle de restauration statique aux pièces en tantale fluotournées***

On considère les densités de dislocations induites au cours du fluotournage, et prédites par le modèle éléments finis couplé à la loi de comportement décrite au chapitre II.

On réalise une passe de fluotournage sur un matériau dont la densité de dislocations initiale vaut 1 (état recristallisé). On compare deux cas qui diffèrent par leur taux de réduction. Le premier subit une réduction dite « forte » (67%) et le second une réduction dite « faible » (59%). Le modèle de comportement du tantale permet de calculer la densité de dislocations résultant de la déformation. Ces données alimentent en entrée le modèle de restauration. On procède à un traitement thermique de 45 minutes avec une pente de chauffe de 30°C/min et des températures cibles de 600°C, 800°C et 1000°C.

La figure 95 montre les coupes des pièces fluotournées et restaurées selon le modèle d'évolution de la densité de dislocations en déformation d'une part et du modèle de restauration d'autre part. Les figures sur la gauche correspondent au cas où la réduction est forte et la colonne de droite correspond à la réduction faible. La première ligne est l'état brut de fluotournage et les trois lignes suivantes sont les cartographies de densité de dislocations suite aux différents traitements thermiques de restauration. Comme prévu le traitement thermique diminue la densité de dislocations du matériau. On constate que le modèle prédit un adoucissement d'autant plus important que la densité de dislocations est grande et un adoucissement quasiment complet avec un traitement de 800°C. Compte tenu des niveaux d'érouissage, on s'attend toutefois à des phénomènes de recristallisation pour des températures comprises entre 800°C et 1000°C. Les valeurs prédites ici, qui ne considèrent que la restauration, ne sont donc pas toujours réalistes (d'autant que le modèle n'a été calibré que jusqu'à 800°C)

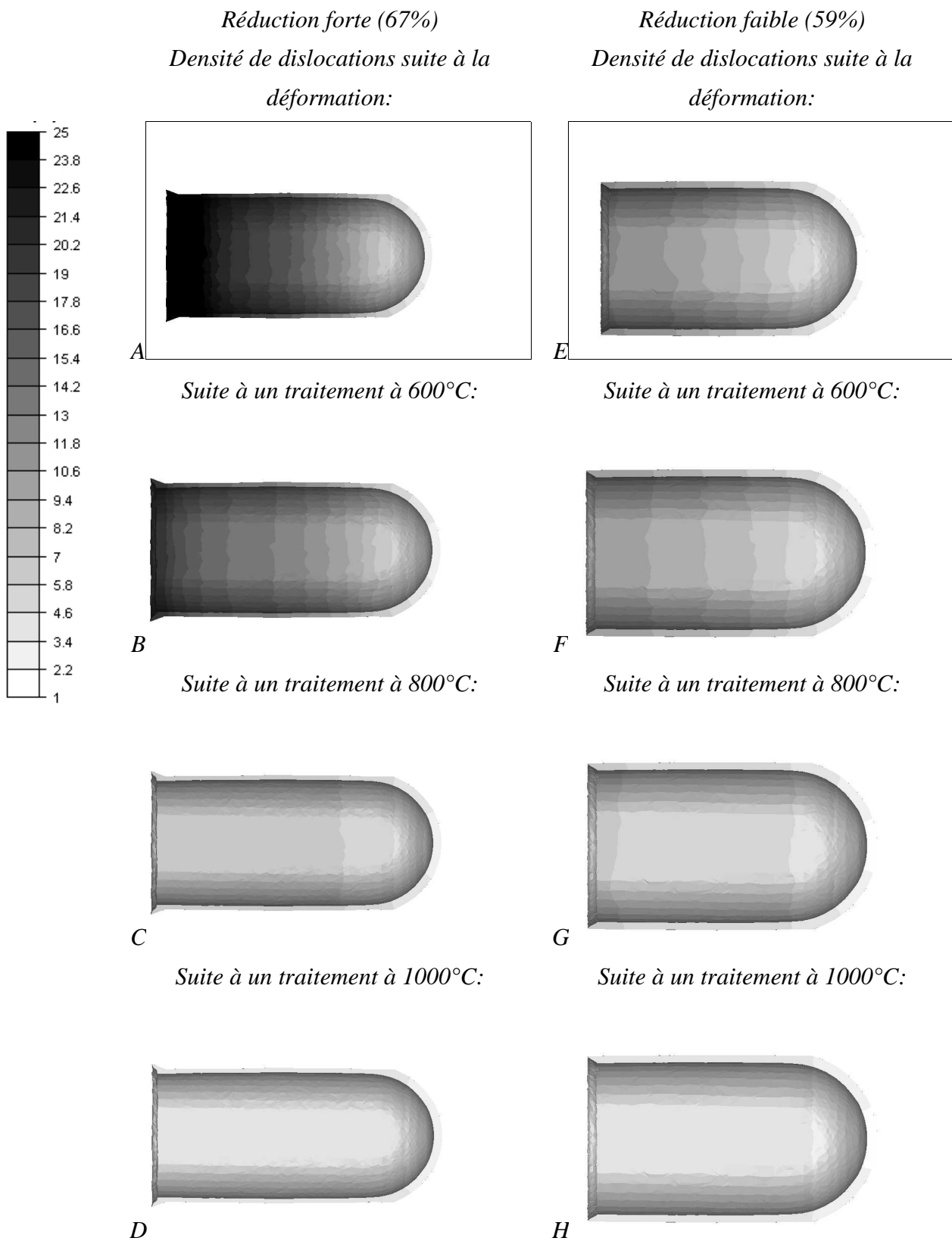


Figure 95: Densités de dislocations prédites avant (A et E) et après traitement thermique (B, C; D, F, G et H), sur pièces fluotournées.

### V.3. Mécanismes de recristallisation et de croissance de grain

Des observations in-situ de la microstructure au cours de traitements thermiques nous ont permis de comprendre certains des mécanismes liés à la recristallisation dans le tantale. Une platine chauffante, montée au sein d'un MEB, permet de réaliser des traitements thermiques rapides dans l'enceinte sous vide du MEB, couplés à une analyse EBSD. Le montage permet de réaliser, sur des échantillons de tantale déformés, des traitements thermiques jusqu'à 1200°C, pour des durées comprises entre quelques secondes et quelques minutes. Le système de chauffage par effet Joule génère des montées en températures très rapides, de l'ordre d'une dizaine de secondes. Ces cinétiques ne sont pas compatibles avec des mécanismes de restauration. Ce dispositif expérimental permet donc de discriminer restauration et recristallisation.

On dispose pour cette étude des échantillons de tantale déformés qui ont servi à identifier son comportement rhéologique : d'une part des échantillons de compression dont la déformation est très grande mais hétérogène, d'autre part, des échantillons de torsion de déformation plus homogène mais relativement faible. On prélève sur ces éprouvettes des lames minces de tantale d'une épaisseur d'environ 500 microns et de quelques millimètres carré de surface, qui sont ensuite soudées sur un ruban de tantale chauffé par effet Joule, pièce constitutive de la platine chauffante.

Étant donné l'hétérogénéité importante de déformation dans les échantillons de compression, on cherche avec ces expériences à identifier les mécanismes en jeu sans pour autant vouloir les quantifier de manière précise. Dans un second temps, les échantillons de torsion, faiblement déformés mais plus homogènes, feront l'objet d'une étude quantitative dans laquelle on comparera des mesures de fraction recristallisée obtenues au moyen d'analyses EBSD et de micro-indentation.

#### V.3.1. Recristallisation du tantale par platine chauffante

Les expérimentations d'observation in situ de la recristallisation qui suivent sont analysées sur la base de la bibliographie qui est présentée au début de ce manuscrit de thèse, c'est à dire dans la partie état de l'art du tantale.

#### a) Expérimentation

##### i. Préparation de la surface

On prépare les échantillons de tantale issus des pions de compression selon le protocole suivant:

- polissage mécanique progressif jusqu'à un papier 4000 grains /mm<sup>2</sup> lubrifié au savon liquide, environ deux minutes par papier
- polisseuse vibrante avec alumine 0,02 µ sur drap Buehler Microcloth pendant 15 heures
- OPS sur polisseuse classique pendant 2 min 30



- attaque de quelques minutes au coton imbibé de  $\frac{3}{4}$  HNO<sub>3</sub> +  $\frac{1}{4}$  HF

*ii . Traitement thermique sur platine chauffante et analyse EBSD*

L'échantillon de tantale soudé sur le ruban de tantale est inséré dans le MEB, puis soumis à un vide secondaire. Une première analyse EBSD est réalisée afin de déterminer l'état initial après déformation. Puis on réalise des traitements thermiques à une température cible pendant des périodes comprises entre quelques secondes et deux minutes, avec des temps de chauffe et de refroidissement de 10 secondes (voir détails dans le Tableau 11). La consigne de 1200 °C frôle les capacités maximales permises par le système de chauffage. Les températures effectives notées dans le Tableau 11 sont parfois inférieures. Après chaque traitement, on réalise à nouveau une analyse EBSD. Les points de mesure sont espacés de 2.5 microns.

Échantillon	Traitement	Rampe (secondes)	Palier (secondes)	Température effective (°C)
-------------	------------	------------------	-------------------	----------------------------

Échantillon 1	TT1	10	20	1080
	TT2	10	10	1010
	TT3	10	50	950

Échantillon 2	TT1	10	10	1200
	TT2	10	10	1200
	TT3	10	20	1200

Échantillon 3	TT1	10	10	1200
	TT2	10	10	1200
	TT3	10	20	1200

Échantillon 4	TT1	10	0	1050
	TT2	10	0	1050
	TT3	10	10	1050
	TT4	10	10	1050

Échantillon 5	TT1	10	0	1050
	TT2	10	10	1050
	TT3	10	10	1050

Échantillon 6	TT1	10	5	1140
	TT2	10	5	1120
	TT3	10	5	1120
	TT4	10	5	1180
	TT5	10	10	1180
	TT6	10	10	1170
	TT7	10	10	1170
	TT8	10	15	1180
	TT9	10	30	1170
	TT10	10	60	1120
	TT11	10	90	1180
	TT12	10	90	1180
	TT13	10	5	1180

Échantillon 7	TT1	10	20	1050
	TT2	10	10	1050

Échantillon 8	TT1	10	10	1020
	TT2	10	10	1050
	TT3	10	20	950
	TT4	10	30	930
	TT5	10	30	930
	TT6	10	30	925
	TT7	10	120	925

Tableau 11: Conditions de traitement thermique des échantillons de compression sur platine chauffante dans le MEB

A partir des mesures EBSD, on utilise la méthode « Kernel » pour calculer la désorientation cristallographique locale. Cette méthode consiste à calculer le gradient d'orientation, c'est à dire la désorientation entre un point et la moyenne de ses voisins à une certaine distance. Dans notre cas, on regarde les voisins à une distance de 10 microns, soit 4 pixels. On exclut dans ce calcul les voisins qui forment un angle de plus de 15 degrés, et qui apparaissent systématiquement lorsque l'on se trouve à moins de 10 microns d'un joint de grain.

L'analyse EBSD permet aussi de calculer le facteur de Taylor [TAY38]. Le facteur de Taylor met en relation l'orientation cristallographique d'un grain avec le tenseur de déformation caractéristique de la sollicitation lors de la déformation plastique.

Taylor, dans son analyse, fait l'hypothèse que tous les grains se déforment de la même manière et que la plasticité est obtenue par déplacement des dislocations sur leur plan de glissement. On définit alors la quantité de glissement  $d\gamma^{(s)}$  pour chaque système de glissement  $s$ , qui permet de calculer la déformation  $d\epsilon$  :

$$d\epsilon = \frac{1}{2} \sum_s d\gamma^{(s)} \left( b^{(s)} \otimes n^{(s)} + n^{(s)} \otimes b^{(s)} \right) \quad (154)$$

Où  $b^{(s)}$  et  $n^{(s)}$  sont respectivement la direction de glissement et la normale au plan de

glissement du système de glissement  $s$ . La déformation totale est la somme de différentes contributions de chaque système de glissement .

On définit aussi la quantité de travail plastique:

$$dW = \tau_c \sum_s d\gamma^{(s)} = \sigma d\varepsilon \quad (155)$$

Où  $\tau_c$  est la contrainte de cisaillement critique qui est considérée comme identique pour tous les systèmes de glissement,  $\sigma$  est la contrainte d'écoulement plastique et  $\varepsilon$  la déformation plastique définie plus haut.

On définit le facteur de Taylor, dans le cas simple d'une déformation uni-axiale, comme suit:

$$M = \frac{\sum_s d\gamma^{(s)}}{d\varepsilon} = \frac{\sigma}{\tau_c} \quad (156)$$

Et donc un facteur de Taylor faible implique que l'on sollicite moins de déformation sur chaque système de glissement, donc que l'orientation du matériau est propice à la déformation imposée et que l'on génère moins d'écrouissage. Sa valeur minimale est égale à 2 dans le cas d'un matériau cubique. On considère que trois familles de systèmes de glissement sont activables dans le cas du tantale cubique centré, avec un vecteur de Burgers  $\langle 111 \rangle$  et sur les plans  $\{110\}$ ,  $\{112\}$  et  $\{123\}$ , supposant une contrainte critique de cisaillement identique pour chaque système.

Par ailleurs, on définit sur chaque cartographie les joints de grains comme des interfaces dont la désorientation vaut au moins  $15^\circ$  en considérant deux points d'analyse voisins.

## **b) Résultats et analyse**

On présente à la fin du manuscrit en annexe, sous le titre « planche », les différentes figures représentant les analyses EBSD effectuées, les figures de pôle inverses, analyses Kernel et facteurs de Taylor. On donne pour chaque échantillon l'emplacement approximatif où il a été prélevé sur le pion comprimé.

Dans le cas de l'analyse Kernel, les zones fortement déformées ont une grande quantité de dislocations et donc un gradient d'orientation important au sein d'un grain. La désorientation sur 10 microns (différence entre deux orientations, c'est-à-dire angle de rotation d'un cristal par rapport à un autre ) peut atteindre 3 à 4 degrés. Les zones où la désorientation vaut moins de  $1^\circ$  pour 10 microns seront considérées comme non écrouies et donc recristallisées. Les échantillons qui n'ont pas subi de traitement thermique ne montrent aucune zone de désorientation inférieure à  $1^\circ$ . Cette considération permet notamment de calculer très facilement une fraction recristallisée.

Le facteur de Taylor est calculé afin de mieux comprendre les éventuelles différences d'écroissage entre les grains, en fonction de leur orientation cristallographique. Idéalement, il aurait fallu connaître l'évolution des facteurs de Taylor au cours de la déformation. Ces valeurs nous auraient permis d'avoir une mesure plus précise de l'écroissage total. Le facteur de Taylor calculé après déformation peut paraître comme une information insuffisante pour évaluer un écroissage, dans la mesure où les grains se réorientent significativement pendant la déformation. Les travaux de Vandermeer [VAN79] sur le laminage du tantale nous apportent cependant des informations importantes. En effet, il a observé l'évolution de l'orientation de ces différents grains en cours de déformation. Il montre que l'orientation favorable des grains n'évolue presque pas au cours de la déformation, il parle de stabilité cristallographique. Au contraire, il montre que les grains les plus défavorablement orientés vis-à-vis de la déformation subissent une rotation importante. Le mode de sollicitation en laminage étant proche de celui en compression, on peut présumer que l'orientation des grains de facteur de Taylor faible n'a pas beaucoup évolué au cours de la déformation. Avec cette hypothèse, il n'est pas impossible en revanche qu'un grain ait une orientation après déformation, qui lui confère un facteur de Taylor faible, alors qu'initialement il avait un facteur de Taylor élevé. Notons que des simulations à partir de textures discrétisées, utilisant un modèle de Taylor [TAY38], auraient permis de confirmer ces hypothèses en identifiant les orientations cristallographiques stables en compression. Ces simulations peuvent constituer une perspective à ces premiers travaux.

### *i . Cinétique de la recristallisation*

Pour la plupart des échantillons, on constate, en s'appuyant sur les résultats d'analyse Kernel, que l'on atteint une fraction recristallisée très importante dès quelques secondes de traitement. Alors que la variation de température de traitement thermique entre 925° et 1200°C semble avoir peu d'influence, le phénomène est d'autant plus marqué que l'échantillon provient d'une zone proche du centre du pion de compression. La recristallisation semble pourtant être bloquée à la frontière de certains grains. A la lumière des travaux réalisés par Vandermeer [VAN79] et Sandim [SAN99] [SAN01] [SAN05] décrits dans le premier chapitre de cette thèse, on suggère alors que ce blocage est lié à l'écroissage propre du grain.

Les grains de coefficient de Taylor faible, avec un écroissage faible, apparaissent donc comme ceux qui bloquent la recristallisation. Les figures 96, 97, 98 et 99 sont une sélection de 4 échantillons issus respectivement des planches 3, 4, 7 et 8 (on a choisi les échantillons pour lesquels l'état initial a rendu un bon signal pour les mesures EBSD). On ne présente que les analyses Kernel et Taylor de deux états, l'état initial et l'état où la recristallisation n'évolue plus. Si on regarde les grains dont le facteur de Taylor est faible (les grains verts ou bleus), on s'aperçoit que ce sont très souvent les grains qui n'ont pas recristallisé, voire qui ont bloqué le front de croissance. Les grains qui ont recristallisé apparaissent en bleu sur les analyses de Kernel. Par conséquent, la remarque qui précède est d'autant plus valide que les zones bleues des cartes de facteur de Taylor (à droite sur les

figures) sont la partie complémentaire des zones bleues sur les analyses de Kernel (à gauche sur les figures). Des exceptions subsistent bien sûr, où l'on voit des grains à facteur de Taylor élevé et non recristallisés, ou des grains à faible facteur de Taylor mais recristallisés. Néanmoins la corrélation entre facteur de Taylor et recristallisation est forte.

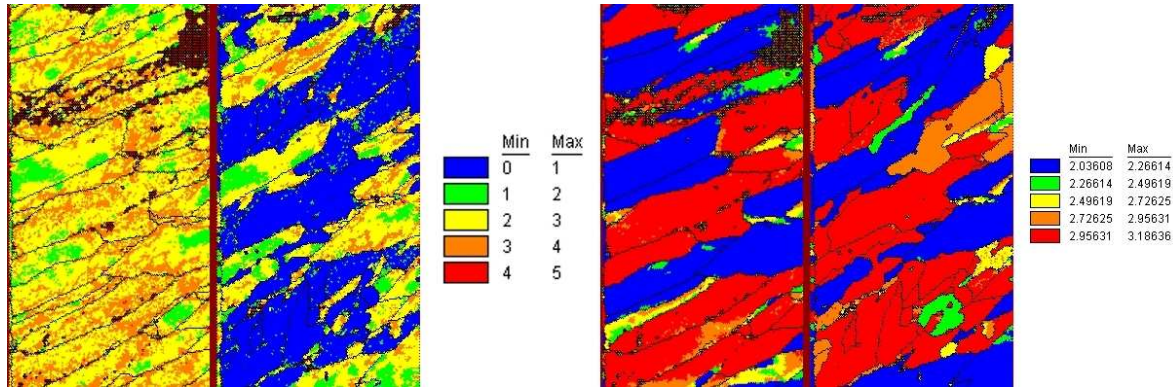


Figure 96: Échantillon de compression (grain 3) à gauche les analyses Kernel avant traitement thermique et après recristallisation, à droite l'analyse du facteur de Taylor des mêmes états

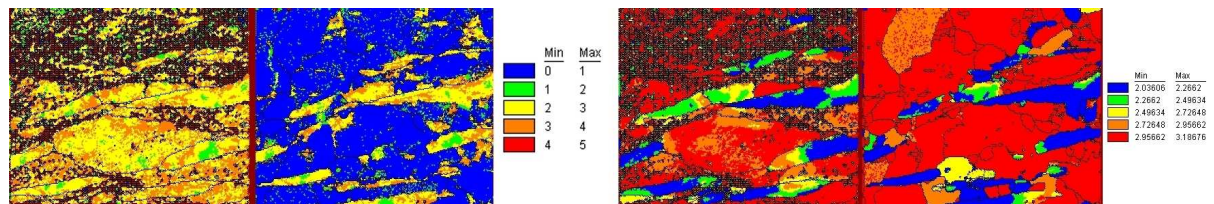


Figure 97: Échantillon de compression (grain 4) à gauche les analyses Kernel avant traitement thermique et après recristallisation, à droite l'analyse du facteur de Taylor des mêmes états

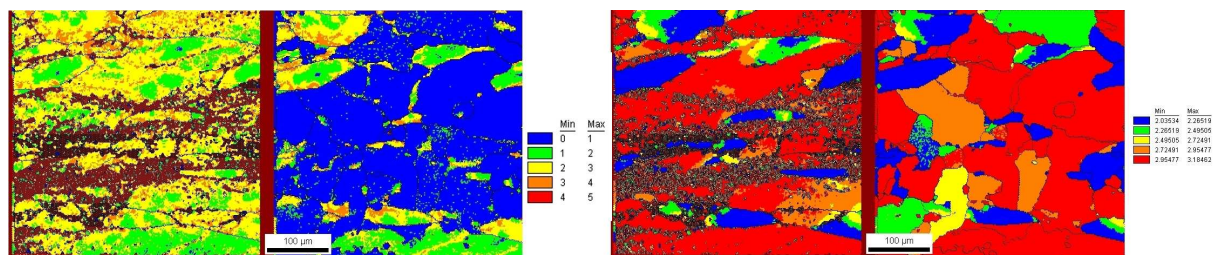


Figure 98: Échantillon de compression (grain 7) à gauche les analyses Kernel avant traitement thermique et après recristallisation, à droite l'analyse du facteur de Taylor des mêmes états

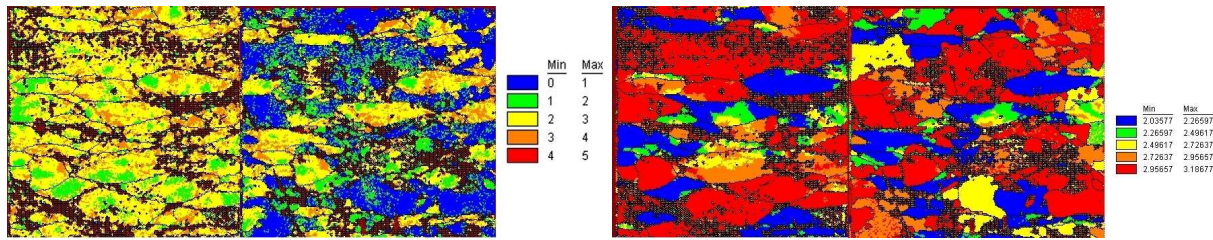


Figure 99: Échantillon de compression (grain 8) à gauche les analyses Kernel avant traitement thermique et après recristallisation, à droite l'analyse du facteur de Taylor des mêmes états

Sandim et Vandermeer ont constaté un effet d'orientation qui avait des conséquences très importantes sur la recristallisation [SAN01]. Sandim attribue aux grains dont l'écroutissage est élevé la capacité à former une grande quantité de germes de recristallisation. Ces germes sont issus d'un processus de fragmentation (formation d'une sous-structure) induit par la déformation. Les images sélectionnées nous permettent seulement de dire que, dans nos travaux, ces grains ont une énergie stockée telle que la force motrice de la recristallisation y est très élevée, ce qui induit une vitesse de recristallisation très importante. Au contraire, lorsque l'orientation du grain correspond à un facteur de Taylor faible, et que l'écroutissage est réduit, on ne constate généralement pas de germination intragranulaire. L'envahissement de ces grains par un front de croissance issu d'une germination « externe » aux grains semble également empêché, soit pour des raisons de mobilité de joint de grain, soit du fait même de la faible valeur de l'énergie stockée dans ces grains.

## ii. Formation des germes

Les germes sont normalement d'autant plus nombreux que la déformation est grande. Les germes peuvent s'initier à partir de sous-grains de régions particulièrement déformées, notamment proches des joints et plus encore des jonctions multiples (intersection de plus de deux grains). Si le matériau que nous utilisons n'était pas d'une grande pureté, on pourrait considérer diverses hétérogénéités comme bases de formation des germes.

Dans le cas du tantale, des études de Mathaudhu [MAT06] [MAT07] et Wei [WEI03] notamment, montrent que de très grandes déformations (obtenus par ECAE: Equal Channel Angular Extrusion) engendrent une sous-structure de cellules de dislocations (à l'échelle sub-micronique), d'autant plus fines que la déformation est grande, et qui permettent de former des germes de recristallisation au sein du grain.

Pour essayer d'apporter quelques éléments de compréhension, on utilise l'échantillon 6 prélevé sur une zone de l'échantillon de compression modérément déformée (voir figure 100). La cinétique de recristallisation y est suffisamment faible pour que l'on puisse observer la formation de germes. Sur le premier ou le deuxième traitement thermique, on observe une dégradation forte du signal par rapport à l'échantillon initial pour certains grains. Le grain sélectionné de la figure 110 en est un exemple. Étant donné que les grains qui ne sont pas dégradés sont les grains qui ont un facteur de



Taylor faible, on suggère alors que cette dégradation du signal est reliée à l'écroûissage acquis lors de la déformation. Le mécanisme qui a engendré une dégradation du signal au cours du traitement thermique est en revanche plus compliqué à appréhender. A ce stade, on peut imaginer un mécanisme lent de réorganisation de la sous-structure et qui finit par donner des germes donnant l'apparence d'un signal perturbé. Les analyses de l'échantillon 6 qui suivent vont nous apporter plus de détails sur ce mécanisme.

#### **◇ Analyse détaillée d'un échantillon**

On montre sur la figure 100 un état initial de l'échantillon 6 prélevé sur une zone modérément déformée du pion de compression. Différentes zones sont définies. L'évolution de chaque zone au cours de traitements thermiques (Figure 101 à 110) est étudiée

A partir de ces études, une explication du mécanisme en jeu dans cet échantillon est proposée.

On rappelle l'historique de l'échantillon 6:

		Rampe	Temps (sec)	Temps cumulé (sec)	Température (°C)
Échantillon 6	TT1	10	5	5	1140
	TT2	10	5	10	1120
	TT3	10	5	15	1120
	TT4	10	5	20	1180
	TT5	10	10	30	1180
	TT6	10	10	40	1170
	TT7	10	10	50	1170
	TT8	10	15	65	1180
	TT9	10	30	95	1170
	TT10	10	60	155	1120
	TT11	10	90	245	1180
	TT12	10	90	335	1180
	TT13	10	5	340	1180

Tableau 12: Description des traitements thermiques successifs appliqués au grain de la figure 100

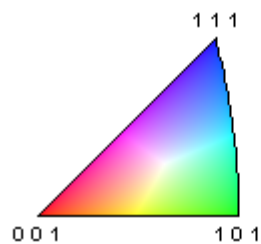
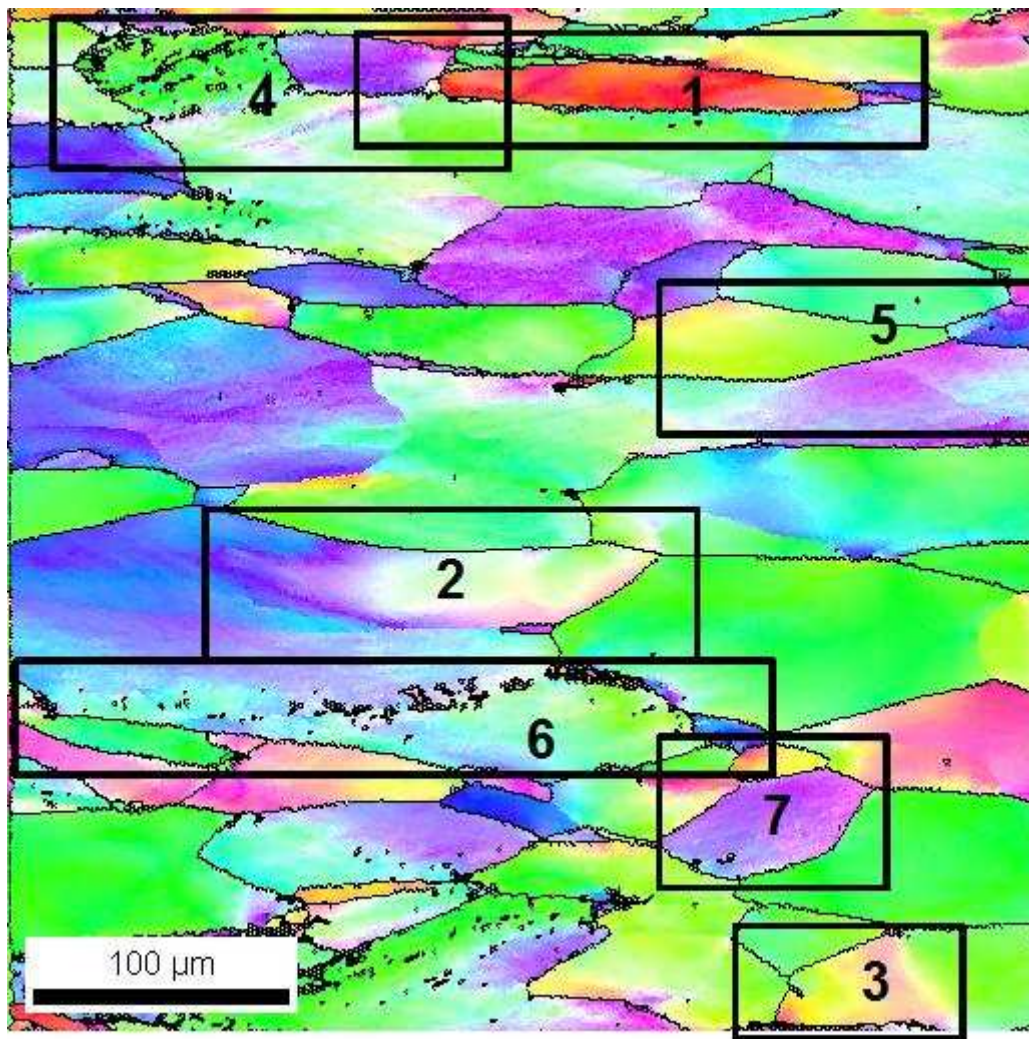


Figure 100: Zones de l'échantillon 6 sélectionnées pour étudier la formation de germes

La surface examinée de la zone 1 (figure 100) est la seule où l'on observe la formation de germes à un point triple. Les observations des zones suivantes montrent un mécanisme de remaniement que l'on va décrire dans un premier temps, puis tenter d'expliquer.

Sur la zone 1 (figure 101), on constate assez clairement sur les analyses Kernel, la présence de nouveaux petits grains (gradients d'orientation très faibles, en bleu). La zone préférentielle de germination semble être localisée sur les joints de grain des orientations « rouges ». L'évolution de

ces germes est très lente. Mais sur les deux dernières observations, on constate que deux grains vert et bleu, initialement apparus à la pointe avant du grain rouge (à sa pointe droite) au bout de 30 secondes de traitement, se développent finalement en de très gros grains à partir de 5 minutes de traitement à environ 1180°C. Cette évolution évoque donc la formation de germes d'orientation propre (différente de tout grain de son entourage) sur des joints de grains existants, avec un temps d'incubation où les germes ne progressent pas, puis une croissance de grain finalement très rapide.

Par ailleurs, on constate que le gros grain bleu clair formé sur les deux derniers traitements thermiques englobe de plus petits grains dont la taille diminue légèrement sur le dernier traitement thermique (on le voit clairement avec les analyses Kernel). Ces grains montrent un facteur de Taylor élevé (environ 3) et semblent pourtant résister à la recristallisation. Pour comprendre, il est important de constater que sur le dernier traitement thermique, un joint de grain (désorientation supérieure à 15°) supplémentaire apparaît alors qu'il ne figurait pas sur l'avant dernier traitement thermique, entourant un grain vert au sein du grain bleu. On est amené à penser que la désorientation critique n'existait pas sur les états précédents, et que la zone de couleur verte a progressivement subi une rotation qui a eu pour effet de créer des joints de grain à part entière. Or, on sait que la mobilité d'un joint de grain est nettement supérieure à celle d'un sous-joint. On a donc toutes les raisons de croire qu'un traitement thermique de plus aurait entraîné la disparition de ce dernier grain.

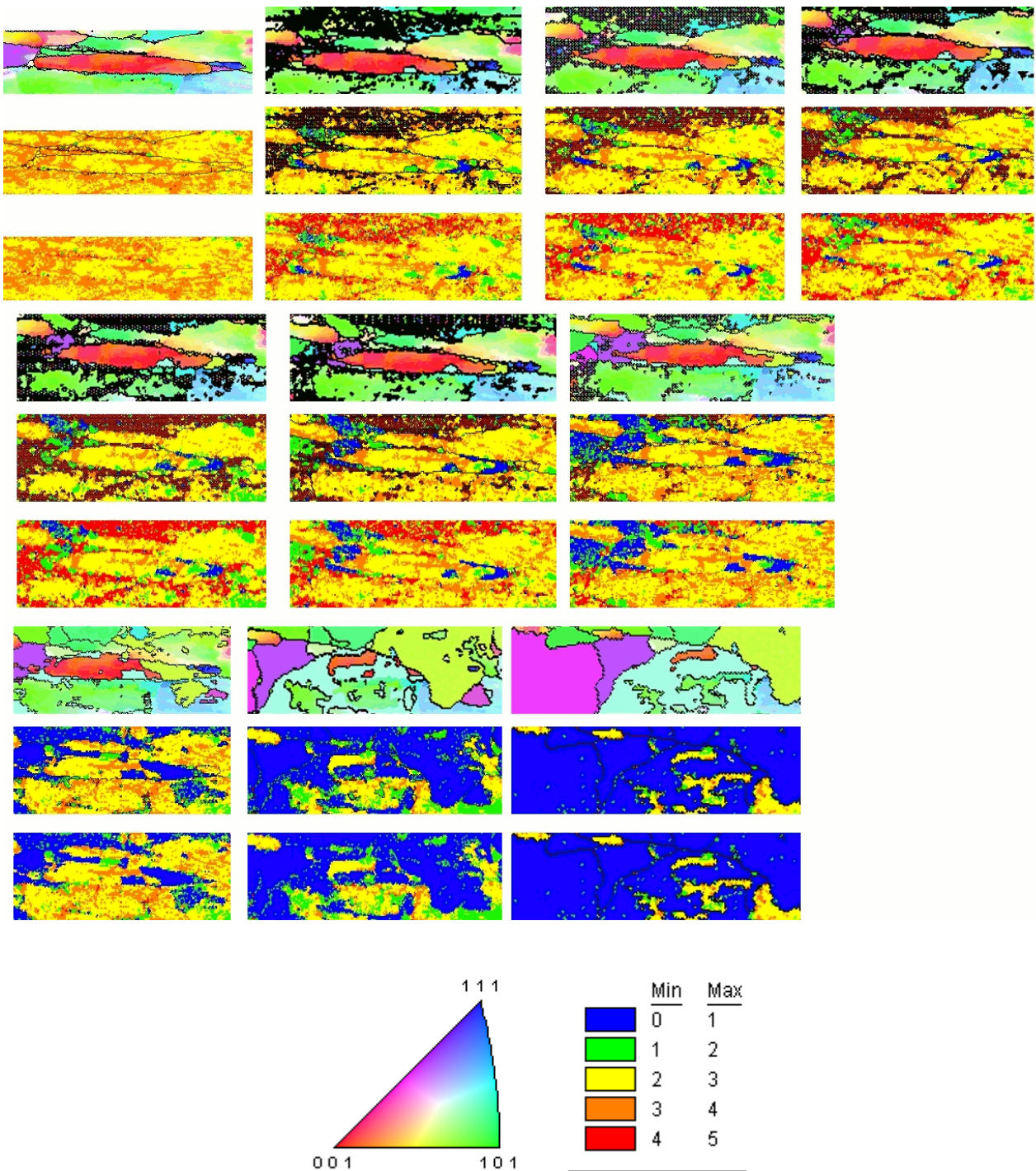


Figure 101: Zone 1, orientation et analyse Kernel avec et sans joint de grain, pour l'état initial et des traitements thermiques successifs (de gauche à droite, TT 1, 5, 7, 8, 9, 10, 11, 12 et 13)

La zone 2 que l'on observe est centrée sur le grain de couleur blanche et moirée de la figure 100, et dont l'évolution est détaillée sur la figure 102. A partir de la troisième séquence d'images correspondant au deuxième traitement thermique, une zone particulière semble se réorganiser pour donner naissance ensuite à une nouvelle orientation de couleur violette. Par ailleurs, une orientation



nouvelle (de couleur orange sur TT10 de la figure 103) apparaît sur les traitements thermiques suivants. Il est important de noter que l'analyse Kernel renvoie un état de désorientations cristallographiques proche de l'état initial (désorientation entre 1 et 3 degrés), c'est à dire non recristallisé. La figure 103 montre la figure de pôles inverse du grain considéré à la suite des traitements 3 et 10. Seuls les points de mesure où l'analyse EBSD a indexé une orientation avec un indice de confiance supérieur à 10% sont donnés, les autres points apparaissent en noir. On remarque au TT3 que la nouvelle orientation de couleur violette est majoritaire. Puis, au TT10, deux orientations majoritaires (orange et violette) et enchevêtrées apparaissent. Enfin, on voit sur la figure 102 que le grain concerné disparaît au profit d'un grain d'orientation rose, recristallisé d'après l'analyse Kernel.

Pour résumer, ce grain, initialement de structure homogène, se réorganise très rapidement (en 15 secondes environ) pour donner naissance à une nouvelle structure hétérogène, présentant une orientation très différente (plusieurs dizaines de degrés d'écart), puis progressivement une deuxième orientation également différente, enchevêtrée à la première. Cette nouvelle structure garde un gradient d'orientation -et donc une énergie- ce qui la rend susceptible de se faire envahir par un grain recristallisé voisin, en cours de croissance.

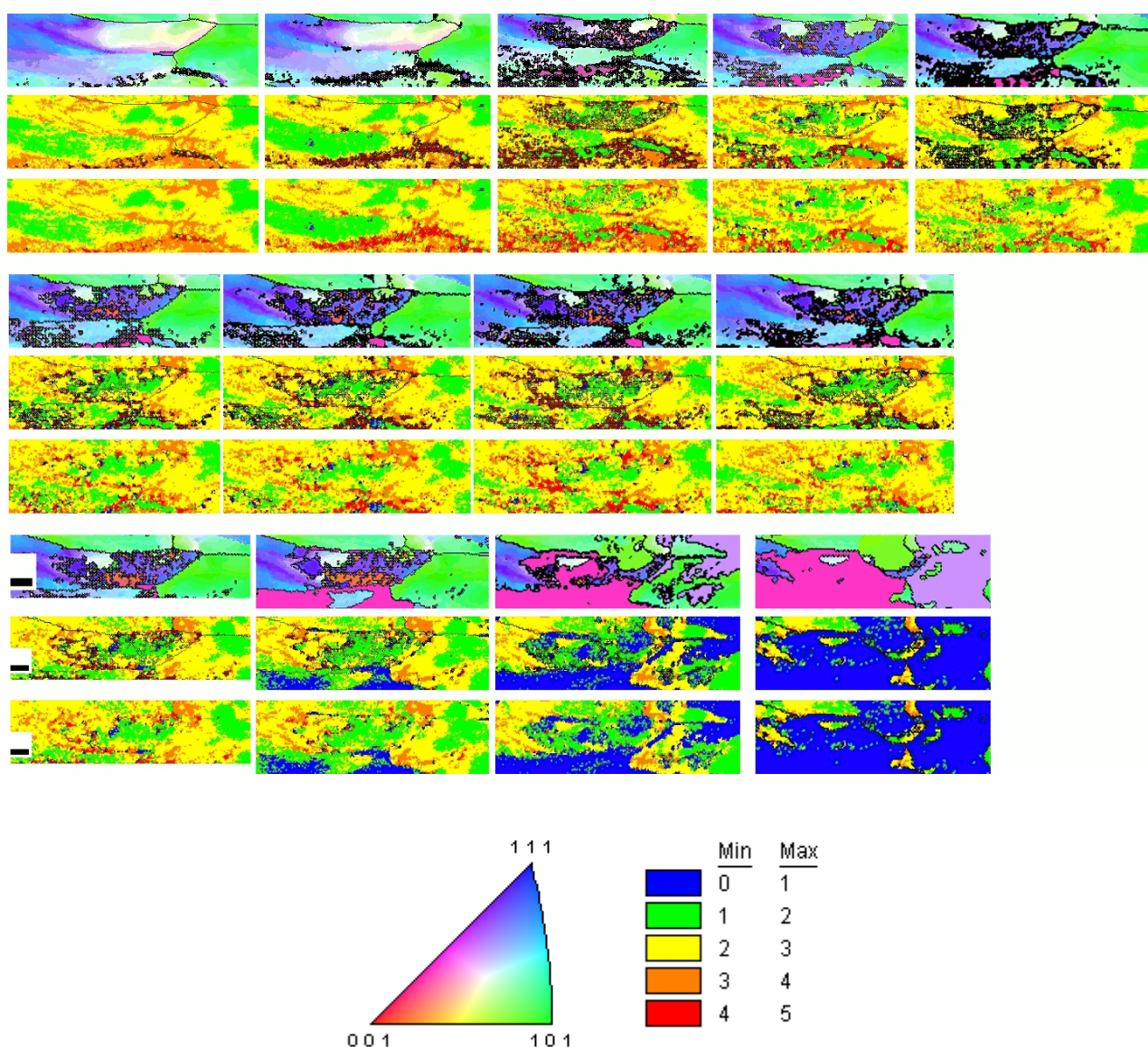


Figure 102: Zone 2, orientation et analyse Kernel avec et sans joint de grain, pour l'état initial et des traitements thermiques successifs (de gauche à droite, TT 1 à 12)

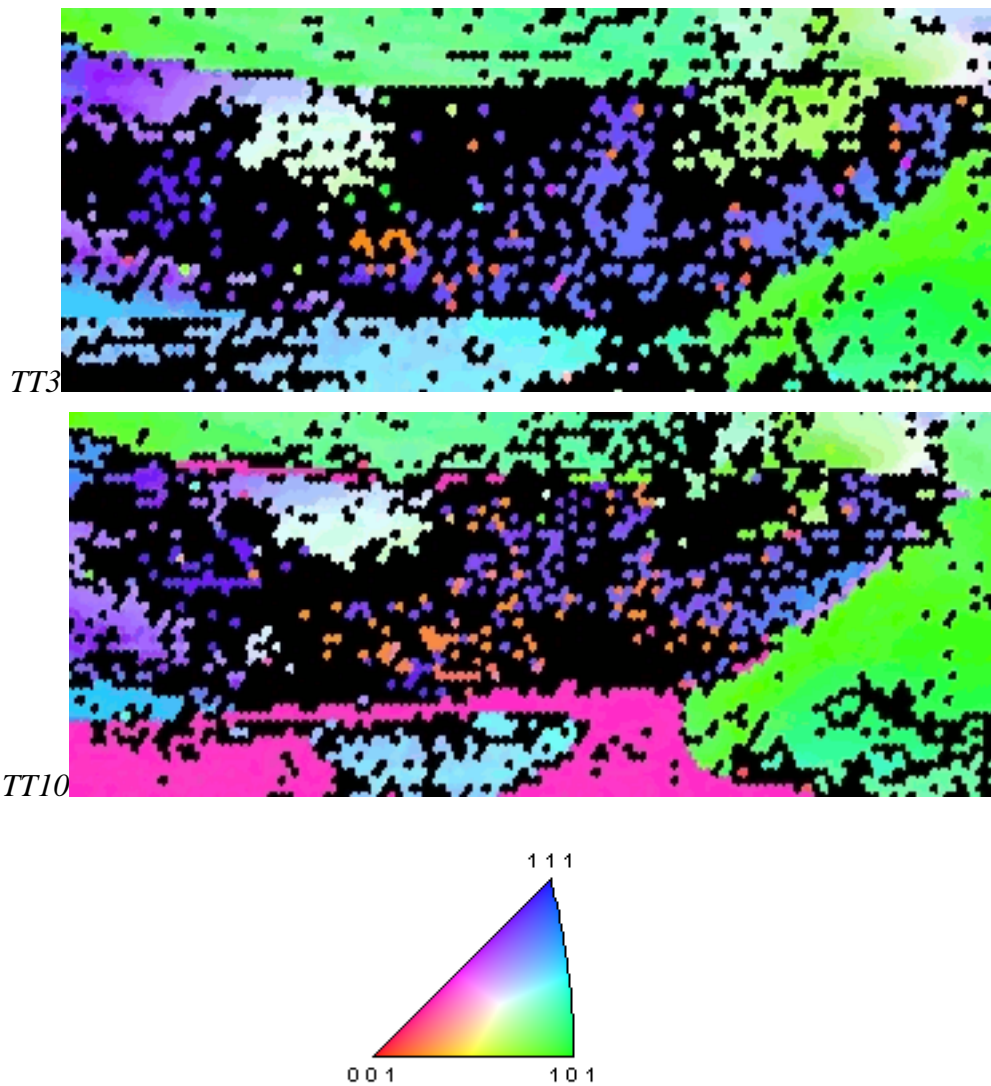


Figure 103: Zone 2: orientation sur les traitements thermiques 3 et 10, en noircissant les points d'analyse d'indice de confiance inférieur à 10%

Sur la troisième zone (Figure 104 et 105), on décrit un mécanisme très similaire au précédent. Le grain de couleur rose sur le premier traitement thermique se réorganise pour donner naissance à une structure d'orientation différente (formant une désorientation d'environ 38 degrés avec le grain initial) mais avec une désorientation interne au moins aussi importante que la structure initiale. En effet, le gradient d'orientation existant dans le grain initial vaut environ  $10^\circ$  sur la largeur du grain et se conserve à peu près à la suite du traitement thermique 3 (d'orientation bleue). Une structure d'orientation encore différente apparaît lors du traitement thermique final; encore une fois, cette structure présente une désorientation interne importante (désorientation Kernel à 10 microns entre 2 et 4 degrés). D'une manière surprenante, cette dernière orientation est proche de l'orientation initiale (voir figure 105). En effet des mesures de désorientation ont permis de montrer que la structure finale (rose) a presque la même orientation que l'initiale (sur plusieurs points de mesure, la



différence est inférieure à  $3^\circ$ ).

Pour résumer, ces observations nous permettent de constater la réorganisation d'un grain pour donner une nouvelle structure. La structure finale montre un gradient d'orientation identique à celui du grain initial, et son orientation est en tout point modifiée d'un angle constant par rapport à l'orientation du grain initial. Ensuite, des traitements thermiques supplémentaires permettent à une structure d'orientation et de gradient d'orientation proches de ceux du grain initial d'apparaître au milieu de la structure précédente. A la fin, comme pour la zone 2, ce sont des grains nouveaux qui finissent par envahir le reste. Il semble que le temps d'incubation soit relié à de la réorganisation de la structure en cellules pour former des germes comme l'ont observé Mathaudu [MAT06], [MAT07] et Wei [WEI03].

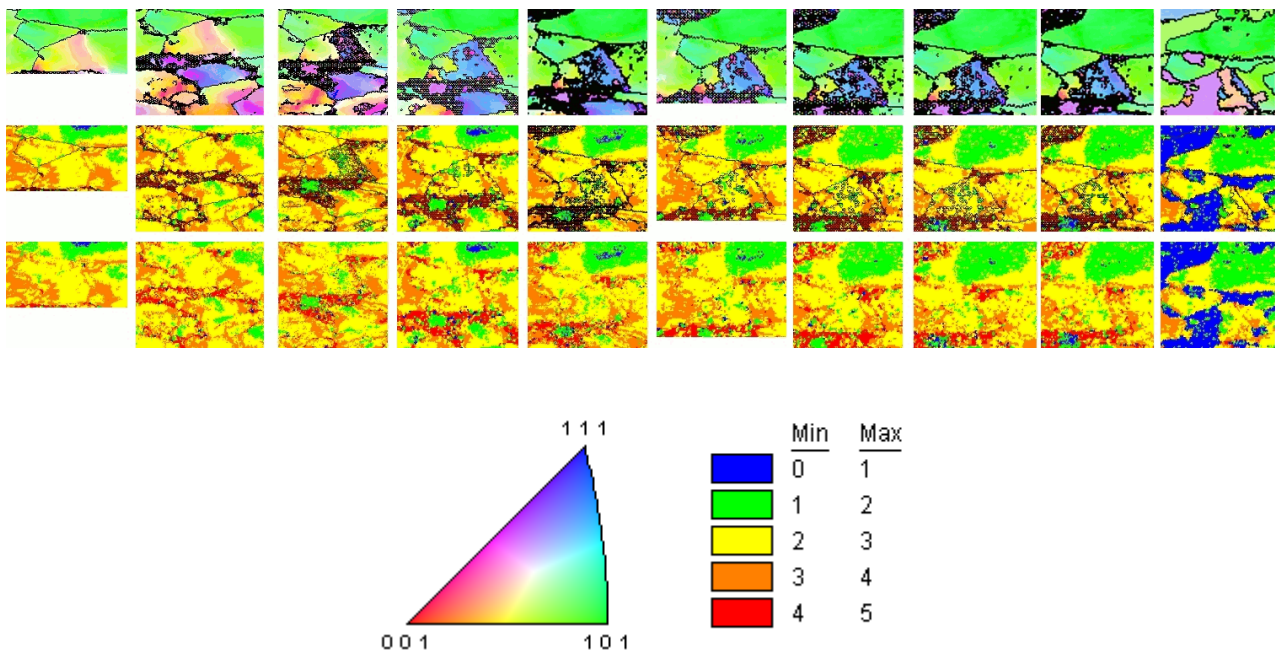


Figure 104: Zone 3, orientation et analyse Kernel avec et sans joint de grain, pour l'état initial et des traitements thermiques successifs (de gauche à droite, TT 1 à 9 et 11 à 13)

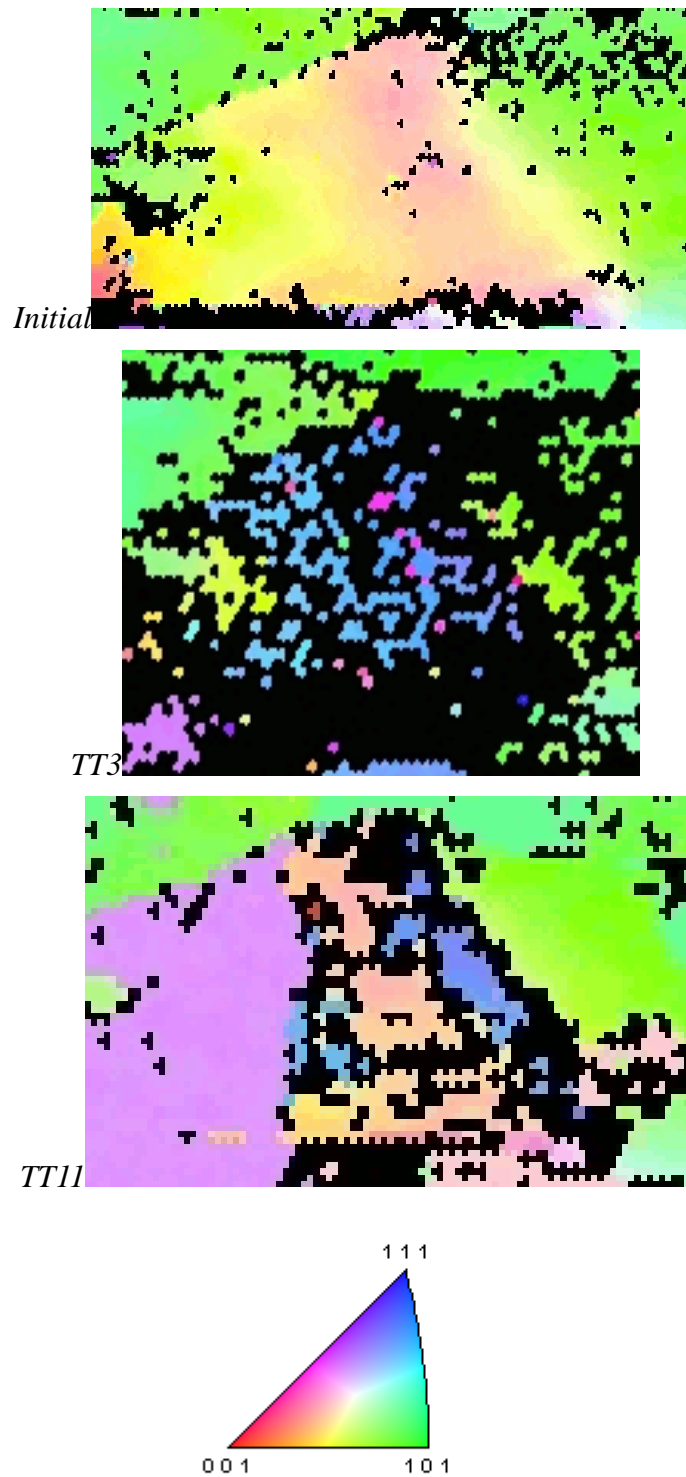


Figure 105: Zone 3: orientation sur initial et suite aux traitements thermiques 3 et 11, en noircissant les points d'analyse d'indice de confiance inférieur à 10%

Une partie de la zone 4 se comporte comme le grain de la zone 3 (voir Figures 106 et 107). Le grain se réorganise, une nouvelle orientation apparaît, puis des points d'orientation proche de l'orientation initiale réapparaissent sur les derniers traitements thermiques. Les derniers stades

permettent d'atteindre un niveau avancé de recristallisation, du fait de la germination et de la croissance du grain recristallisé de couleur violette.

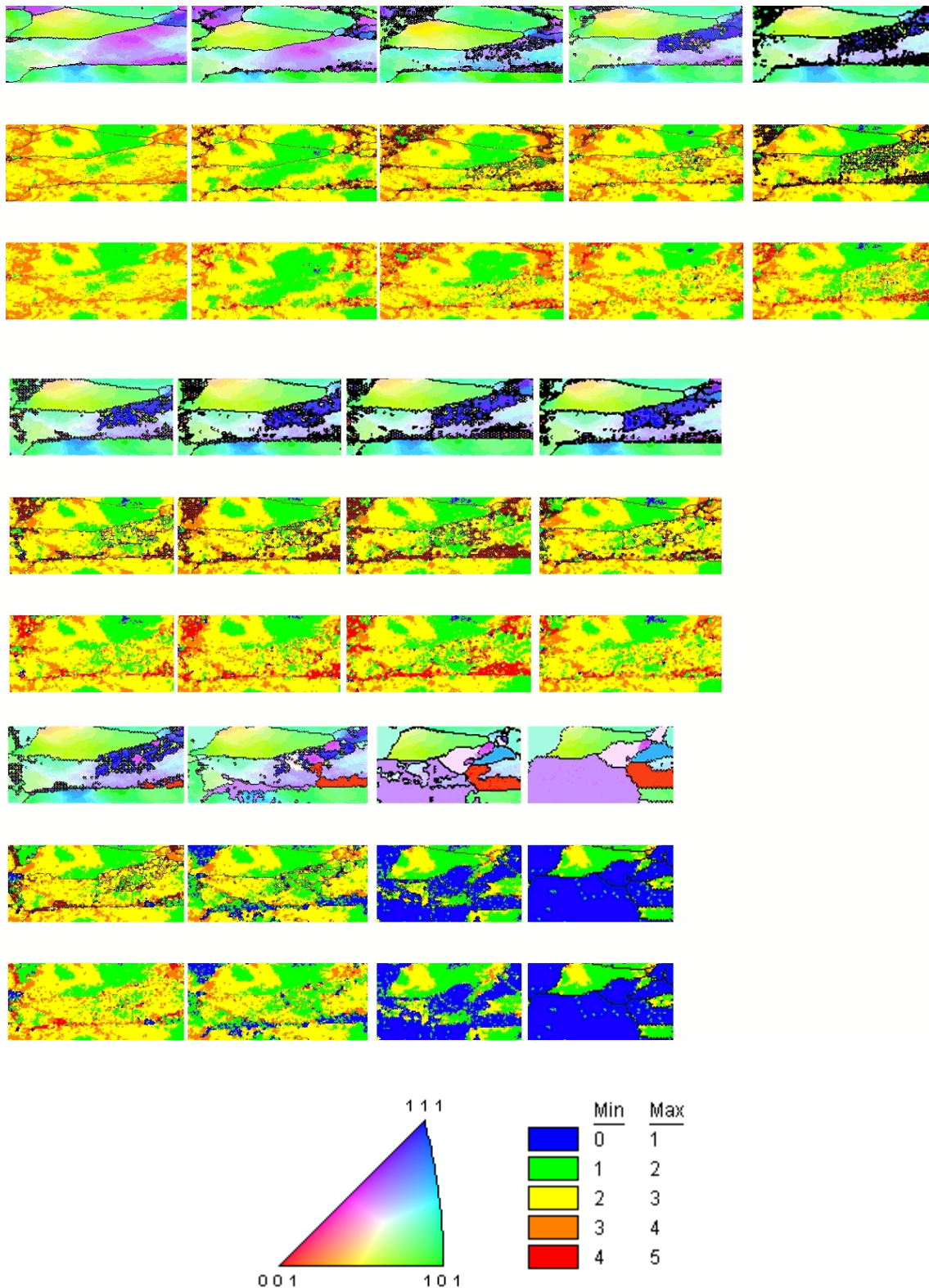
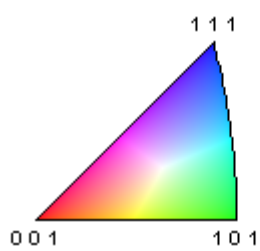
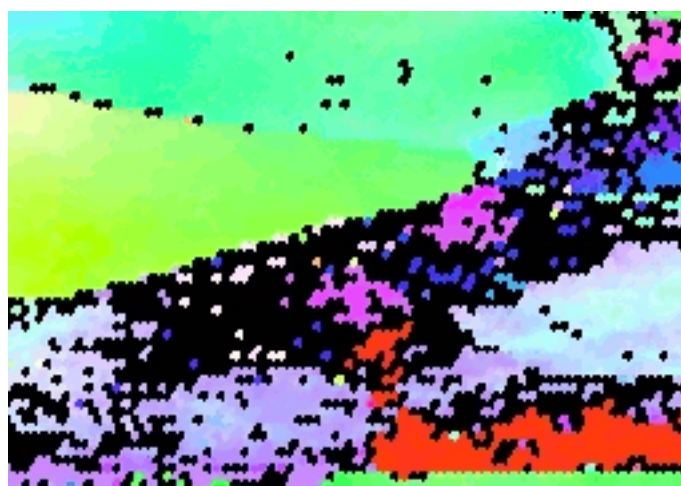
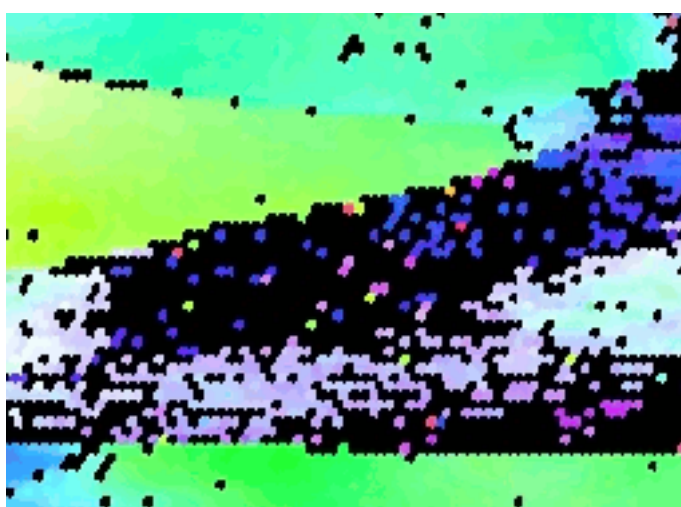
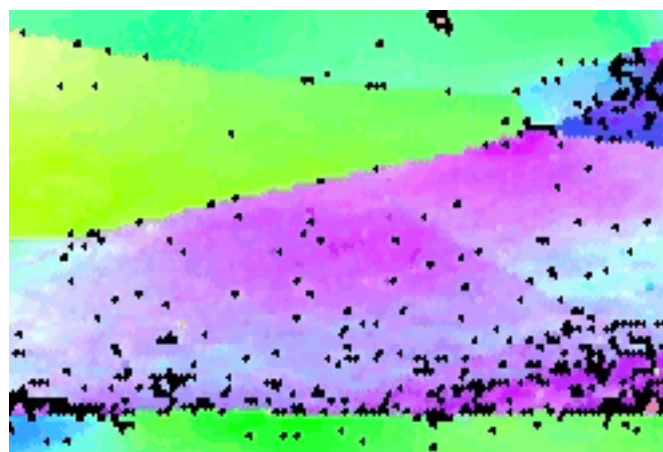


Figure 106: Zone 4, orientation et analyse Kernel avec et sans joint de grain, pour l'état initial

*et des traitements thermiques successifs*



*Figure 107: Zone 4, orientation et analyse Kernel avec et sans joint de grain, pour l'état initial et des traitements thermiques successifs*

La zone 5 de la figure 108 montre l'apparition d'une nouvelle orientation (rose) au sein d'un grain existant, et qui le coupe en deux parties. Cette nouvelle orientation finit par se développer et occuper une grande partie de la zone étudiée. Les analyses Kernel montrent cependant que la désorientation semble rester importante au sein de ce nouveau grain à l'endroit où il est né notamment (sur les figures des antépénultièmes et avant derniers traitements thermiques). On rappelle que l'analyse Kernel ne prendra en compte que les orientations voisines considérées comme étant du même grain (de désorientation inférieure à 15 degrés). Ces grains nouveaux et fortement désorientés, qui finissent par disparaître, correspondent à la période d'incubation. En comparaison, les germes nés au joint du grain de la zone 1 ont une désorientation interne nettement plus faible dès leur naissance.



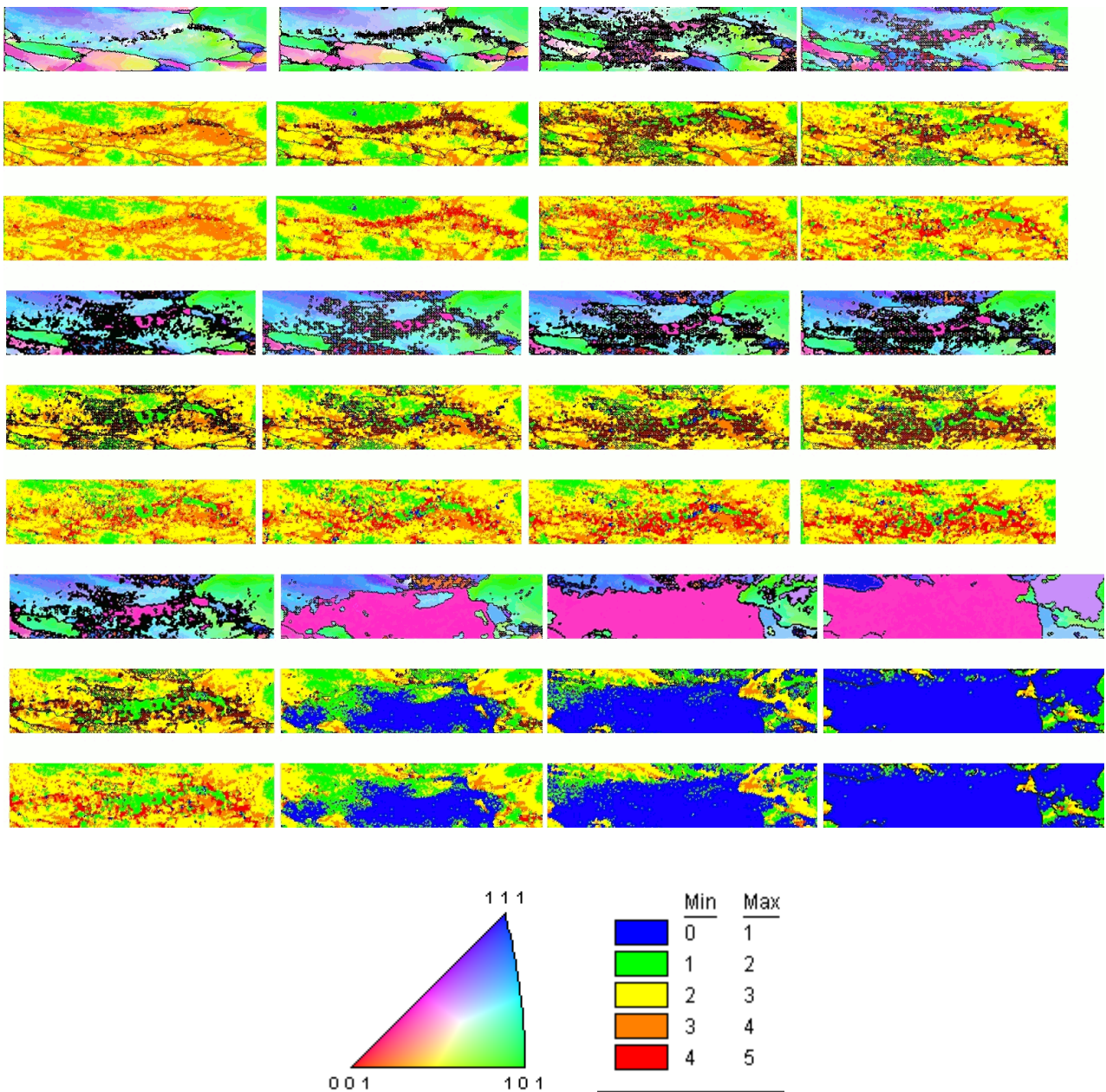


Figure 108: Zone 5, orientation et analyse Kernel avec et sans joint de grain, pour l'état initial et des traitements thermiques successifs

Sur la sixième zone, on peut imaginer un scénario identique aux précédents car le signal est une fois de plus très brouillé au sein d'un grain. Cependant, on ne parvient pas à identifier une orientation nouvelle ou transitoire. La seule observation que l'on puisse faire est que cette structure est finalement recristallisée pour donner un nouveau grain (grain violet), pour lequel la formation du germe semble se produire dès le troisième traitement thermique sur le côté gauche du grain étudié.

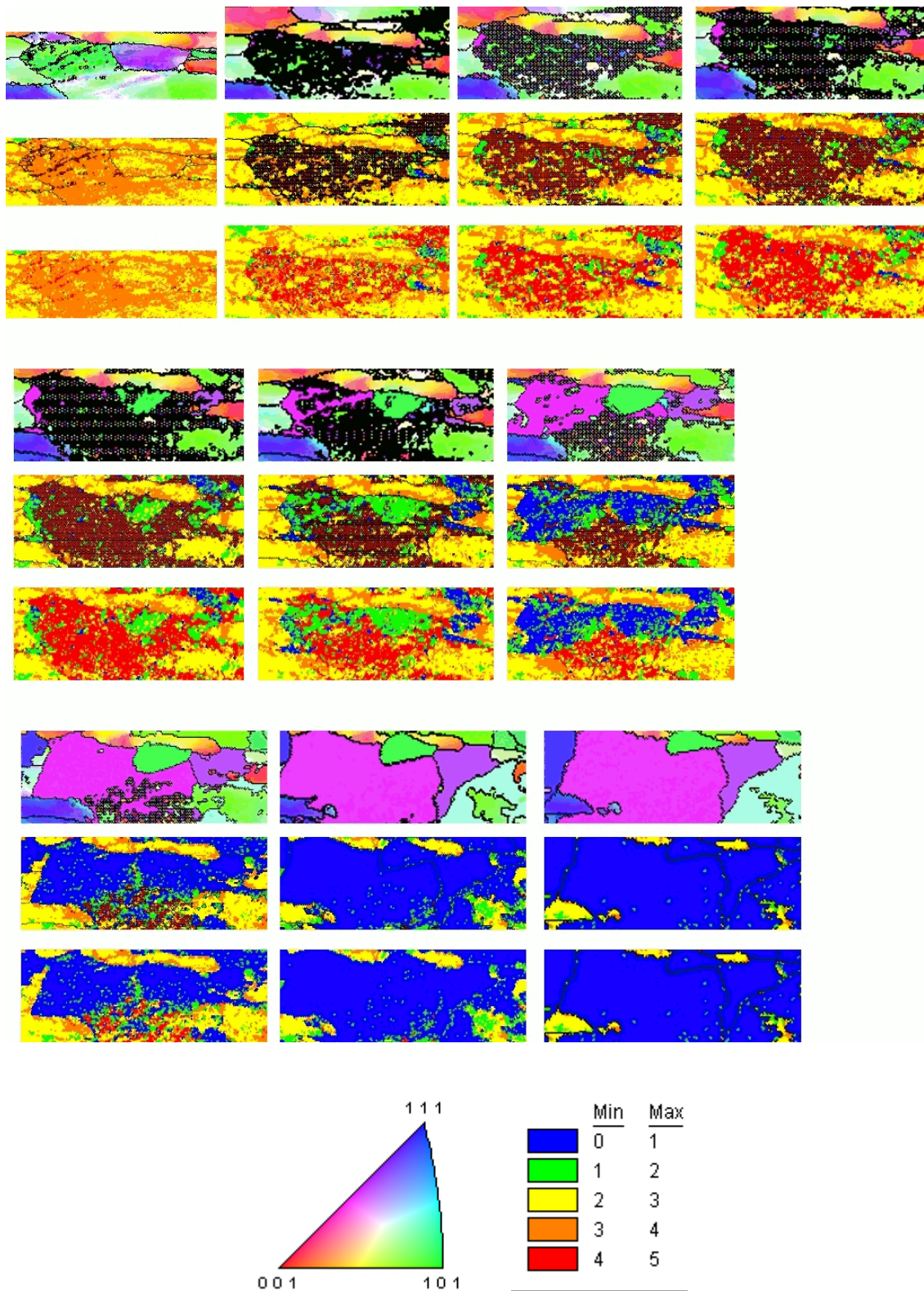


Figure 109: Zone 6, orientation et analyse Kernel avec et sans joint de grain, pour l'état initial et des traitements thermiques successifs



Sur la septième et dernière zone, comme pour le cas précédent, on ne parvient pas clairement à identifier l'origine exacte des nouveaux germes qui permettent d'aboutir à la structure des trois derniers traitements thermiques. Une réorganisation importante se manifeste dès le deuxième traitement thermique et génère, comme pour les cas précédents, un certain nombre d'orientations parmi lesquelles une sélection se fait finalement (dans ce cas-ci deux orientations se dégagent finalement).

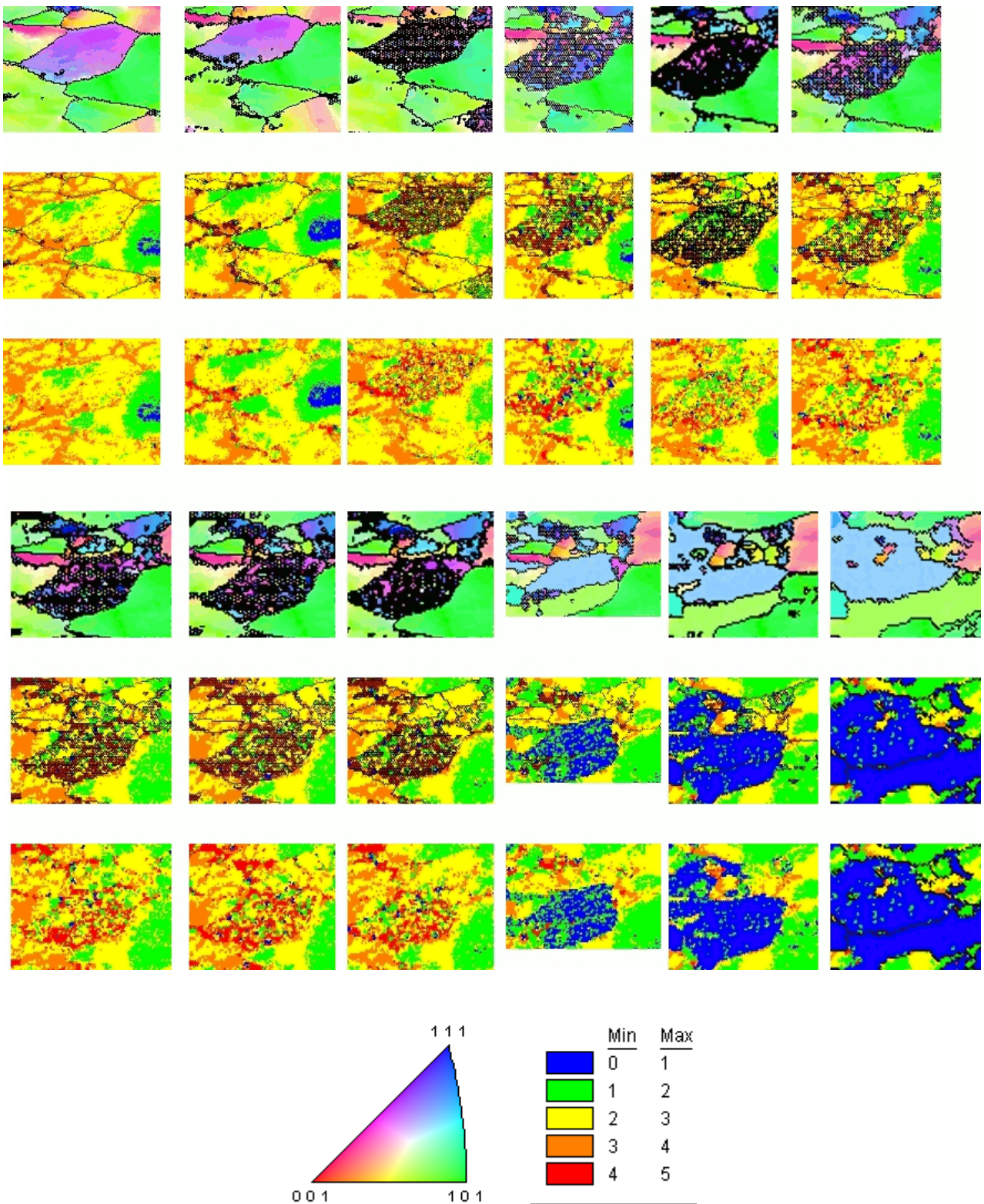


Figure 110: Zone 7, orientation et analyse Kernel avec et sans joint de grain, pour l'état initial et des traitements thermiques successifs

### ◇ Synthèse de l'analyse détaillée

Toutes ces observations ne sont pas sans rappeler les travaux de Mathaudu [MAT06], [MAT07] et Wei [WEI03] qui ont montré que la déformation engendre une sous-structure sub-micronique avec des cellules de dislocations dont la taille diminue avec la déformation pour atteindre des valeurs de 300 nanomètres ([MAT06], [MAT07]). On rappelle par ailleurs que les mesures EBSD que l'on a réalisées dans ce travail sont espacées de 2,5 microns, donc à une échelle beaucoup plus grande que celle des cellules de dislocations identifiées dans les travaux de Mathaudu.

Cependant, à la lumière de ces travaux, les descriptions que l'on a faites plus haut évoquent l'existence d'une sous-structure engendrée par la déformation qui tendrait à former très rapidement, sous l'effet d'un traitement thermique, des sous-grains dont l'orientation cristallographique peut être plus ou moins proche de l'orientation de départ. Ces sous-grains semblent avoir des cinétiques d'évolution propres à leur orientation, si bien que l'on observe une quantité de germes d'orientations différentes et qui sont en compétition de croissance au sein d'un même grain. L'existence de cette distribution de germes permet d'expliquer que l'on puisse évoluer vers une structure d'orientation très différente (exemple du grain de la zone 3, orientation de couleur bleue), mais qui conserve des gradients d'orientation aussi importants que ceux de la structure initiale.

Le grain de la zone 2 pour lequel deux orientations très différentes semblent enchevêtrées au sein du même grain montre que la structure de base pouvait former des germes avec au moins deux orientations dominantes. La prépondérance tardive d'une des orientations par rapport à l'autre montre que leurs cinétiques de croissance sont différentes. Les grains 3 et 4 suivent le même mécanisme, qui sous-entend une germination à l'échelle sub-micronique, même si les derniers traitements thermiques montrent que l'orientation initiale se développe finalement au détriment de l'orientation intermédiaire. Il semble donc que dans ce cas on crée des germes avec une orientation proche de celle de la structure initiale, avec un temps d'« incubation » important nécessaire avant leur croissance rapide. Ce temps d'incubation pourrait être relié au temps nécessaire pour former progressivement des joints de grain à grand angle, nécessaires pour avoir une mobilité significative.

La nouvelle structure, selon ce scénario, est un ensemble de germes dont les orientations sont très proches (bien que différentes de l'orientation du grain de départ), qui ont crû ensemble et qui ont fini par se développer en un nouveau grain. Cet ensemble de germes montre donc une désorientation de Kernel qui n'est pas celle attendue pour un grain recristallisé, en tout cas sur la zone où les germes se sont formés. Ceci explique pourquoi ce grain est envahi ensuite par un germe « externe » ou alors par une des orientations du grain qui a restauré plus que les autres.

Il est important de constater que l'analyse Kernel qui compare la désorientation à 10 microns n'a pas le sens qu'on lui octroyait au départ puisque l'on mesure une désorientation par rapport à des points qui appartiennent à des germes différents. Cependant, étant donné que tous ces germes ont une relation d'orientation vis-à-vis du grain initial, ils forment entre eux un angle qui peut être

faible (équivalent au gradient du grain de départ). De ce fait, l'analyse Kernel permet de calculer des désorientations « internes » qui peuvent être du même ordre que celles du grain initial. Sur le schéma de la figure 111 on représente un grain dans lequel se développent des germes de trois orientations différentes. L'analyse Kernel ainsi schématisée mesure la différence entre l'orientation d'un petit germe par rapport aux points de mesure des voisins qui appartiennent en fait à d'autres germes. En règle générale, si parmi les points voisins se trouve un point qui forme un angle supérieur à  $15^\circ$ , donc le calcul Kernel n'en tient pas compte. En revanche, dans ce cas précis, beaucoup de points voisins ont une orientation proche de celle du point à partir duquel on fait les comparaisons, et dans ce cas le calcul Kernel en tient compte.

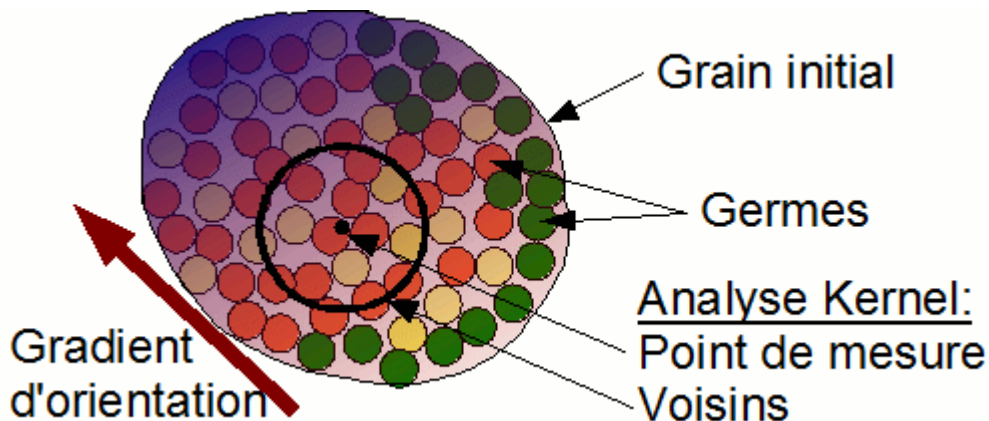


Figure 111: Schéma de germes apparaissant sur un grain, analyse Kernel sur le point de mesure (point noir) que l'on compare avec la moyenne des voisins (cercle noir), la flèche donne la direction principale du gradient d'orientation

Pour les grains 6 et 7, on n'exclut pas la possibilité d'une germination en volume (sous la surface observée), avec une croissance dirigée préférentiellement vers les zones les plus écrouies, et notamment les grains les plus écrouis en surface. Ce scénario, plus simple, n'explique cependant pas la chute de l'indice de confiance EBSD pour ces deux grains dès les premiers traitements thermiques...

La théorie que l'on propose est extrapolée des observations faites sur nos travaux et des travaux de la littérature. De ce fait, certaines précautions doivent être prises. Par exemple, les effets de surface libre n'ont pas été pris en compte (gravage thermique des joints de grain). De plus il faut rester conscient des limites d'observations en deux dimensions. En termes de perspectives, les analyses sur platine chauffante restent un moyen très efficace pour analyser les mécanismes de germination et croissance des grains lors de la recristallisation. Il sera notamment judicieux de réaliser des analyses à une échelle plus fine (réduction du pas de mesure EBSD).

Ces observations ne nous ont pas permis de conclure précisément à un mode de germination dans le tantale. Cependant, elles nous ont permis de proposer une explication qui corrèle

correctement les données de la littérature et nos observations. Cette explication est cohérente avec le niveau de pureté du tantale étudié : on s'attend à un mode de germination propre aux matériaux purs, très relié au niveau d'écroissage local. On s'attend alors à ce que les mécanismes en jeu au cours du traitement thermique du tantale soient fortement sensibles à l'histoire thermo-mécanique du matériau (température, mode de chargement, déformation, vitesse de déformation, etc. ), puisqu'elle conditionne le niveau d'écroissage final et les hétérogénéités d'orientation cristallographique.

Le fluotournage engendre des déformations très importantes, qui se rapprochent de celles obtenues par ECAE. La déformation est cumulée avec des modes de sollicitation et des vitesses de déformation très variables. Pour ces raisons, prendre en compte l'histoire du chargement mécanique devient crucial si on veut contrôler les processus de recristallisation qui interviennent par la suite lors des traitements thermiques.

### ***V.3.2. Étude de la croissance de grain dans le tantale***

#### **a) Essais**

Afin de quantifier le grossissement du grain en fonction de l'histoire mécanique du matériau et des conditions de traitement thermique, on réalise sur deux des échantillons de torsion statique qui nous ont permis d'identifier la loi de comportement du tantale (dans le chapitre II), des traitements thermiques dans un four sous vide. On fait varier la température du palier ainsi que sa durée à des valeurs supérieures par rapport aux essais dans le MEB sur platine chauffante.

Les conditions de traitement thermique sont résumées dans le Tableau 13. Le refroidissement se fait dans un four sous vide à des vitesses comparables aux vitesses de chauffe.

Échantillon	Conditions de torsion		Conditions de traitement thermique		
	Vitesse de déformation (s <sup>-1</sup> )	Déformation (%)	Température (°C)	Temps de palier	Pente (°C/min)
NT1	$3,34 \cdot 10^{-5}$	13,5			
NT2	$3,34 \cdot 10^{-3}$	27,5			
EP1	$3,34 \cdot 10^{-5}$	13,5	950	60	20
EP2	$3,34 \cdot 10^{-3}$	27,5	950	60	20
EP3	$3,34 \cdot 10^{-5}$	13,5	1100	60	20
EP4	$3,34 \cdot 10^{-3}$	27,5	1100	60	20
EP5	$3,34 \cdot 10^{-5}$	13,5	950	480	20
EP6	$3,34 \cdot 10^{-3}$	27,5	950	480	20
EP7	$3,34 \cdot 10^{-5}$	13,5	1100	0	20
EP8	$3,34 \cdot 10^{-3}$	27,5	1100	0	20
EP9	$3,34 \cdot 10^{-5}$	13,5	950	240	20
EP10	$3,34 \cdot 10^{-3}$	27,5	950	240	20
EP11	$3,34 \cdot 10^{-5}$	13,5	1200	0	20
EP12	$3,34 \cdot 10^{-3}$	27,5	1200	0	20

Tableau 13: Conditions de traitement thermique des échantillons de torsion

Les échantillons sont ensuite préparés et analysés par la technique EBSD. On réalise ensuite une analyse Kernel avec un pas de 15 microns et non plus 10 comme précédemment car les désorientations sont globalement plus faibles. Les figures sont consignées dans la partie

« Planches » en annexe (planches 1 à 22)

## **b) Résultats**

### *i. Taille des grains*

On constate que les tailles de grains sont très hétérogènes sur la plupart des échantillons et que les grains atteignent des tailles très importantes, notamment pour les échantillons traités à une température faible pendant longtemps. L'échantillon EP5 (planche 15) en particulier montre des grains recristallisés très gros (jusqu'à 400 microns), à tel point que le nombre de « grains complets » est trop faible sur cet échantillon pour réaliser une analyse statistique du nombre ou de la taille de grains. L'échantillon EP5 est initialement faiblement écroui et donc un traitement thermique à une température relativement basse engendre une germination limitée, voire pas de germination du tout. On peut en effet penser qu'il existe, à une température donnée, un seuil de densité de dislocations en dessous duquel la germination ne se déclenche pas, c'est la notion bien connue d'écrouissage critique [HUM04]. Dans ce cas, la différence d'écrouissage de part et d'autre de certains joints de grain peut induire de la croissance de grain (Strain Induced Grain Boundary Migration, SIBM) plus rapide que celle liée à la simple énergie de joint de grain. Pour des traitements suffisamment longs, cela peut donc se traduire par des croissances de grain très hétérogènes comme observées ici.

### *ii. Mesure de la fraction recristallisée*

Le Tableau 14 donne les valeurs de la fraction de la surface de l'échantillon où l'analyse de Kernel donne moins de  $0,8^\circ$  (avec un pas de 15 microns), ainsi que la dureté moyenne calculée sur 10 points régulièrement répartis sur l'échantillon. On considère que cette fraction calculée est une estimation de la fraction recristallisée. Elle augmente avec le temps de traitement thermique.

Les échantillons NT1 et NT2 montrent une fraction de matière faiblement désorientée ( $<0,8^\circ$ ) qui est non nulle. En fait, le matériau montre des zones de désorientation inférieure à  $0,8^\circ$  sans avoir subi de traitement thermique. Ceci signifie que la déformation est faible et que certaines zones sont peu écrouies. On comprend donc que l'on commet une erreur jusqu'à au moins 5% par cette méthode de calcul de la fraction recristallisée.

Échantillon	Fraction reX	HV300	Échantillon	Fraction reX	HV300
NT1	5,00%	126	EP6	42,00%	90
NT2	1,00%	134	EP7	40,00%	106
EP1	11,00%	120	EP8	45,00%	99
EP2	15,00%	104	EP9	51,00%	105
EP3	29,00%	111	EP10	25,00%	95
EP4	67,00%	108	EP11	39,00%	104
EP5	64,00%	93	EP12	54,00%	95

Tableau 14: Fraction de l'échantillon dont la désorientation interne est inférieure à  $0,8^\circ$  et dureté moyenne Vickers pour une charge de 3 N

La figure 112 montre la corrélation entre la dureté moyenne du matériau et sa fraction dite « recristallisée », à partir de l'analyse de Kernel. La courbe montre que la dureté diminue lorsque la fraction recristallisée augmente, ce qui est attendu.

Si l'on considère une loi de mélange (bien que non réaliste avec seulement 10 points de mesure) on s'attend à ce que la dureté diminue de manière linéaire entre la dureté initiale et la dureté du matériau recristallisé lorsque la fraction recristallisée évolue de 0 à 100% . Or, la courbe que l'on présente montre que la dureté diminue d'abord très vite puis tend vers 90, la dureté du matériau recristallisé. Cette tendance est similaire pour les deux échantillons de torsion. Il existe plusieurs raisons qui peuvent expliquer cela:

- La restauration est en compétition avec la recristallisation et diminue la dureté des surfaces non encore recristallisées.
- La fraction ReX (recristallisée) de surface de désorientation inférieure à  $0,8^\circ$  sous-estime la fraction recristallisée réelle.



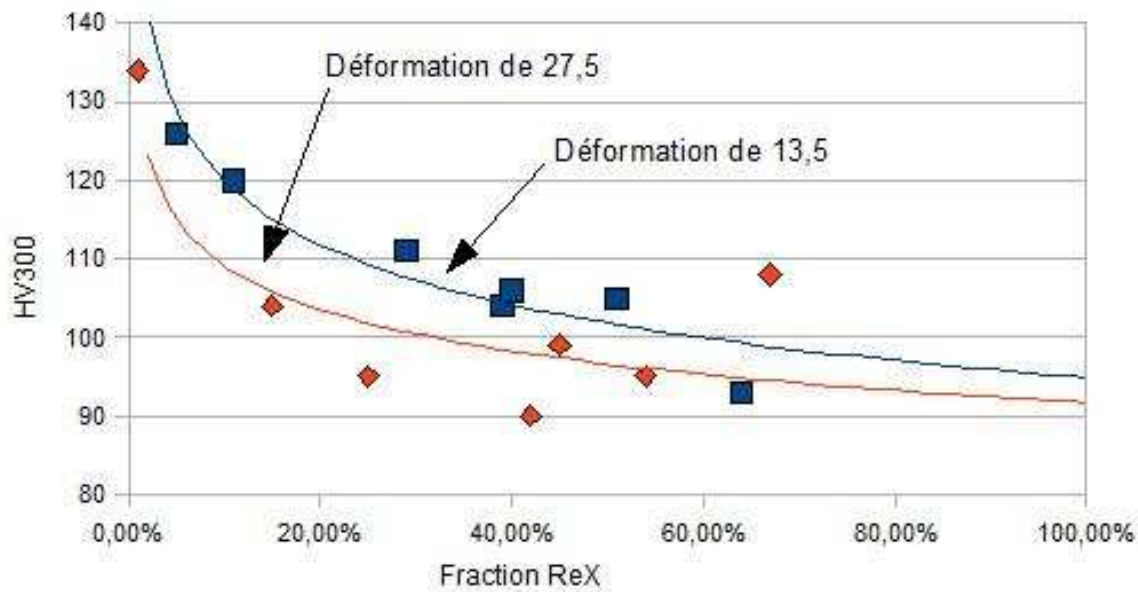


Figure 112: Corrélation entre la dureté et la fraction de surface où la désorientation est inférieure à  $0,8^\circ$

Sur le 2<sup>e</sup> point, la fraction ReX que l'on calcule grâce aux analyses Kernel peut être faussée du fait des désorientations liées à la préparation des échantillons. En effet, le polissage mécanique engendre une surface écrouie sur le matériau qui peut induire des désorientations cristallographiques locales significatives (malgré les attaques chimiques qui normalement atténuent l'écrouissage en surface). Pour l'échantillon EP3 (planche 13) qui semble entièrement recristallisé, on calcule par exemple une fraction ReX de 29% seulement. On a donc de bonnes raisons de croire que la fraction recristallisée réelle est sous-estimée par cette méthode de calcul.

Il existe clairement une relation entre la microdureté et la fraction recristallisée. La microdureté est une méthode simple et rapide, par rapport à l'analyse MEB et EBSD pour calculer la fraction recristallisée notamment dans les cas où la morphologie des grains ne permet pas de distinguer sans ambiguïté les grains recristallisés.

Cependant, pour une fiabilité optimisée, le nombre de points de mesure doit être suffisamment grand, la surface doit être débarrassée de tout écrouissage qui puisse altérer la dureté (par un traitement chimique plus long par exemple), et la restauration doit être prise en compte notamment dans le cas de traitement thermique où les temps de chauffe sont très grands. On propose donc la relation suivante pour calculer la fraction recristallisée, qui s'affranchit des problèmes liés à l'analyse de Kernel:

$$HV = HV_{\text{ReX}} \times (\% \text{ Re X}) + HV_{\text{Restau}} \times (1 - \% \text{ Re X})$$

$$\Rightarrow \% \text{ Re X} = \frac{HV - HV_{\text{Restau}}}{HV_{\text{ReX}} - HV} \quad (157)$$

Avec  $HV_{\text{Restau}}$  la dureté du matériau restauré et non encore recristallisé.

La dureté  $HV_{\text{Restau}}$  peut être calculée facilement grâce au modèle de restauration proposé au début de ce chapitre et grâce à la relation HDD présentée au chapitre II de cette thèse, reliant la densité de dislocation à la dureté. La figure qui suit représente les mesures de fraction recristallisée par la méthode d'analyse Kernel superposées aux mesures de fraction recristallisée estimées par les mesures de microduretés (équation 157). La fraction recristallisée calculée par analyse EBSD est, dans la plupart des cas, inférieure à celle calculée par microduretés. Deux choses peuvent expliquer cette différence. D'abord, la fraction recristallisée par microduretés peut être surestimée si la dureté des grains seulement restaurés est proche de la dureté de l'état recristallisé. Dans ce cas, ce que l'on calcule par l'équation 157 est la somme de la fraction recristallisée avec la fraction de matière intensément restaurée. En effet, tous ces échantillons faiblement écrouis sont soumis à des températures où la restauration est très active.

Il se peut également que la fraction calculée par analyse EBSD soit sous-estimée si l'état de surface de l'échantillon altère le signal EBSD, comme on peut le voir sur l'échantillon EP3.

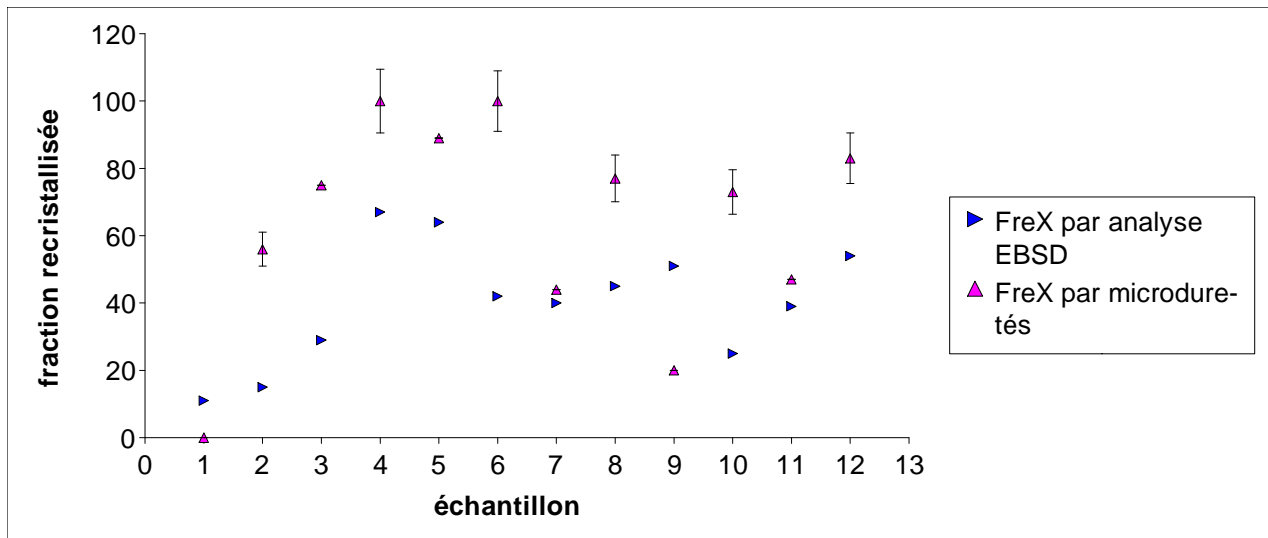


Figure 113: Pour les 12 échantillons, comparaison entre les fractions recristallisées calculées par analyse EBSD et par mesure de la microdureté

### iii. Influence du temps de traitement

On observe sur les éprouvettes EP1, EP9 et EP5 (écrouissage minimum) puis sur les éprouvettes

EP2, EP10 et EP6 (écrouissage maximum) l'influence du temps de traitement (figure 114). La fraction de surface de désorientation inférieure à  $0,8^\circ$  ainsi que la microdureté Vickers à 3N sont tracées en fonction du temps de palier. La fraction recristallisée augmente et la dureté diminue lorsque le temps de palier augmente. Cette variation est d'autant plus marquée que l'échantillon est écroui.

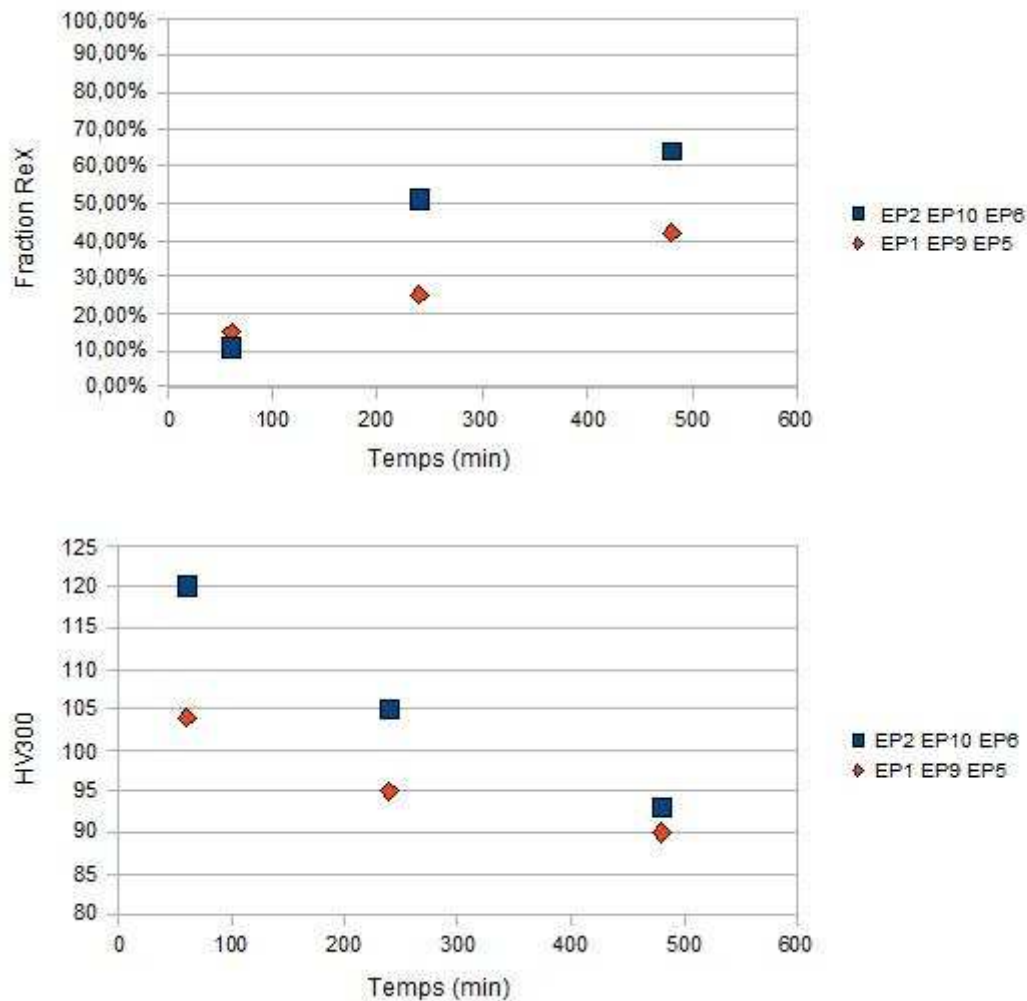


Figure 114: Évolution de la fraction de surface de désorientation inférieure à  $0,8^\circ$  (en haut) et de la microdureté Vickers à 3N (en bas) en fonction du temps de traitement pour les deux échantillons de torsion

#### iv. Influence de l'écrouissage initial

Sur la figure 115, on montre que, pour tous les traitements thermiques, l'échantillon le plus dur des deux (NT2 est plus dur que NT1) initialement a systématiquement une dureté finale plus faible que l'échantillon le moins écroui, à la suite d'un même traitement thermique. Ceci s'explique par le fait qu'un écrouissage plus important représente d'autant plus d'énergie stockée dans le matériau, ce

qui augmente à la fois la probabilité de germination et la force motrice de la recristallisation. On génère donc une fraction recristallisée plus importante, et une dureté associée plus faible.

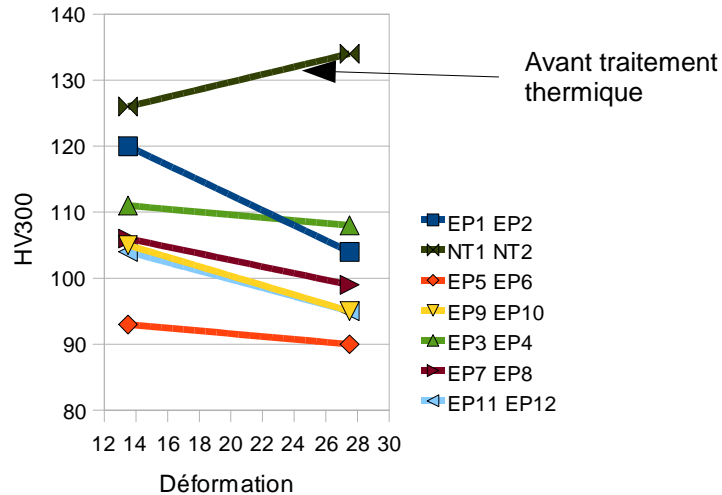


Figure 115: Dureté en fonction de la déformation initiale pour les échantillons non traités et ayant subi les traitements thermiques décrits dans le tableau 13

#### V.4. Conclusion

Dans ce chapitre, on s'est intéressé à l'évolution de la microstructure du tantale déformé lors de traitements thermiques. A partir d'échantillons dont on connaît le niveau d'écroutissage, on a effectué trois études. La première a permis de mettre en place un modèle de restauration. Ce modèle est défini par rapport à la densité de dislocations telle qu'elle a été définie dans le chapitre traitant de la rhéologie du tantale. Ce modèle est directement applicable à des simulations thermo-mécaniques de procédés de mise en forme. En particulier, on est capable de définir la densité de dislocation suite à une opération de fluotournage, et son évolution lors d'un traitement thermique d'adoucissement n'impliquant pas de recristallisation. Inversement, le modèle conçu permet d'estimer l'énergie stockée qui reste disponible pour la recristallisation, après une période de chauffe longue telle qu'elle existe en milieu industriel sur pièces fluotournées.

Une autre étude a permis d'observer in situ la recristallisation du tantale. Cela a permis de mettre en évidence l'hétérogénéité de ce phénomène à l'échelle granulaire, cette hétérogénéité étant elle-même liée à l'hétérogénéité de l'écroutissage. La distribution de cet écroutissage est lié au mode de chargement lors de la déformation (facteur de Taylor en particulier). D'autre part, on a observé l'évolution de certains grains qui suggèrent, en s'appuyant sur d'autres études issues de la littérature, une propension importante dans le tantale à former des cellules de dislocations qui évoluent vers des germes potentiels de recristallisation. Les informations de cette étude ne permettent cependant pas de mettre clairement en évidence les mécanismes de formation des germes, ou leur cinétique.

Cette dernière cinétique semble bien souvent reliée à des temps d'incubation, au cours desquels la structure se réorganise à partir d'une sous-structure héritée des étapes de déformation. Enfin, l'étude alimente l'intérêt et la perspective d'observer ces phénomènes à une échelle plus fine.

On a proposé dans la troisième et dernière partie, une étude de la recristallisation du tantale sur des échantillons de torsion faiblement écrouis à partir de traitements thermiques réalisés dans un four. Les résultats montrent une corrélation entre la fraction recristallisée et la microdureté du matériau. Cette corrélation devrait permettre de calculer aisément une fraction recristallisée pour ce type d'échantillon. Cette étude montre par ailleurs que la cinétique de recristallisation est « classique » dans le sens où un écrouissage important et une température plus haute augmentent la formation des germes ainsi que la force motrice de la recristallisation, et qu'un temps de traitement plus important permet d'augmenter la fraction recristallisée.

Par ailleurs, les observations faites sur la fraction recristallisée évoquent un comportement classique du tantale en recristallisation qui pourrait se modéliser en utilisant un modèle de type Avrami, avec toutefois une compétition entre restauration et recristallisation qui est d'autant plus importante que les temps de chauffe sont longs, et les températures cibles basses. Dans ce cadre, et pour poursuivre la même philosophie que celle qui a présidé à la modélisation de la restauration, le suivi de la variable interne densité de dislocations semble approprié pour prendre en compte ce type de compétition.

La perspective de ce travail est la mise en place d'un modèle de recristallisation sur la base des observations qui ont été faites. Dans un premier temps, on suggère une analyse in situ à une échelle plus fine, à l'aide d'une platine chauffante, de la formation et des évolutions de germes de recristallisation. Cette analyse permettra de mettre en place un modèle d'activation de germes. Dans un second temps, on propose de déformer des échantillons de tantale d'une façon homogène, dans des conditions de déformation et de vitesse de déformation variables, et de réaliser des traitements thermiques de recristallisation. Dans les cas où l'analyse de Kernel est ambiguë, la mesure de la microdureté doit permettre d'estimer une valeur de la fraction recristallisée, et d'alimenter un modèle de recristallisation. Ce modèle pourra décrire les phénomènes de germination-croissance à partir de la variable interne densité de dislocation considérée jusqu'ici.

## VI. Bilan

On rappelle que l'on cherche à prédire l'état métallurgique d'une pièce en tantale qui a été successivement fluotournée puis soumise à un traitement thermique, ceci impliquant la modélisation du procédé de fluotournage et la modélisation du comportement du tantale soumis à des sollicitations thermomécaniques et thermiques.

### VI.1. Conclusion

Dans la première partie, on a mis en place un modèle rhéologique pour le tantale dépendant de la densité de dislocations sur une gamme de température et vitesse de déformation suffisante pour être utilisée pour la simulation du fluotournage. Parallèlement à ces résultats, nous avons établi un modèle de comportement du cuivre, qui était notre matériau école pour la validation numérique du fluotournage. Nous avons défini une relation entre la dureté Vickers d'un matériau et sa densité de dislocations, l'avons appliqué au tantale et au cuivre et avons validé l'approche sur le tantale. Cette relation permet notamment de quantifier la densité de dislocations d'un pièce qui a été déformée et/ou restaurée en utilisant la micro-indentation.

Dans une seconde partie, on a montré que le logiciel Forge2007® avec une formulation lagrangienne munie d'algorithmes spécifiques (autocontact, outil flottant) était capable a priori de modéliser le procédé de fluotournage avec la loi de comportement physique du tantale. Les aspects tribologie ainsi que thermique du fluotournage n'ont pas été étudiés en détail. De même la déviation des outils est un point qui semble important et que l'on a négligé dans cette étude par manque d'information. Malgré ces manques, nous avons montré que le modèle développé prédit des efforts appliqués par les molettes qui sont en bon accord avec les mesures expérimentales. Les résultats de fluotournage ont montré aussi comment la géométrie de la molette (angle d'attaque notamment) et la cinématique influencent l'état de contrainte appliqué au matériau.

Cette étude a été l'opportunité également de poursuivre le développement d'une formulation ALE. Cette approche très appropriée aux procédés de mise en forme incrémentaux a été validée sur le fluotournage mais également sur le formage incrémental par point. On a montré une nette amélioration de la conservation des surfaces libres par ces développements par rapport à la formulation ALE existante. La méthode ALE présente un intérêt pour le gain de précision qu'elle peut apporter pour un temps de calcul identique à la méthode Lagrangienne.

Dans la quatrième partie, on a établi un modèle de restauration statique, qui utilise les données en sortie de la modélisation du fluotournage pour prédire l'évolution de la densité de dislocations au cours d'un traitement thermique de restauration. Ce modèle suppose l'absence de recristallisation, et est donc compatible avec des vitesses de chauffe assez faibles, ou des températures de traitement faibles. Enfin, dans ce dernier chapitre, on a présenté des résultats d'observations in situ de la

recristallisation du tantale et proposé des mécanismes de germination en relation avec l'orientation des grains. En effet, on a suggéré que les grains acquièrent un écrouissage d'autant plus important que leur orientation est peu favorable à la déformation, et que cet écrouissage représente d'autant plus d'énergie pour alimenter le mécanisme de recristallisation. Ces observations sont en accord avec la littérature, et confirment le caractère non homogène de la recristallisation de ce matériau. Elles pourront servir de base au développement d'un modèle.

## VI.2. Perspectives

Les observations in situ des mécanismes de recristallisation ont été réalisées dans les derniers temps du travail de thèse. Ils laissent supposer que la cinétique de recristallisation du tantale peut dépendre de l'orientation des grains et donc de la texture acquise lors de la déformation. Or le modèle de comportement actuel du tantale ne permet pas de rendre compte d'effets cristallographiques, puisqu'il suppose que l'écrouissage est homogène et isotrope.

Le développement d'un modèle de recristallisation pourra donc nécessiter par la suite de revoir le modèle de comportement et d'y intégrer la notion de texture. Néanmoins, le fluotournage est un procédé qui déforme la matière selon des directions et des modes très divers, et qui devrait générer une déformation relativement homogène à l'échelle granulaire. Une observation EBSD d'un échantillon de tantale avec une analyse de Taylor permettra d'apporter des éléments de compréhension. Si toutefois, la déformation reste hétérogène, il sera important de mesurer l'importance de ces hétérogénéités sur la cinétique globale de recristallisation et sur la taille des grains de la microstructure recristallisée.

La mise en place d'un modèle de recristallisation devrait passer par la réalisation de traitements thermiques sur des échantillons dont on connaît parfaitement l'histoire thermomécanique avec une mesure associée de la fraction recristallisée et de la taille des grains recristallisés. Ce modèle devra prendre en compte la compétition avec le mécanisme de restauration qui est rapide dans ce matériau.

Une autre perspective qui est évidente consistera à réaliser des essais de fluotournage de tantale, puis à réaliser des micro-indentations en divers points dans le volume, pour les transformer en densités de dislocations et les comparer aux données de la simulation. Ensuite il serait judicieux de réaliser sur ces pièces de tantale des traitements thermiques, et de réévaluer les densités de dislocations, la fraction recristallisée et la taille des grains recristallisées pour les comparer aux données du modèle de recristallisation/restauration.

Concernant la méthode ALE, d'une part, il sera intéressant d'optimiser en temps de calcul la convergence des algorithmes itératifs liés à la régularisation du maillage. D'autre part, la parallélisation du code ALE permettra de réaliser des calculs plus rapides.

Enfin, on peut citer un dernier point que l'on a pas abordé, il s'agit de la fluotournabilité du tantale, c'est-à-dire la capacité du matériau à supporter les très grandes déformations sous forme incrémentale sans s'endommager. Le tantale est un matériau extrêmement ductile présentant une saturation de son écrouissage, il est donc possible que l'on ne trouve pas de limitation claire à cette capacité.





## VII. Bibliographie

- ARV83:** Arvitzur B., Handbook of metal forming, 1983 , John Wiley and sons
- BAR04:** Barboza J.A.B., Traitement du contact entre corps déformables et calcul parallèle pour la simulation 3D du forgeage multicorps, 2004 , Thèse de l'Ecole des Mines de Paris
- BEC93:** Beckenhauer D., Niessen P., Pick R., Effect of heating rate on the recrystallization temperature of tantalum, 1993 , Journal of material science letters
- BEL04:** Bellet M., Fachinotti V. D., ALE method for the solidification modelling, 2004 , Computer methods in applied mechanics and engineering
- BEL05:** Bellet M., Jaouen O., Poitraul I., An ALE-FEM approach to the thermomechanics of solidification processes with application to the prediction of pipe shrinkage, 2005 , International Journal of Numerical Methods for heat and Fluid Flow
- BEL78:** Belytschko T.B., Kennedy J.M., Computer-models for subassembly simulation, 1978 , Nuclear Engineering and Design
- BEL97:** Belytschko T., Liu W.K., Arbitrary Lagrangian Eulerian Formulations, 1997
- BEN89:** Benson D.J., An efficient, accurate, simple. ALE method for nonlinear finite element programs, 1989 , Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering
- BOU05:** Boussetta R., Estimateurs d'erreur et remaillage adaptatif: application à la simulation 3D des procédés de mise en forme des matériaux, 2005 , Thèse de l'Ecole des Mines de Paris
- BOY99:** Boyère E., Contribution à la modélisation numérique thermomécanique tridimensionnelle du forgeage, 1999 , Thèse de l'Ecole des Mines de Paris
- BUC01:** Bucaille J.L., Simulation numérique de l'indentation et de la rayure des verres organiques, 2001 , Thèse de l'Ecole des Mines de Paris
- BUY96:** Buy F., Etude expérimentale et modélisation du comportement plastique du tantale. Prise en compte de la vitesse de déformation et du trajet de chargement, 1996 , thèse de l'Université de Metz

**CHA98:** Chaudhri M.M., Subsurface strain distribution around Vickers hardness indentations in annealed polycrystalline copper, 1998 , Acta Materialia

**CHA98:** Chang S., Huang C., Yu S., Han Y., Shieh T., Chung H., Yao H., Shyu G., Tube spinnability of AA2024 and 7075 aluminium alloys, 1998 , Journal of materials Processing technology

**CHE02:** Chen Y.L. Jones A.R., The microstructure and recrystallization of flow-formed oxide-dispersion-strengthened ferritic alloy: part I: deformation structure, 2002 , Metallurgical and materials transactions A

**CHE022:** Chen, Y.L, Jones A.R., Pond R.C., Miller U., The microstructure and recrystallization of flow-formed oxide-dispersion-strengthened ferritic alloy: part II:recrystallization behavior, 2002 , Metallurgical and materials transactions A

**CHE95:** Chenot J.L., Bellet M., The ALE Method for the numerical simulation of material forming processes, 1995 , Simulation of Materials Processing; Theory, Methods and Applications, Shen and Dawson

**COT50:** Cottrell A.H., Aytakin V., The flow of zinc under constant stress, 1950 , Journal of inst. metals

**DEL08:** Delalondre F., Guerdoux F., Fourment L., 3D Simulation of Adiabatic Shear Bands in High Speed Machining, 2008 , American Institute of Physics, NUMIFORM '07; Proceedings of the 9th International Conference on Numerical Methods in Industrial Forming Processes

**DEL082:** Delalondre F., Modélisation et étude 3D des phénomènes de cisaillement adiabatiques dans les procédés de mise en forme à grande vitesse. , 2008 , Thèse de l'Ecole des Mines de Paris

**DON83:** Donea J., Arbitrary Lagrangian-eulerian finite element methods, 1983 , Computer Methods for Transient Analysis

**FOU06:** Fourment L., Guerdoux S., Enhanced transport and remeshing schemes for ALE formulation applied to Friction Stir Welding, 2006 , proceedings of the 9th Esaform Conference on Material Forming, Glasgow, UK, April 26-28, N. Juster and A? Rosochowsky (editors), Akapit, Krakow, Poland

- FOU07:** Fourment L., Delalondre F., Guerdoux S., Simulation numérique 3D de la formation de Bandes de Cisaillement Adiabatique aux Grandes Vitesses, 2007 , Colloque HSIMP, Senlis
- FOU92:** Fourment L., , Estimateurs d'erreur et maillage adaptatif pour la simulation numérique des procédés de mise en forme, 1992 , Thèse de l'Ecole des Mines de Paris
- FRE01:** Fresnois S., Modélisation polycristalline du comportement mécanique du tantale. Application à la mise en forme par hydroformage. , 2001 , Thèse de l'Ecole Centrale Paris
- FRI64:** Fridel J., Dislocations, 1964 , Pergamon Press
- GIA99:** Giannakopoulos A.E., Suresh S., Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation, 1999 , Scripta Materialia
- GOU98:** Gouveia B.P.P., Rodrigues J.M.C., Martins P.A.F., Steady-state finite elements analysis of cold forward extrusion, 1998 , Journal of Material Processing Technology
- GOU982:** Gouveia B.P.P., Rodrigues J.M.C., Martins P.A.F., Finite element modeling of cold forward extrusion using updated lagrangian and eulerian-lagrangian formulations , 1998 , Journal of Material Processing Technology
- GUE07:** Guerdoux S., Simulation numérique du soudage par frottement malaxage, 2007 , Thèse de l'Ecole des Mines de Paris
- HAR02:** Hartwig K.T., Mathaudhu S.N., Maier H.J., Karaman I., Ultrafine Grained Materials II, TMS, 2002 , in : Zhu Y.T., Langdon T.G., Mishra R.S., Semiatin S.L., Saran M.J., Lowe T.C.
- HAY79:** Hayama M., Kudo H., Experimental Study of Tube Spinning, 1979 , Bulletin of the JSME
- HER96:** Hertzberg R.W., Deformation and fracture mechanics of engineering materials , 1996 , John Wiley & Sons, fourth edition
- HIR82:** Hirth J.P., Lothe J., Theory of dislocations, 1982 , John Wiley and Sons
- HUA05:** Hua F.A., Yang Y.S., Zhang Y.N., Guo M.H., Guo D.Y., Tong W.H., Hu Z.Q., Three-dimensional finite element analysis of tube spinning, 2005 , Journal of material Processing technology

- HUE04:** Huétink J., Wisselink H.H., 3D FEM simulation of stationary metal forming processes with applications to slitting and rolling , 2004 , Journal of Materials Processing Technology
- HUE90:** Huétink J.? Vreede P.T., Van der Lugt J., Progress in mixed Euler-Lagrange FE simulation of forming processes, 1990 , International Journal of NUMerical Methods in Engineering
- HUG81:** Hughes T. J.R. Liu W.K., Zimmermann T.K., Lagrangian-Eulerian finite element formulation for incompressible viscous flows, 1981 , Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering
- HUM04:** Humphreys F.J., Hatherly M., Recrystallization and relate annealing phenomena, 2004 , Elsevier seconde edition
- JAH00:** Jahazi M., Ebrahimi G., The influence of flow-forming parameters and microstructure on the quality of a D6ac steel, 2000 , Journal of Materials processing technology
- JUA98:** Juanicotena A., Etude théorique et expérimentale du comportement viscoplastique des matériaux aux grandes déformations et grandes vitesses de déformation, 1998 , Thèse de l'Université de Metz
- KAL07:** Kalu P.N., Waryoba D.R., A JMAK microhardness model for quantifying the kinetics of restoration mechanisms in inhomogeneous microstructure, 2007 , Material Science of Engineering A
- KAL64:** Kalpakcioglu S., Maximum Reduction in power spinning of tubes, 1964 , Journal of Engineering for industry, Transactions of the ASME
- KAL82:** Kalpakjian S., Rajagopal S., Spinning of Tubes: <A Review, 1982 , Journal of Applied Metalworking
- KAL82:** Kalpakjian S., Rajagopal S., Spinning of Tubes: A Review, 1982 , Journal of Applied Metalworking
- KEM972:** Kemin X., Yan L., Xianming Z., The disposal of key problems in the FEM analysis of tube stagger spinning, 1997 , Journal of Materials Processing technology
- KIM96:** Kim H., Lee S.M., Altan T., Prediction of hardness in cold backward extruded cups, 1996 ,

Journal of Material Processing Technology

**KLE75:** Klepaczko J.R., Thermally activated flow and strain rate history effects for some polycrystalline f.c.c. metals, 1975 , Material Science and Engineering

**KUH50:** Kuhlmann D., Theory of After-Effect Phenomena, 1950 , Z. Phys.,

**LAI97:** Leico GmbH, Spinning and flow forming, 1997 ,

**LAR01:** Larsson P.L., Investigation of sharp contact at rigid-plastic conditions, 2001 , International journal of mechanical sciences

**MA93:** Ma Z.E., Optimal angle of attack in tube spinning, 1993 , Journal of Materials Processing Technology

**MAG94:** Magnin B., Modélisation du remplissage des moules d'injection pour polymères thermoplastiques par une méthode eulérienne-Lagrangienne Arbitraire, 1994 , Thèse de l'Ecole des Mines de Paris

**MAT06:** Mathaudhu S.N., Hartwig K.T., Grain refinement and recrystallization of heavily worked tantalum, 2006 , Materials Science and Engineering A

**MAT07:** Mathaudu S.N., Hartwig K.T., Processing microstructure property relationships in severely deformed tantalum, 2007a , Materials Science and Engineering A

**MATWEB:** , [www.matweb.com](http://www.matweb.com)

**MCI96:** McIvor A. M., Valkenburg R.J., A comparison of local surface geometry estimation methods, 1996 , Machine Visions and Applications

**MCL02:** <http://www.irishscientist.ie/2002>, The Irish scientist

**MON94:** Montmitonnet P., Simulation des écoulements élastoplastiques par éléments finis, 1994 , Séminaire de plasticité, CEMEF, Sophia Antipolis

**NAB64:** Nabarro F.R.N., Basinski Z.S., Holt D.B., The plasticity of pure single crystals, 1964 , Advanced Physics

- NAW98:** Nawi I., Mahdavian S.M., Hydrodynamic lubrication analysis for tube spinning process , 1998 , Wear
- NEM98:** Nemat-Nasser S., Isaacs J.B., Liu M., Microstructure of high-strain, high-strain-rate deformed tantalum, 1998 , Acta Metallurgica
- NES95:** Nes E., Recovery revisited, 1995 , Acta Metallurgica
- NES97:** Nesterenko V.F., Meyers M.A., LaSalvia J.C., Bondar M.P., Chen Y.J., Lukyanov Y.L., Shear localization and recrystallization in high-strain, high-strain-rate deformation of tantalum, 1997 , Materials Science and Engineering
- PAC76:** Packam C.L., Leifeld & Co, Ahlen, Germany W., Metal spinning and shear and flow forming, 1976 , Metallurgia and metal forming
- PET03:** Petruška J., Janiček L., On the evaluation of strain inhomogeneity by hardness measurement of formed products , 2003 , Journal of Material Processing Technology
- PHI08:** Philippe S., Fourment L., Montmitonnet P., Application of the Arbitrary Lagrangian Eulerian formulation to the numerical simulation of stationary forming processes with dominant tangential material motion, 2008 , Steel research international 79 (vol 2) (2008), Special Edition Metal Forming Conference 2008, The 12th International Conference METAL FORMING 2008, Akademia Gorniczo-Hutnicza - Krakow, Poland, 21-24 Septembre
- POP05:** Popa S., Quasi-symmetrical contact algorithm and recurrent boundary conditions: application to 3D metal forging simulations , 2005 , Thèse de l'Ecole des Mines de Paris
- REG83:** Regazzoni G., Comportement et ductilité du cuivre et du tantale purs dans le domaine de vitesse de déformation  $10^{-4}$  à  $10^3$  s<sup>-1</sup>, 1983 , Thèse de l'Université scientifique et médicale de Grenoble
- RIT07:** Rittel D., Bhattacharyya A., Poon B., Zhao J., Ravichandran G., Thermomechanical characterization of pure polycrystalline tantalum, 2007 , Material Science and Engineering A
- ROB73:** Roberts W., Bergström Y., The stress-strain behaviour of single crystals and polycrystals of face-centered cubic metals- A new dislocations treatment, 1973 , Acta Metallurgica

- RUM98:** Rumiński M., Łuksza J. Kusiak J., Paćko M., Analyss of the effect of die shape on the distribution of mechanical properties and strain field on the tube sinking process , 1998 , Journal of Material Processing Technology
- RUN94:** Runge M., Spinning and floxw forming, 1994 , Leifeld GmbH, Werkzeugmaschinenbau/Verlag Moderne industrie AG, D-86895, Landsberg/Lech
- SAN01:** Sandim H.R.Z, Martins J.P., Padilha A.F., Orientation effects during grain subdivision and subsequent annealing in coarse-grained tantalum, 2001 , Scripta Materialia
- SAN05:** Sandim H.R.Z., Martins J.P., Pinto A.L., Padilha A.F., Recrystallization of oligocrystalline tantalum deformed by cold rolling, 2005 , Materials science and engineering
- SAN99:** Sandim H.R.Z., Padilha A.F., RAndle V., Blum W. , Grain subdivision and recrystllization in oligocrystalline tantalum during cold swaging and subsequent annealing, 1999 , International journal of refractory metals and hard materials
- STO99:** Stocker C., Developments of the arbitrary lagrangian method in non-linear solid mechanics. Application to forming processes, 1999 , Ph. D. thesis, Universiteit Twente
- STU02:** Stüwe H.P., Padilha A.F., Siciliano F. Jr, Competition between recovery and recrystallization, 2002 , Materials Science and Engineering A
- TAB51:** Tabor D., The hardness of metals, 1951 , Oxford Claredon press, Oxford
- TAY38:** Taylor, Plastic strain in metals, 1938 , Journal Inst. Metals
- TEK01:** Tekkaya A.E., Relationship between Viskers hardness and yield stress for cold formed materials, 2001 , Steel research
- TRA01:** Traoré K., Simualtion Thermomécanique du laminage circulaire. Développement d'une formulation quasi-Eulérienne tridimensionnelle sur une architecture parallèle, 2001 , Thèse de l'Ecole des Mines de Paris
- VAN79:** Vandermeer R.A., Snyder JR W.B., Recovery and recrystallization in rolled tantalum single crystals , 1979 , Metallurgical Transactions A



- VEC94:** Vecchio K.S., High-strain, high-strain-rate deformation of tantalum and tantalum-tungsten alloys, 1994 , Journal de Physique IV, colloque C8, supplément au Journal de Physique III
- VER83:** Vergès J.-P., Bernadou J.-P., Fluotournage, 1983 , Les techniques de l'Ingénieur
- VER96:** Verdier M., Saeter J.A., Janecek M., Brechet Y., Guyot P., Duly D., Nes E., 1.Ørsund R., Kinetics and microstructural aspect of recovery in Al, Al-Mg and Al-Mn alloys, 1996 , Materials science forum
- VER99:** Verdier M., Brechet Y., Guyot P., Recovery of AlMg alloys: flow stress and strain-hardening properties , 1999 , Acta Materialia
- WAN97:** Wang J., Gadal M.S., Formulation and survey of ALE method in nonlinear solid mechanics, 1997 , Finite Elements in Analysis and Design
- WEI03:** Wei Q., Jiao T., Mathaudhu S.N., Ma E. ,Hartwig K.T., Ramesh K.T., Microstructure and mechanical properties of tantalum after equal channel angular extrusion (ECAE), 2003 , Materials Science and Engineering A
- WEL68:** Wells C. H. , The Control of Buildup and Diametral Growth in Shear Forming, 1968 , Journal of Engineering for Industry
- WON03:** Wong C.C., Dean T.A., Lin J., A review of spinning, shear forming and flow forming processes, 2003 , International Journal of Machine Tools & Manufacture
- WON04:** Wong C.C., Dean T.A., Lin J., Incremental forming of solid cylindrical components using flow forming principles, 2004 , Journal of Materials Processing Technology
- WON04:** Wong C.C., Dean T.A., Lin J., Incremental forming of solid cylindrical components using flow forming principles, 2004 , Journal of Materials Processing Technology
- WON05:** Wong C.C., Lin J., Dean T.A., Effects of roller path and geometry on the flow forming of solid cylindrical components, 2005 , Journal of Materials Processing Technology
- XU01:** Xu Y., Zhang S.H., Yang K., Shan D.B., Lu Y., 3D rigid-plastic FEM numerical simulation on tube spinning, 2001 , Journal of Materials Processing technology

**XUE97:** Xue K., Lu Y., Zhao X., 1.The disposals of key problems in the FEM analysis of tube stagger spinning, 1997 , Journal of materials processing technology

**XUE972:** Xue K., Wang Z., Lu Y., Li K., Elasto-plastic FEM analysis and experimental study of diametral growth in tube spinning, 1997 , Journal of materials processing technology

**ZIE87:** Zienkiewicz O.C., Zhu J.Z., A simple error estimator and adaptive procedure for practical engineering analysis, 1987 , International Journal for Numerical Methods in Engineering

**ZIE92:** Zienkiewicz O.C., Zhu J.Z., The superconvergent patch recovery and a posteriori error estimates. Part I: The recovery technique, 1992 , International Journal for Numerical Methods in Engineering

**ZIE922:** Zienkiewicz O.C., Zhu J.Z., The superconvergent patch recovery and a posteriori error estimates. Part I: Error estimates and adaptivity, 1992 , International Journal for Numerical Methods in Engineering



## Index des illustrations

Figure 1: Procédés de repoussage et de fluotournage [RUN94].....	8
Figure 2: Procédé de repoussage [RUN94].....	9
Figure 3: Fluotournage conique [LAI97].....	9
Figure 4: Défauts en fluotournage conique [ARV83].....	10
Figure 5: Procédés de fluotournage direct et inverse [WON03].....	11
Figure 6: Expansion de la région de déformation plastique lors du fluotournage inverse [XUE97].	15
Figure 7: Evolution de la dureté en fonction de la densité de dislocations.....	28
Figure 8: Courbes de contrainte/ déformation du tantale étudié, pour 4 vitesses de d'outil.....	33
Figure 9: Positionnement des thermocouples sur l'échantillon de compression.....	34
Figure 10: Évolution dans le temps de la température en trois points (cœur, contact outil, coté à mi-hauteur) d'un pion lors de sa compression à $V = 1$ mm/s.....	34
Figure 11: Évolution dans le temps de la température en deux points (cœur, contact outil) d'un pion lors de sa compression à $V = 10$ mm/s.....	35
Figure 12: Schéma représentant les gradients de températures selon nos hypothèses.....	36
Figure 13: Epreuve de torsion statique et dynamique.....	38
Figure 14: Dispositif Hopkinson.....	39
Figure 15: Courbes de contrainte déformation des essais de torsion statique et dynamique.....	41
Figure 16: Courbes modélisées et expérimentales a) en compression b) en torsion. Les courbes utilisent toutes les mêmes paramètres (voir tableau 1).....	46

Figure 17: Courbes de température expérimentales et analytiques avec les paramètres déterminés par tous les essais pour deux vitesses de compression, 1 mm/s et 10 mm/s.....47

Figure 18: Augmentation de la température pour les essais de compression et de torsion dynamique, valeurs calculées.....48

Figure 19: Courbes de contrainte en fonction de la déformation, expérimentales et numériques par la méthode des éléments finis pour quatre vitesses d’outil 0.01 mm/s, 0.1 mm/s, 1 mm/s, 10 mm/s49

Figure 20: Courbes de températures en fonction de la déformation au cours d’essais de compression, expérimentales, analytiques et numériques pour quatre vitesses d’outil a)  $V = 0.01$  mm/s , courbes obtenues par le modèle thermique et par la simulation FEM b)  $V = 0.1$  mm/s, courbes obtenues par le modèle thermique et par la simulation FEM c)  $V = 1$  mm/s, courbes obtenues par le modèle thermique et par la simulation et expérimentales d)  $V = 10$  mm/s, courbes obtenues par le modèle thermique et par la simulation et expérimentales .....51

Figure 21: Courbes de contrainte/déformation pour l'essai 1 à  $0.014 \text{ sec}^{-1}$ , expérimentale en pointillés, et modèle en trait plein.....55

Figure 22: Courbes de contrainte/déformation pour l'essai 2 à  $0.05 \text{ sec}^{-1}$ , expérimentale en pointillés, et modèle en trait plein.....56

Figure 23: Courbes de contrainte/déformation pour l'essai 3 à  $0.1 \text{ sec}^{-1}$ , expérimentale en pointillés, et modèle en trait plein.....56

Figure 24: Évolution de la vitesse de déformation représentative au cours de l'indentation.....59

Figure 25: Simulation par la méthode des éléments finis de l'indentation (Forge2005®), à gauche, maillage en coupe, à droite, mesure de la diagonale de l'empreinte.....63

Figure 26: Schéma de procédure de détermination de la relation HDD, et de sa validation expérimentale.....64

Figure 27: Courbes de dureté en fonction de la charge appliquée pour différentes valeurs de la densité de dislocations initiale du tantale.....65

Figure 28: Courbes de dureté en fonction de la densité de dislocations pour une charge appliquée de

3 N dans le cas du tantale. Comparaison entre la simulation par éléments finis et la relation HDD. 66

Figure 29: Courbes de sensibilité de la relation HDD aux coefficients de Tabor, A)le coefficient  $c$ , B)la déformation représentative, C)le coefficient  $K$ .....67

Figure 30: Pion de compression de tantale coupé en deux et quadrillé par des mesures de microduretés.....68

Figure 31: Micrographie du tantale initial à gauche et au cœur d'un échantillon de compression à droite.....69

Figure 32: Taille des grains d'un pion de tantale issu de compression, Forge2005®.....70

Figure 33: Accroissement de dureté (en MPa) dû à l'effet Hall et Petch, Forge2005®.....71

Figure 34: Microduretés issues de la simulation à gauche et expérimentales à droite, à des vitesses de compression de 1 mm/s (A et D), 0.1 mm/s (B et E), 0.01 mm/s (C et F), en MPa.....72

Figure 35: Courbes de dureté en fonction de la densité de dislocations pour une charge appliquée de 3 N dans le cas du cuivre, issue de la simulation d'indentation et de la relation HDD identifiée.....73

Figure 36: Courbes d'évolution de la densité de dislocation à une vitesse de 20 s<sup>-1</sup>, par intégration implicite, explicite et semi-implicite avec un pas de A)0,02 secondes, B)0,0001 secondes C)0,02 et 0,0001 secondes (l'échelle en ordonnée du graphe A est agrandie afin de mettre en évidence les fortes oscillations de la courbe d'évolution).....76

Figure 37: Schéma de lissage de la contrainte visqueuse du tantale.....77

Figure 38: Lissage de la contrainte visqueuse du tantale sur une gamme complète de vitesse de déformation.....78

Figure 39: Représentation schématique de l'élasto-viscoplasticité écrouissable à seuil.....82

Figure 40: Rotation libre et translation de la molette.....85

Figure 41: Schéma illustrant la recherche de points en situation de repli.....87

Figure 42: Montage du banc de fluotournage sur un tour classique.....88

Figure 43: Pièces de plomb issues de fonderie.....	89
Figure 44: Courbes de contrainte en fonction de la déformation du plomb pour différentes vitesses, à gauche, tirées de [WON05] , à droite,obtenues à partir du modèle rhéologique défini par la formule (14).....	90
Figure 45: Configuration de la mesure des efforts appliqués par la molette, positionnement du pyromètre.....	91
Figure 46: A gauche, pièces de plomb avant et après fluotournage, à droite, zoom sur les irrégularités en surface.....	92
Figure 47: A gauche, pièce de plomb en cours de fluotournage, à droite, zoom sur les irrégularités en surface.....	92
Figure 48: Pièce 1, à gauche, efforts (kiloNewton) appliqués par la molette en Y, à droite, efforts appliqués par la molette en X, en fonction du temps (secondes).....	93
Figure 49: Pièce 2, à gauche, efforts (kiloNewton) appliqués par la molette en Y, à droite, efforts appliqués par la molette en X, en fonction du temps (secondes).....	93
Figure 50: Pièce 3, à gauche, efforts (kiloNewton) appliqués par la molette en Y, à droite, efforts appliqués par la molette en X, en fonction du temps (secondes).....	93
Figure 51: Direction de la force résultante appliquée par la molette, à gauche avec un angle d'attaque important et à droite avec un angle d'attaque plus faible.....	95
Figure 52: Force radiale appliquée (kiloNewton) par la molette 30°, radiale en gris foncé et axiale en gris clair, en haut par une passe de 1mm et en bas par une passe de 2 mm obtenues avec Forge2007®.....	97
Figure 53: Schéma de la pièce en plomb fluotournée.....	97
Figure 54: Dimensions des pièces en cuivre.....	98
Figure 55: A) Pièce en cuivre initiale sur le mandrin entourée des trois molettes B) Schéma des forces radiales appliquées par les molettes sur la pièce.....	98

Figure 56: Pièces en cuivre fluotournées.....100

Figure 57: Grossissement du diamètre des pièces en fonction de l'angle de la molette .....100

Figure 58: Écart d'épaisseur en fonction de la vitesse d'avance.....101

Figure 59: Grossissement du diamètre en fonction de l'avance.....101

Figure 60: Efforts appliqués par les trois molettes pour les 10 pièces fluotournées.....103

Figure 61: Efforts appliqués par les trois molettes dans le cas des configurations 2 (en haut) et 4 (en bas) en tonnes force par rapport au temps (en secondes).....104

Figure 62: Grossissements du diamètre interne pour les cas (en abscisse) 2, 4, 7 et 9, valeurs numériques et expérimentales en mm.....104

Figure 63: Epaisseurs finales pour les cas (en abscisse) 2, 4, 7 et 9, valeurs numériques, expérimentales et consigne en mm.....104

Figure 64: Mesure de la microdureté à trois endroits différents sur la pièce fluotournée.....105

Figure 65: Duretés le long de la pièce fluotournée pour les pièces 2, 4, 7 et 9, duretés mesurées par indentation et duretés obtenues par la densité de dislocation issue de la simulation numérique et la relation HDD pour le cuivre.....106

Figure 66: Contrainte de Von Mises pour les cas 1 à 4.....108

Figure 67: Vitesse de déformation pour les cas 1 à 4.....108

Figure 68: Densité de dislocations pour les cas 1 à 4.....109

Figure 69: Déformation pour les cas 1 à 4.....109

Figure 70: Température pour les cas 1 à 4.....110

Figure 71: Déformation sur un incrément de temps sur un solide en 2D représentée par une formulation eulérienne (le maillage est fixe). Le solide se déplace pendant l'incrément  $\Delta t$ . Le point matériel défini en A1 à l'incrément  $t$  et défini ensuite en A2 à l'incrément  $t+\Delta t$  voit ses coordonnées



changer dans le repère eulérien.....	115
Figure 72: Déformation sur un incrément de temps, pour un maillage lagrangien à gauche et ALE à droite.....	115
Figure 73: Etapes d'un calcul ALE par la méthode découplée.....	118
Figure 74: Déraffinement d'une surface par régularisation.....	123
Figure 75: Normale consistante en un nœud (en rouge) et normales des facettes voisines.....	127
Figure 76: Erreur géométrique sur un cas 2D: en trait plein, la fonction en fonction de l'angle $\alpha$ (en degrés) tel qu'il est défini par le schéma à droite, en pointillé, la fonction erreur géométrique.....	128
Figure 77: Distribution de l'erreur géométrique en fonction de l'élément, cas 2D.....	128
Figure 78: Sur une pièce fluotournée, à gauche, erreur, au milieu, taille optimale des éléments, à droite, maillage qui en résulte. Au centre, de la pièce, la zone actuellement travaillée par la molette .....	130
Figure 79: Sur une pièce de formage incrémental, à gauche, erreur, au milieu, taille optimale des éléments, à droite, maillage qui en résulte. La flèche désignant la zone actuellement travaillée par l'outil.....	130
Figure 80: Calcul de la vitesse de maillage pour un nœud en surface.....	132
Figure 81: Schéma de projection du maillage ALE issu de[GUE07].....	133
Figure 82: Correction de la position des nœuds en surface par surface polynomiale du troisième degré, ①, avant correction, ②, après correction.....	134
Figure 83: Surface de correction sur un élément, orthogonale aux 3 normales consistantes et contenant les 3 noeuds de la facette de projection.....	135
Figure 84: Repère de travail pour la correction polynomiale.....	135
Figure 85: Procédé de formage incrémental [MCL02].....	138

Figure 86: Maillages et formes de l'outil et de la pièce de la simulation numérique du procédé de formage incrémental avec Forge2007®.....138

Figure 87: Cinématique d'outil de la simulation numérique du procédé de formage incrémental...139

Figure 88: Correction apportée par la surface polynomiale au cours d'une régularisation, (paroi externe à gauche, paroi interne à droite).....143

Figure 89: Evolution du volume sur quelques incréments de la simulation du fluotournage avec les formulations lagrangienne, ALE initiale, ALE modifiée, ALE avec l'erreur géométrique (ALE+EG) (mais pas la correction surfacique), ALE avec la correction surfacique (ALE+COR) (mais pas l'erreur géométrique).....143

Figure 90: Temps de simulation du fluotournage avec la formulation ALE et la formulation lagrangienne.....144

Figure 91: Maillages de la zone de contact lagrangien au dessus et ALE en bas.....146

Figure 92: Pion de compression de tantale coupé en deux quadrillé par des mesures de microdureté .....154

Figure 93: Fonction de densité de probabilité de l'erreur (144).....155

Figure 94: Courbe d'indice de confiance.....156

Figure 95: Densités de dislocations prédites avant (A et E) et après traitement thermique (B, C; D, F, G et H), sur pièces fluotournées.....158

Figure 96: Échantillon de compression (grain 3) à gauche les analyses Kernel avant traitement thermique et après recristallisation, à droite l'analyse du facteur de Taylor des mêmes états.....166

Figure 97: Échantillon de compression (grain 4) à gauche les analyses Kernel avant traitement thermique et après recristallisation, à droite l'analyse du facteur de Taylor des mêmes états .....166

Figure 98: Échantillon de compression (grain 7) à gauche les analyses Kernel avant traitement thermique et après recristallisation, à droite l'analyse du facteur de Taylor des mêmes états .....166

Figure 99: Échantillon de compression (grain 8) à gauche les analyses Kernel avant traitement thermique et après recristallisation, à droite l'analyse du facteur de Taylor des mêmes états .....167

Figure 100: Zones de l'échantillon 6 sélectionnées pour étudier la formation de germes.....170

Figure 101: Zone 1, orientation et analyse Kernel avec et sans joint de grain, pour l'état initial et des traitements thermiques successifs (de gauche à droite, TT 1, 5, 7, 8, 9, 10, 11, 12 et 13).....172

Figure 102: Zone 2, orientation et analyse Kernel avec et sans joint de grain, pour l'état initial et des traitements thermiques successifs (de gauche à droite, TT 1 à 12).....174

Figure 103: Zone 2: orientation sur les traitements thermiques 3 et 10, en noircissant les points d'analyse d'indice de confiance inférieur à 10%.....175

Figure 104: Zone 3, orientation et analyse Kernel avec et sans joint de grain, pour l'état initial et des traitements thermiques successifs (de gauche à droite, TT 1 à 9 et 11 à 13).....176

Figure 105: Zone 3: orientation sur initial et suite aux traitements thermiques 3 et 11, en noircissant les points d'analyse d'indice de confiance inférieur à 10%.....177

Figure 106: Zone 4, orientation et analyse Kernel avec et sans joint de grain, pour l'état initial et des traitements thermiques successifs .....178

Figure 107: Zone 4, orientation et analyse Kernel avec et sans joint de grain, pour l'état initial et des traitements thermiques successifs .....181

Figure 108: Zone 5, orientation et analyse Kernel avec et sans joint de grain, pour l'état initial et des traitements thermiques successifs .....182

Figure 109: Zone 6, orientation et analyse Kernel avec et sans joint de grain, pour l'état initial et des traitements thermiques successifs .....183

Figure 110: Zone 7, orientation et analyse Kernel avec et sans joint de grain, pour l'état initial et des traitements thermiques successifs .....185

Figure 111: Schéma de germes apparaissant sur un grain, analyse Kernel sur le point de mesure (point noir) que l'on compare avec la moyenne des voisins (cercle noir), la flèche donne la direction

principale du gradient d'orientation.....	187
Figure 112: Corrélation entre la dureté et la fraction de surface où la désorientation est inférieure à 0,8° .....	192
Figure 113: Pour les 12 échantillons, comparaison entre les fractions recristallisées calculées par analyse EBSD et par mesure de la microdureté.....	193
Figure 114: Évolution de la fraction de surface de désorientation inférieure à 0,8° (en haut) et de la microdureté Vickers à 3N (en bas) en fonction du temps de traitement pour les deux échantillons de torsion.....	194
Figure 115: Dureté en fonction de la déformation initiale pour les échantillons non traités et ayant subis les traitements thermiques décrits dans le tableau 13.....	195



## Planches

Échantillon	Traitement	Rampe (secondes)	Palier (secondes)	Température effective (°C)
-------------	------------	------------------	-------------------	----------------------------

Échantillon 1	TT1	10	20	1080
	TT2	10	10	1010
	TT3	10	50	950

Échantillon 2	TT1	10	10	1200
	TT2	10	10	1200
	TT3	10	20	1200

Échantillon 3	TT1	10	10	1200
	TT2	10	10	1200
	TT3	10	20	1200

*Planches*

Échantillon 4	TT1	10	0	1050
	TT2	10	0	1050
	TT3	10	10	1050
	TT4	10	10	1050

Échantillon 5	TT1	10	0	1050
	TT2	10	10	1050
	TT3	10	10	1050

Échantillon 6	TT1	10	5	1140
	TT2	10	5	1120
	TT3	10	5	1120
	TT4	10	5	1180
	TT5	10	10	1180
	TT6	10	10	1170
	TT7	10	10	1170
	TT8	10	15	1180
	TT9	10	30	1170
	TT10	10	60	1120
	TT11	10	90	1180
	TT12	10	90	1180
	TT13	10	5	1180

Échantillon 7	TT1	10	20	1050
	TT2	10	10	1050



Échantillon 8	TT1	10	10	1020
	TT2	10	10	1050
	TT3	10	20	950
	TT4	10	30	930
	TT5	10	30	930
	TT6	10	30	925
	TT7	10	120	925

*Tableau 15: Conditions de traitement thermique des échantillons de compression sur platine chauffante dans le MEB*

Échantillon 1

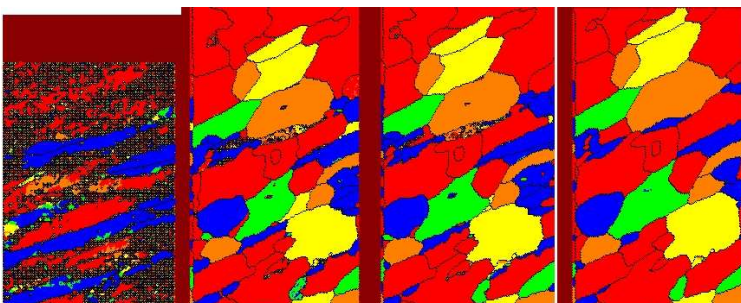
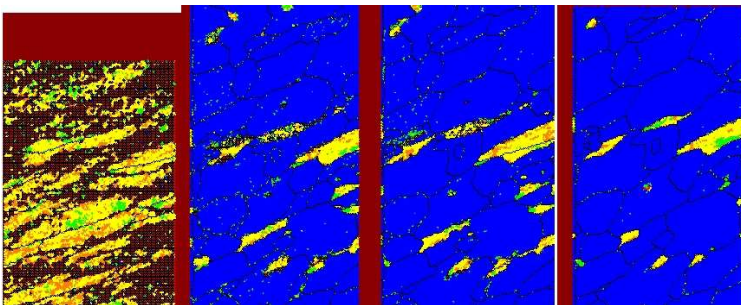
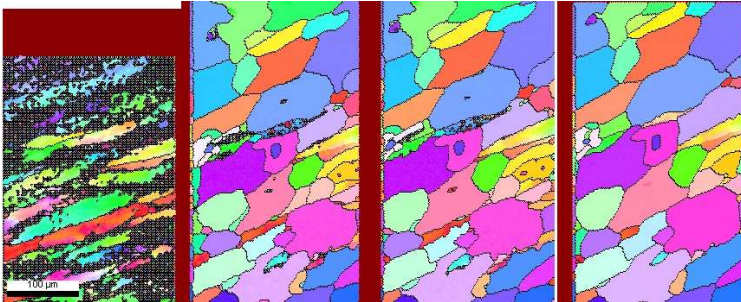
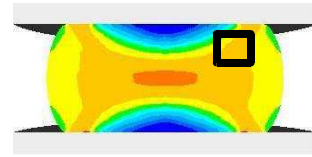


Planche 1: Analyse EBSD sur échantillon de compression 1 initial et suite à traitement thermique: orientation, analyse Kernel, facteur de Taylor



Échantillon 2

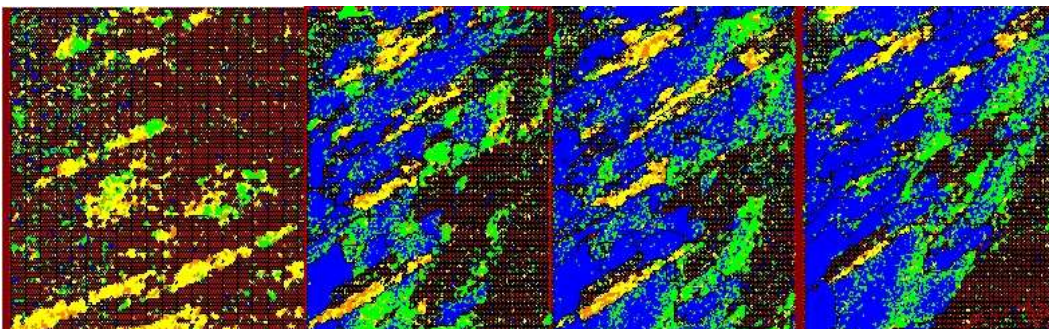
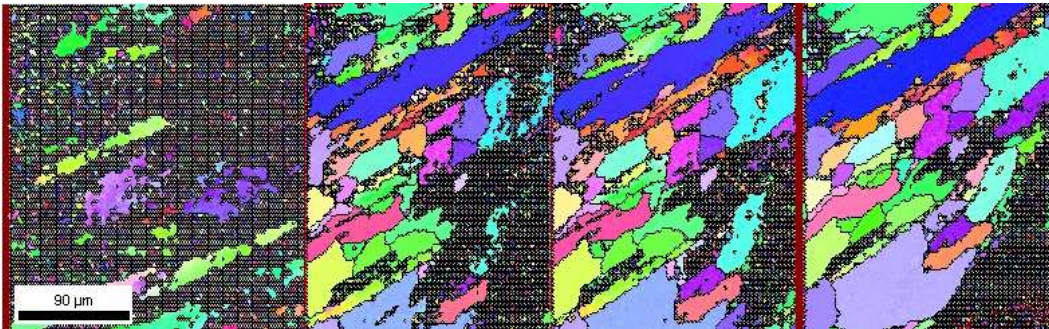
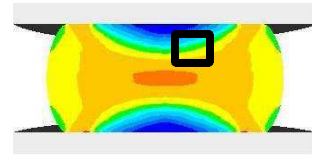


Planche 2: Analyse EBSD sur échantillon de compression 1 initial et suite à traitement thermique: orientation, analyse Kernel, facteur de Taylor



## Échantillon 3

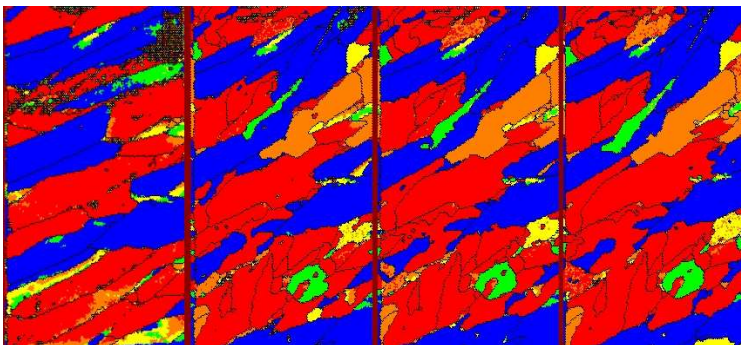
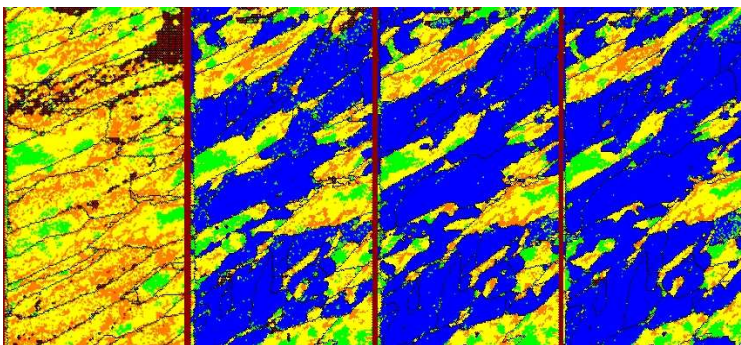
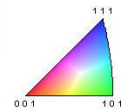
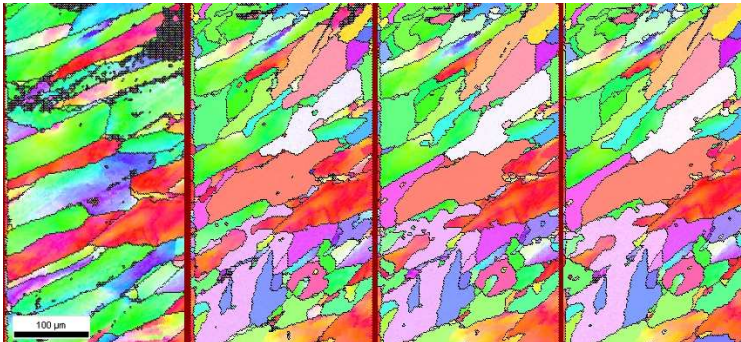
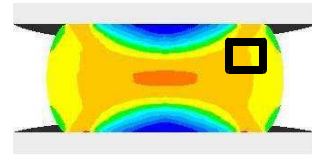


Planche 3: Analyse EBSD sur échantillon de compression 1 initial et suite à traitement thermique: orientation, analyse Kernel, facteur de Taylor

Échantillon 4

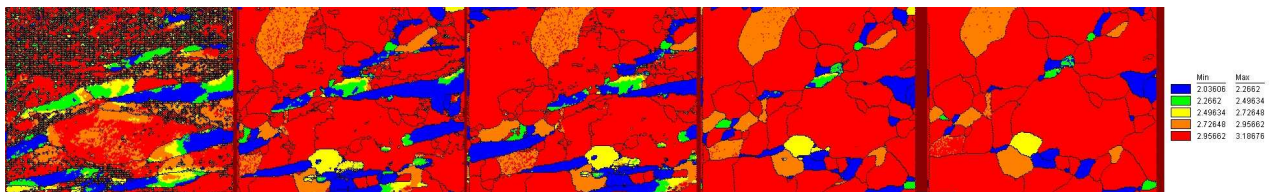
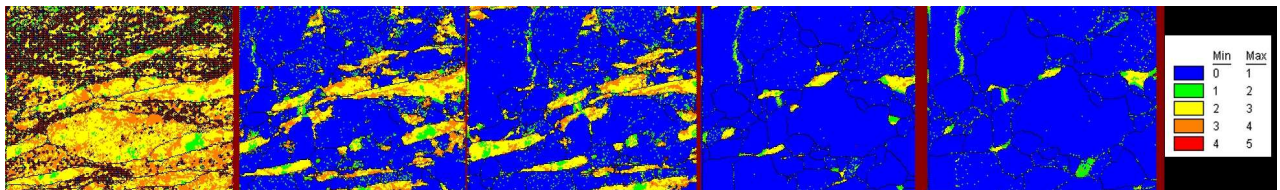
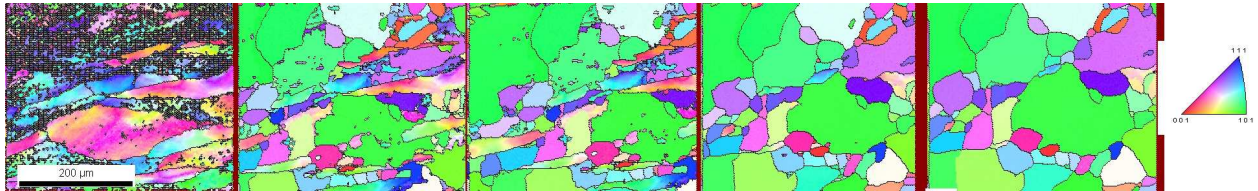
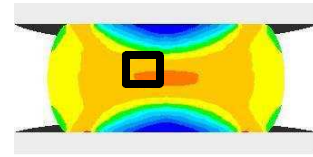


Planche 4: Analyse EBSD sur échantillon de compression 1 initial et suite à traitement thermique: orientation, analyse Kernel, facteur de Taylor



Échantillon 5

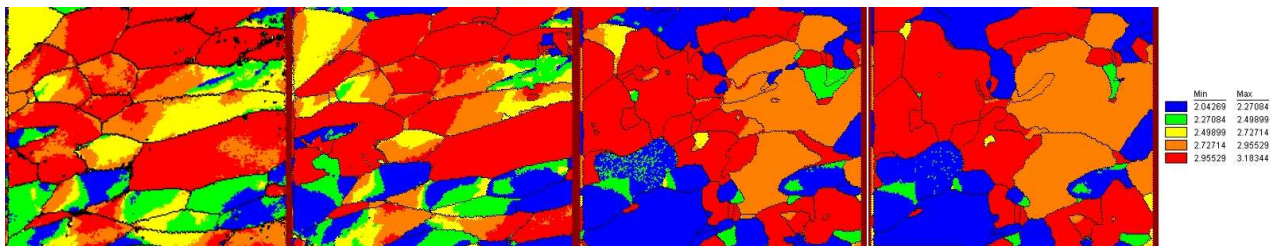
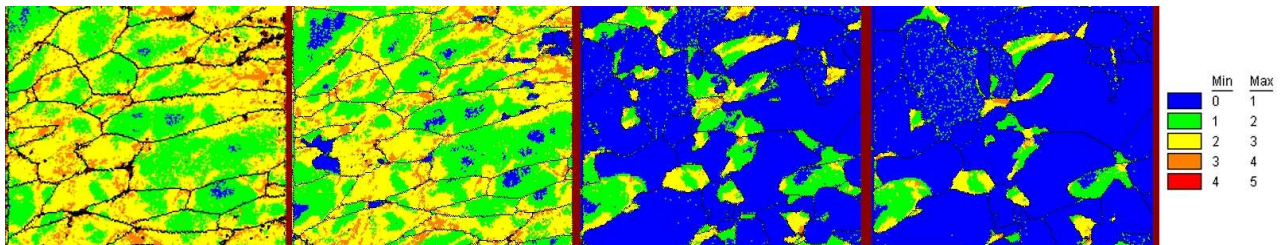
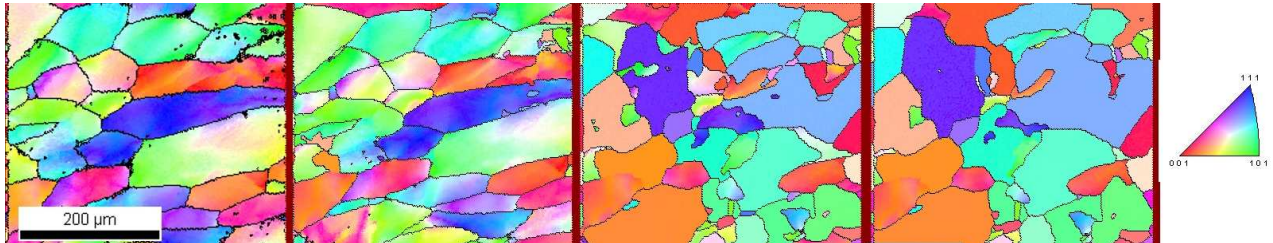
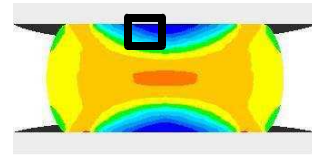
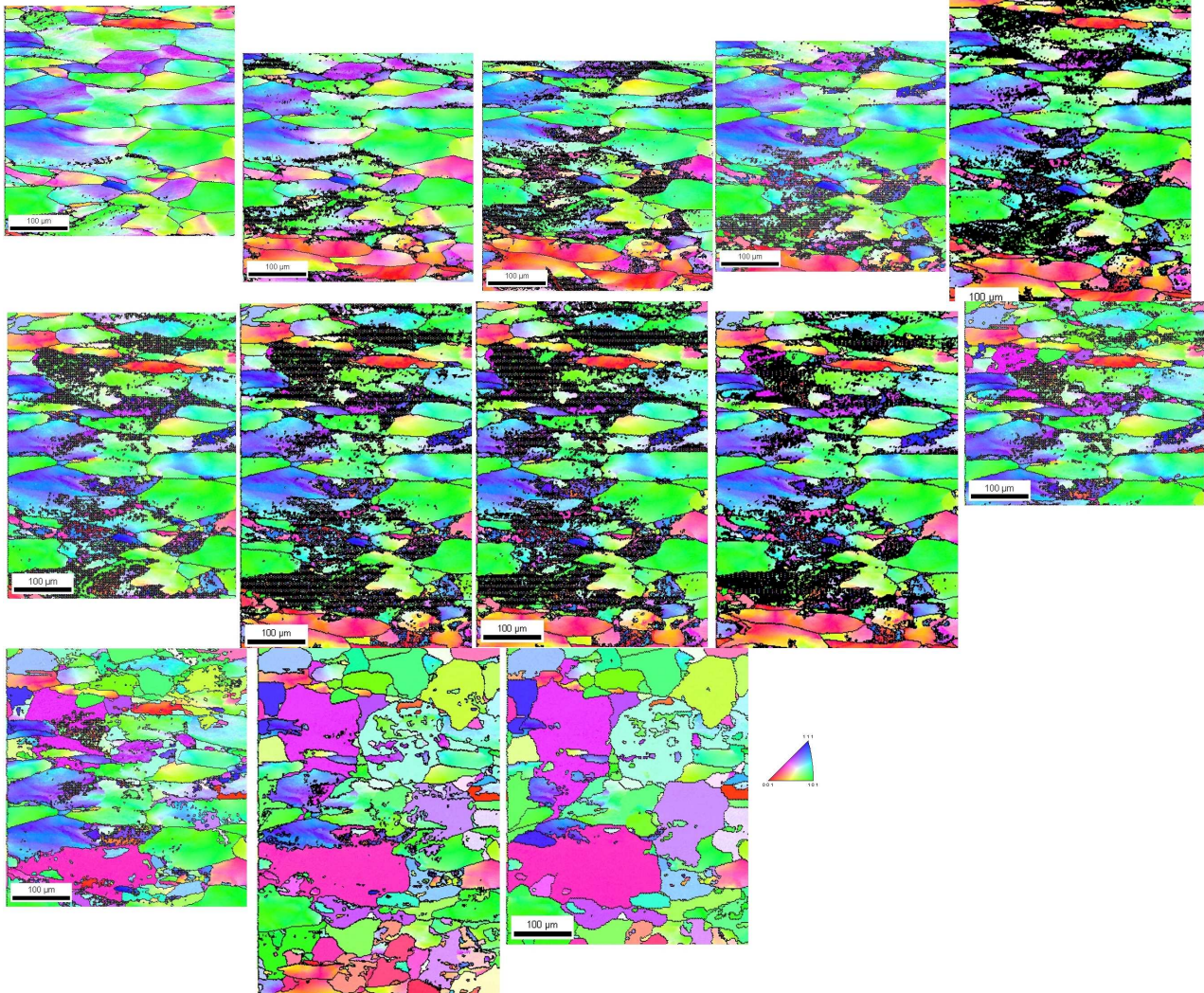
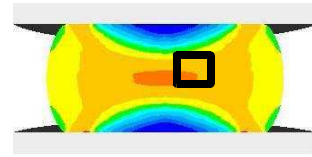
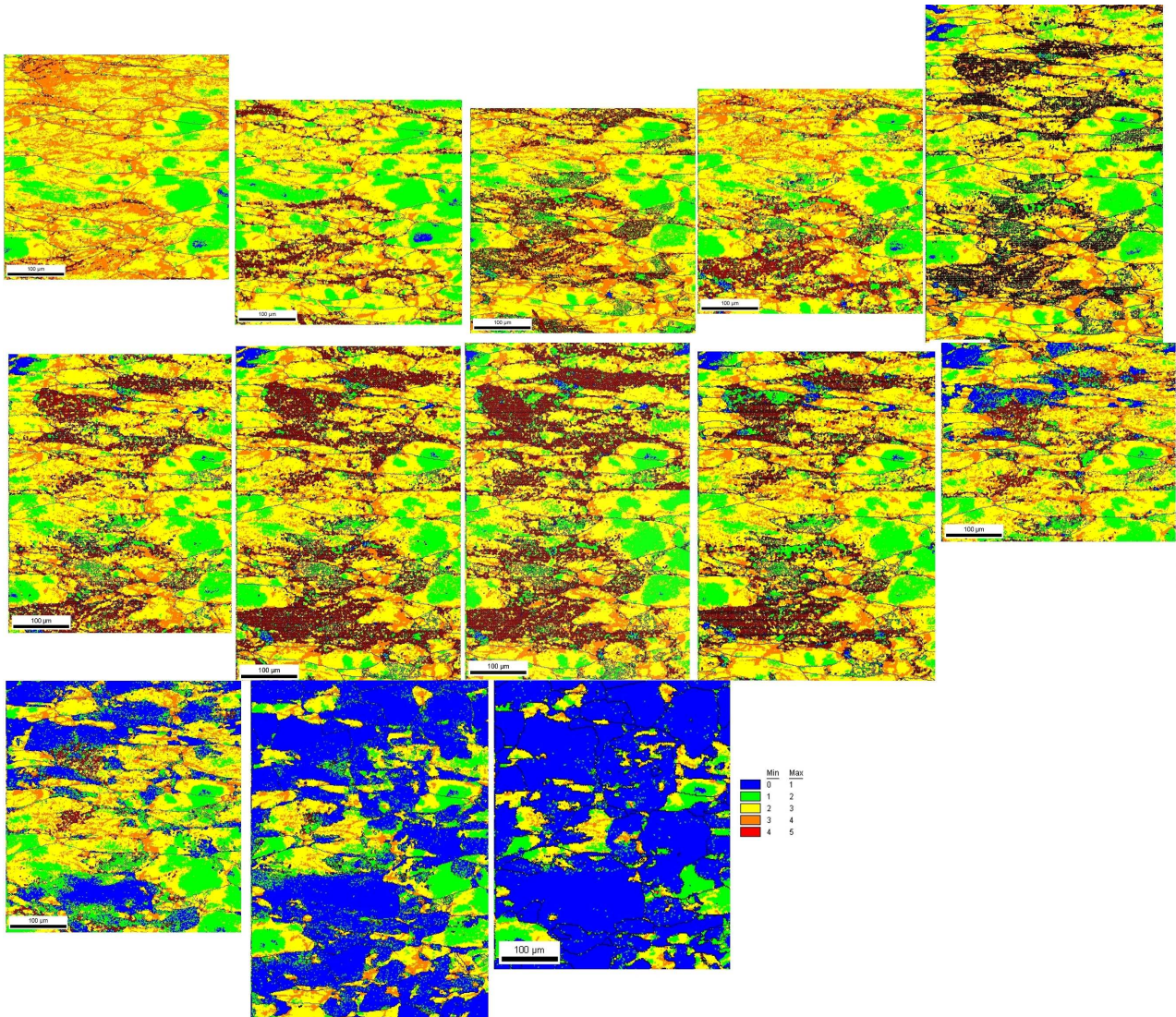


Planche 5: Analyse EBSD sur échantillon de compression 1 initial et suite à traitement thermique: orientation, analyse Kernel, facteur de Taylor

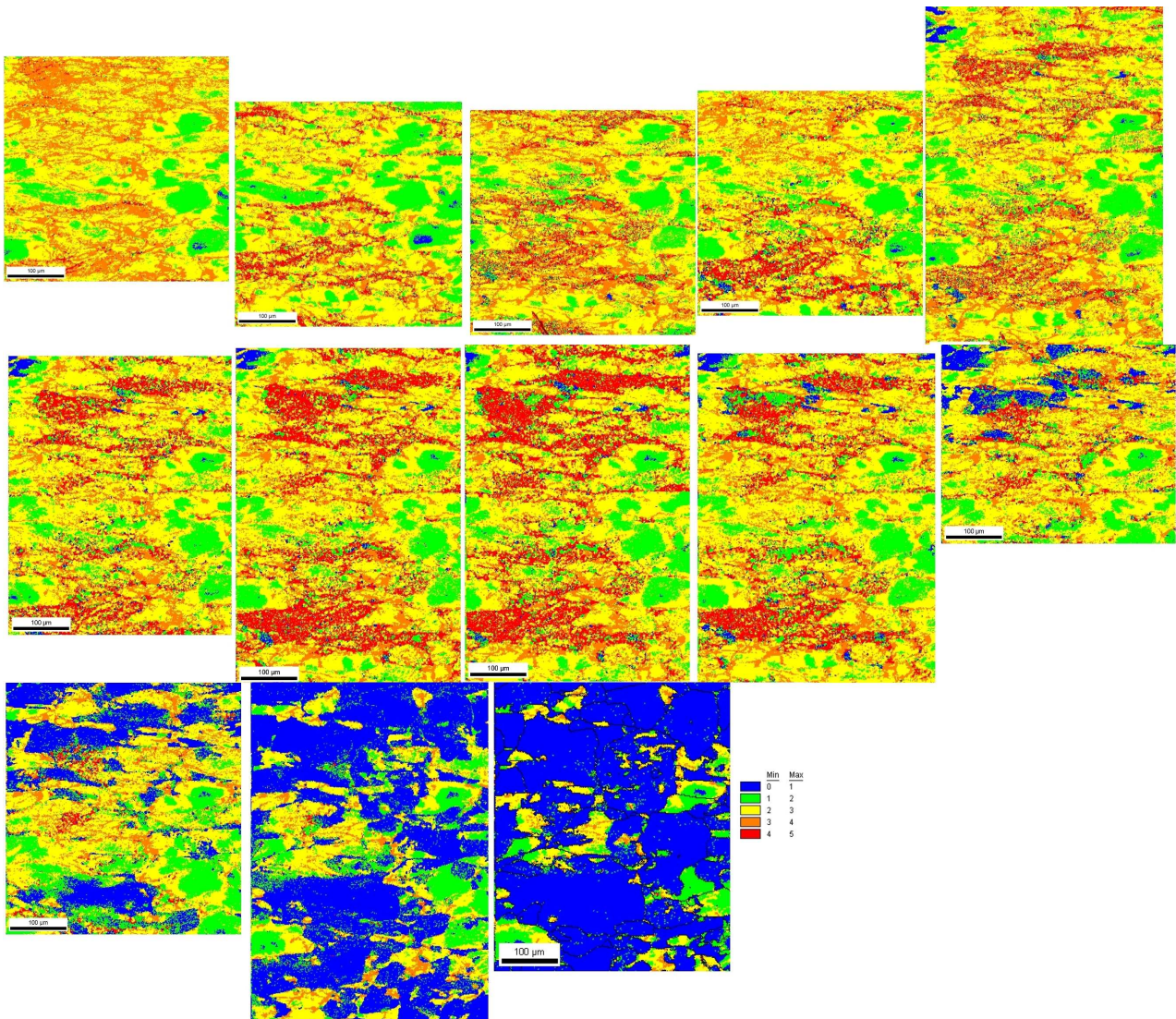
Échantillon 6



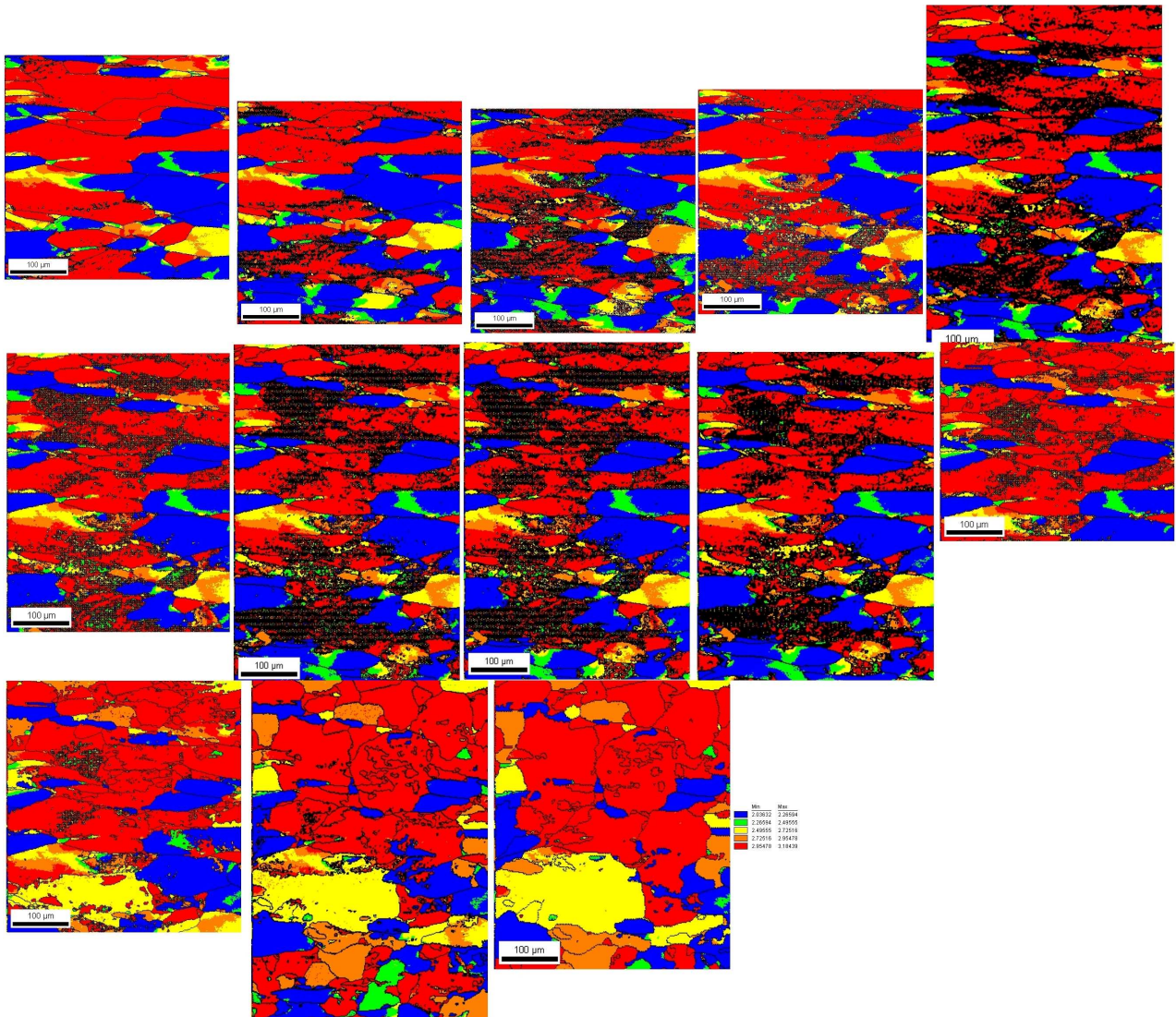




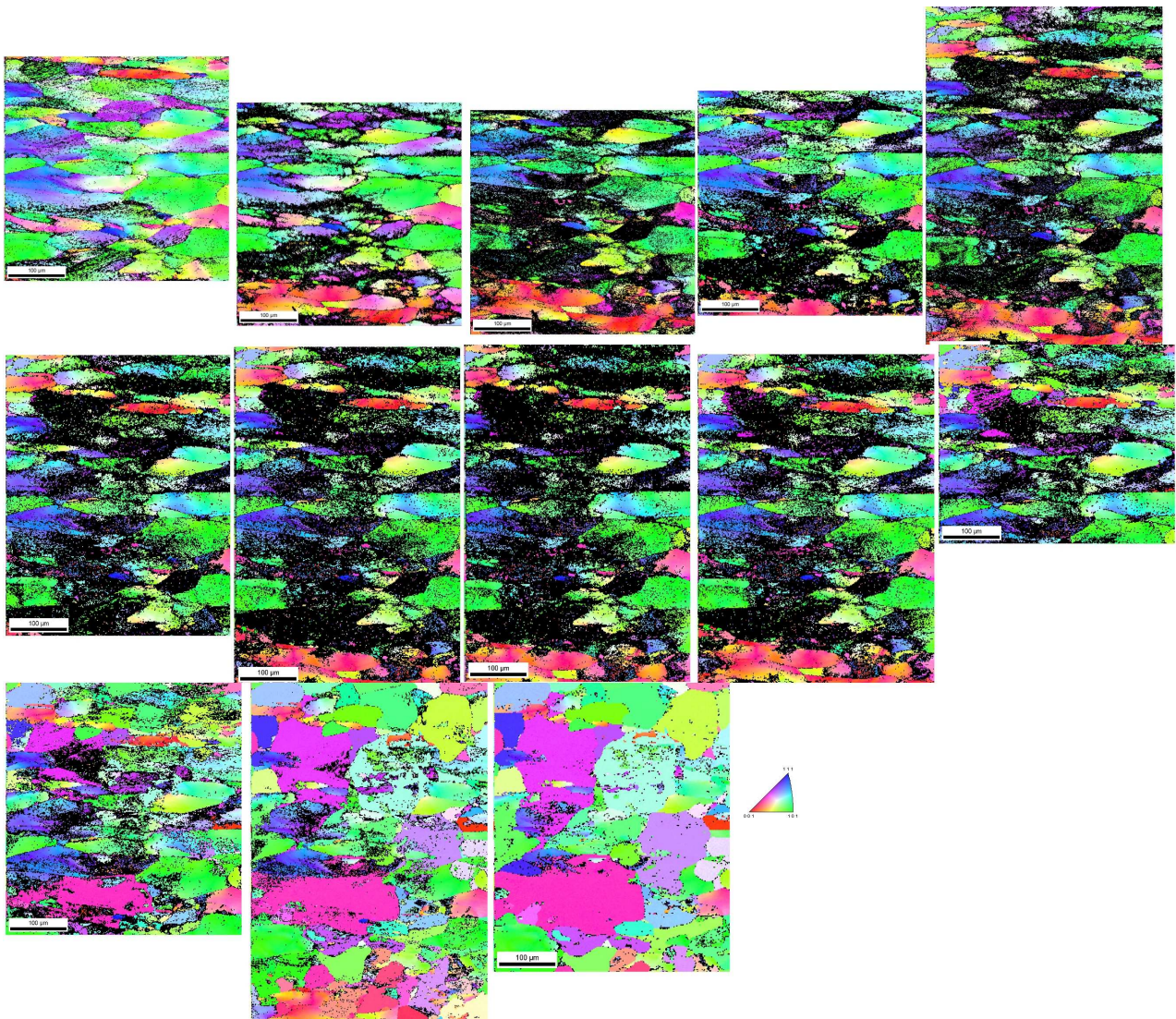












*Planche 6: Analyse EBSD sur échantillon de compression 1 initial et suite à traitement thermique: orientation, analyse Kernel avec et sans les grains, facteur de Taylor, orientation en noircissant les points qui ont un indice de confiance inférieur à 10%*



Échantillon 7

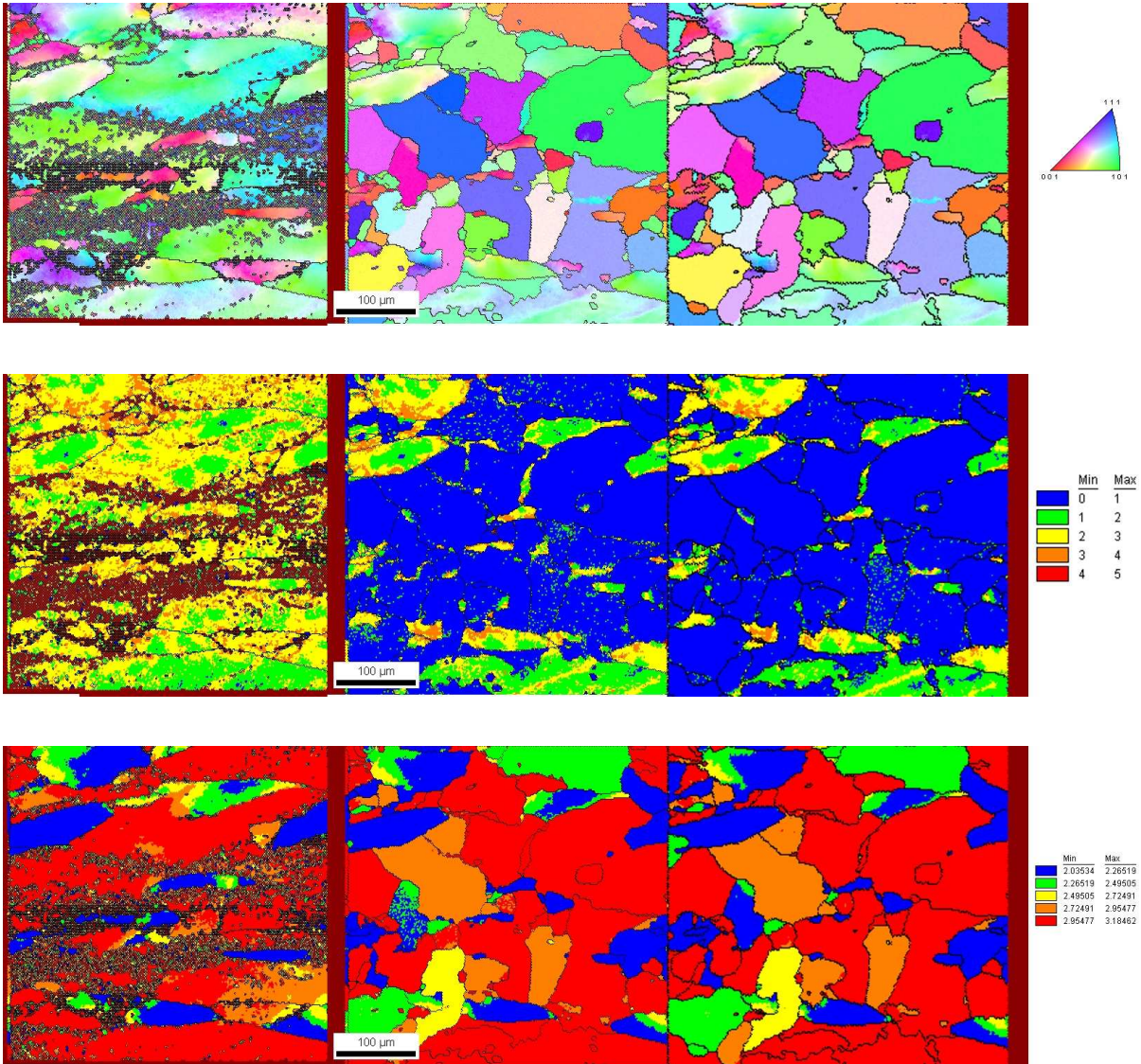
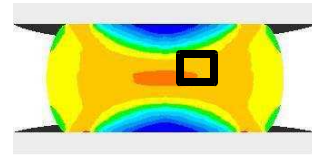
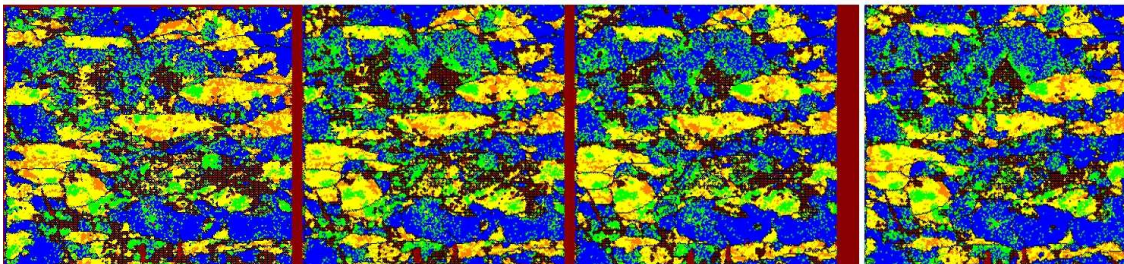
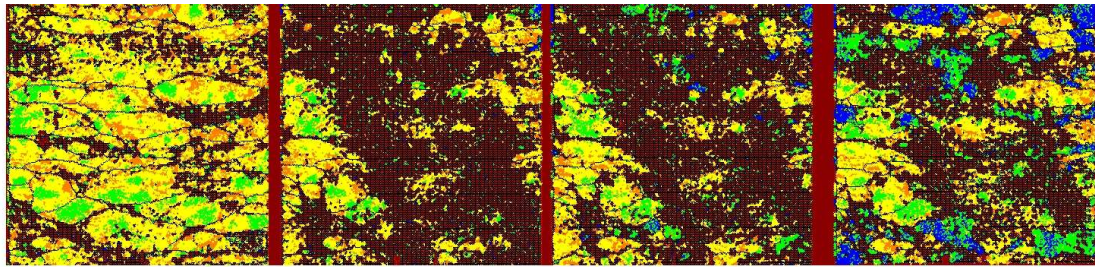
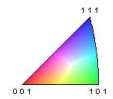
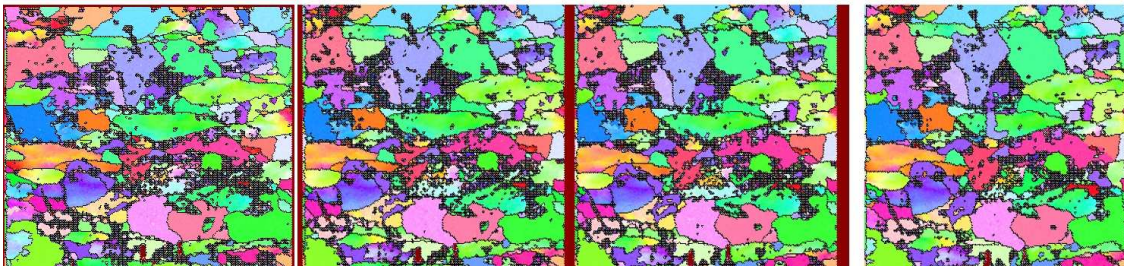
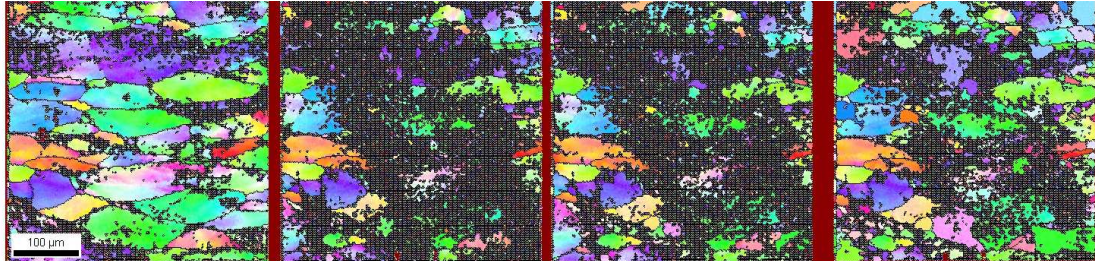
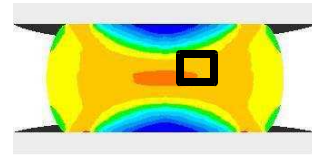


Planche 7: Analyse EBSD sur échantillon de compression 1 initial et suite à traitement thermique: orientation, analyse Kernel, facteur de Taylor

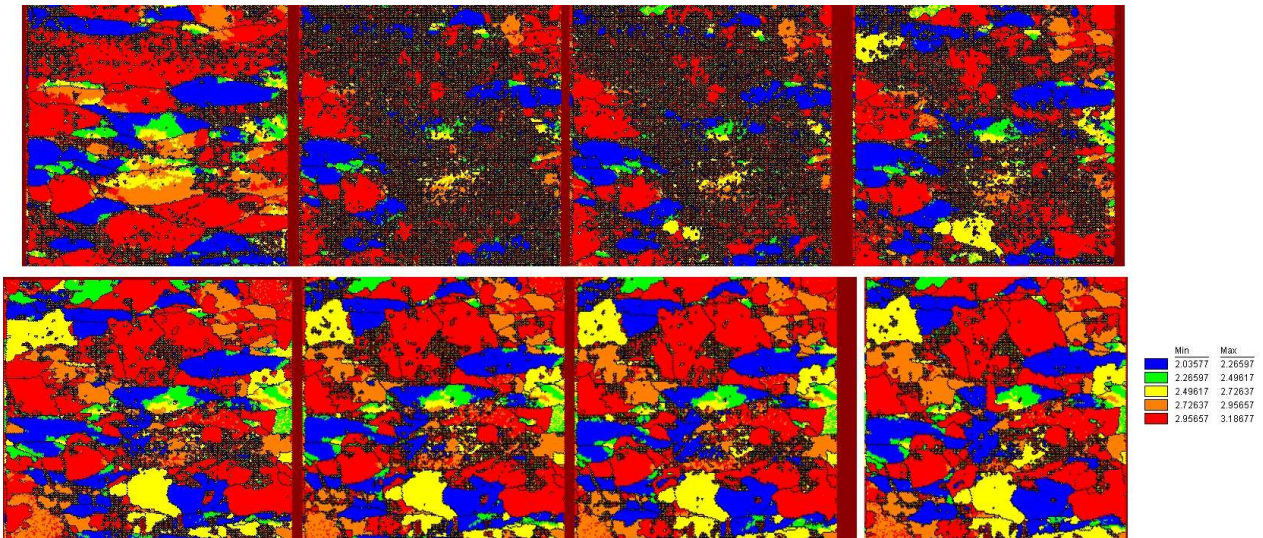


Échantillon 8



	Min	Max
0	1	1
1	2	2
2	3	3
3	4	4
4	5	5





*Planche 8: Analyse EBSD sur échantillon de compression 1 initial et suite à traitement thermique: orientation, analyse Kernel, facteur de Taylor*

Échantillon	Conditions de torsion		Conditions de traitement thermique		
	Vitesse de déformation (s-1)	Déformation (%)	Température (°C)	Temps de palier	Pente (°C/min)
NT1	$3,34 \cdot 10^{-5}$	13,5			
NT2	$3,34 \cdot 10^{-3}$	27,5			
EP1	$3,34 \cdot 10^{-5}$	13,5	950	60	20
EP2	$3,34 \cdot 10^{-3}$	27,5	950	60	20
EP3	$3,34 \cdot 10^{-5}$	13,5	1100	60	20
EP4	$3,34 \cdot 10^{-3}$	27,5	1100	60	20
EP5	$3,34 \cdot 10^{-5}$	13,5	950	480	20
EP6	$3,34 \cdot 10^{-3}$	27,5	950	480	20
EP7	$3,34 \cdot 10^{-5}$	13,5	1100	0	20
EP8	$3,34 \cdot 10^{-3}$	27,5	1100	0	20
EP9	$3,34 \cdot 10^{-5}$	13,5	950	240	20
EP10	$3,34 \cdot 10^{-3}$	27,5	950	240	20
EP11	$3,34 \cdot 10^{-5}$	13,5	1200	0	20
EP12	$3,34 \cdot 10^{-3}$	27,5	1200	0	20

Tableau 16: Conditions de traitement thermique des échantillons de torsion

## Échantillon de torsion NT1

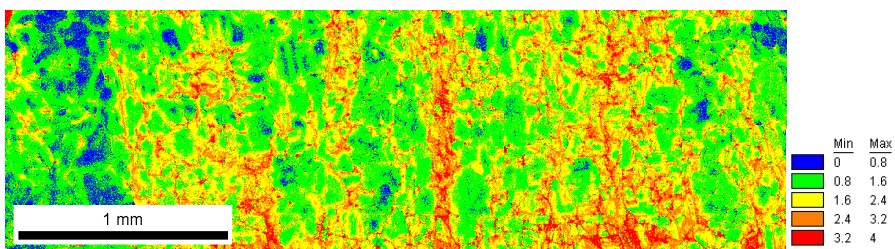
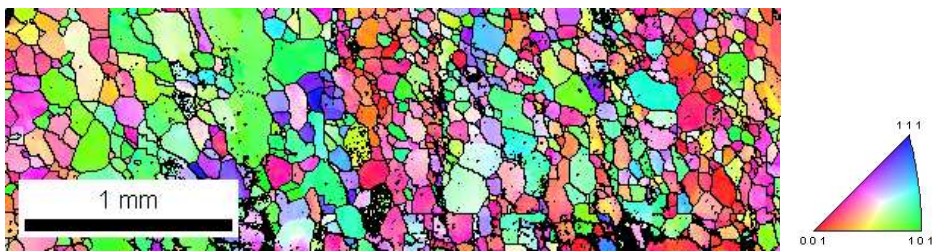


Planche 9: Analyse EBSD sur échantillon de torsion NT1, figure de pôle inverse et analyse Kernel

## Échantillon de torsion NT2

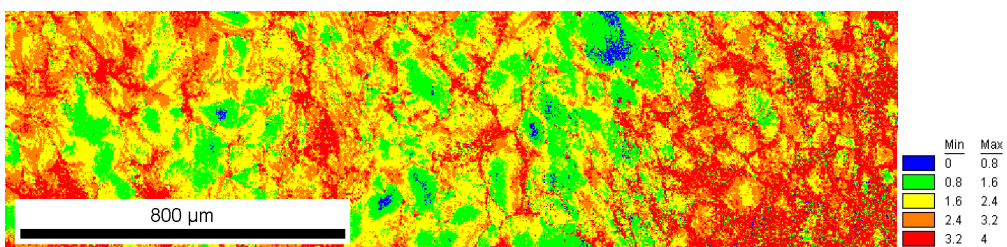
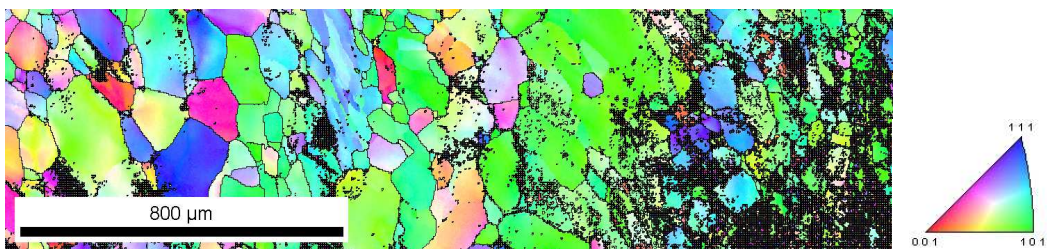


Planche 10: Analyse EBSD sur échantillon de torsion NT1, figure de pôle inverse et analyse Kernel



Échantillon de torsion EP1

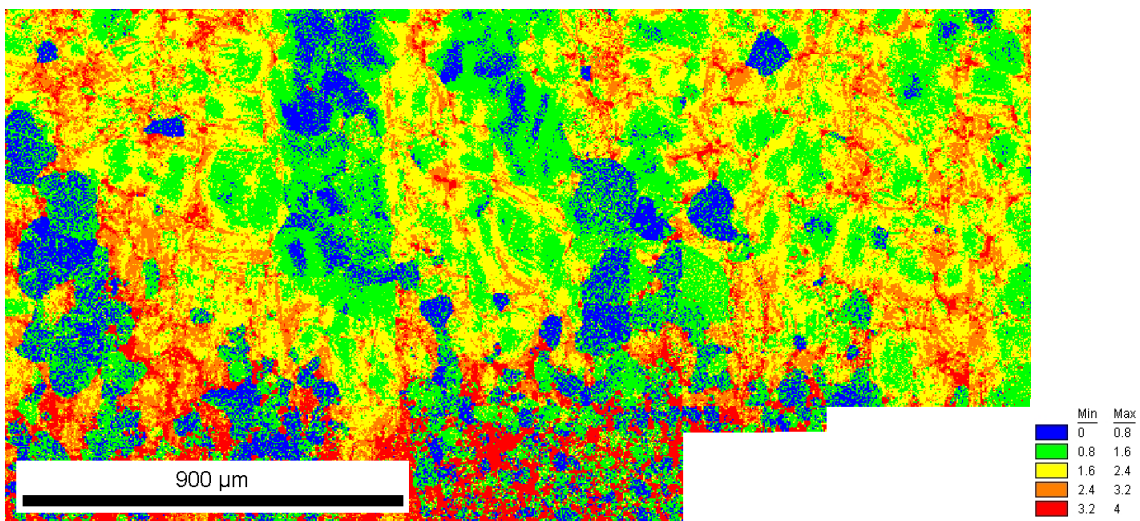
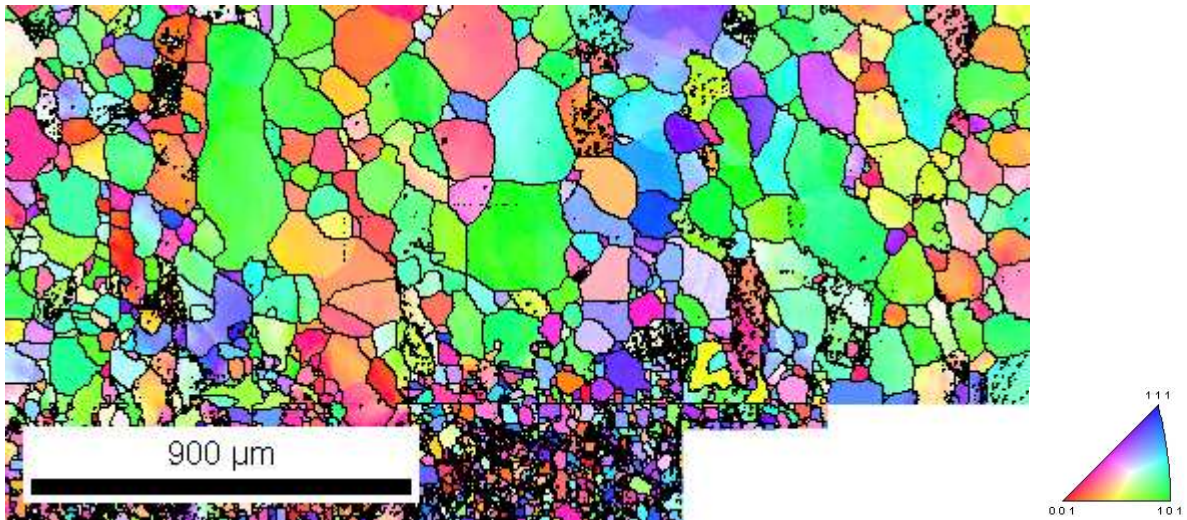


Planche 11: Analyse EBSD sur échantillon de torsion EP1, figure de pôle inverse et analyse Kernel

## Échantillon de torsion EP2

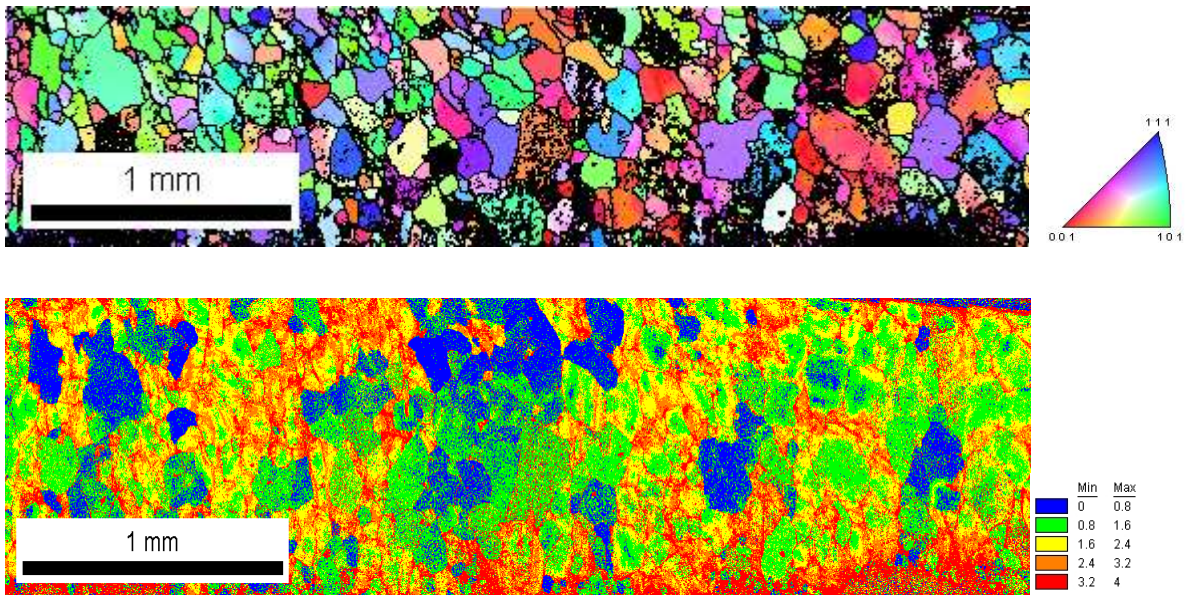


Planche 12: Analyse EBSD sur échantillon de torsion EP2, figure de pôle inverse et analyse Kernel



### Échantillon de torsion EP3

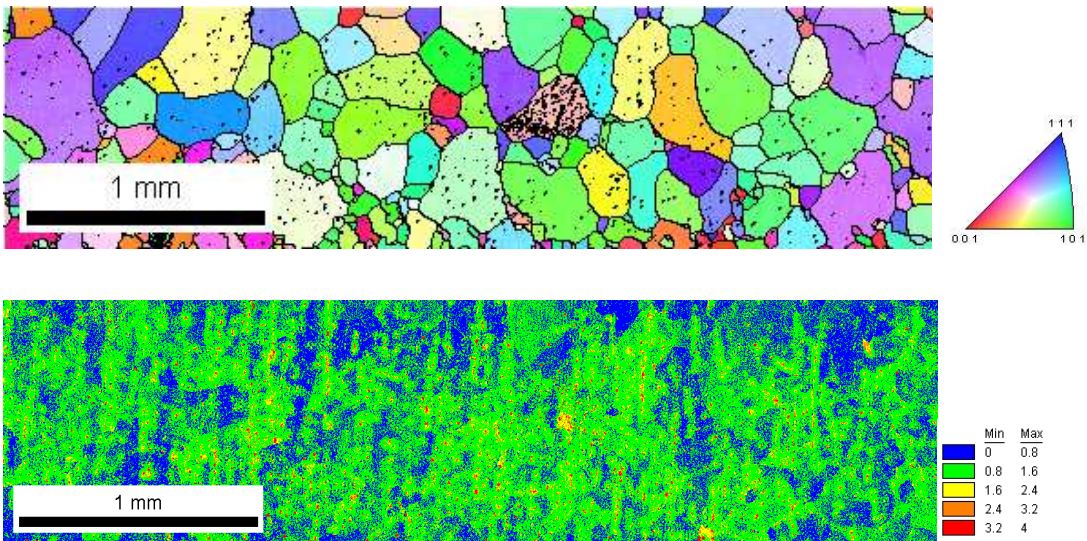


Planche 13: Analyse EBSD sur échantillon de torsion EP3, figure de pôle inverse et analyse Kernel

### Échantillon de torsion EP4

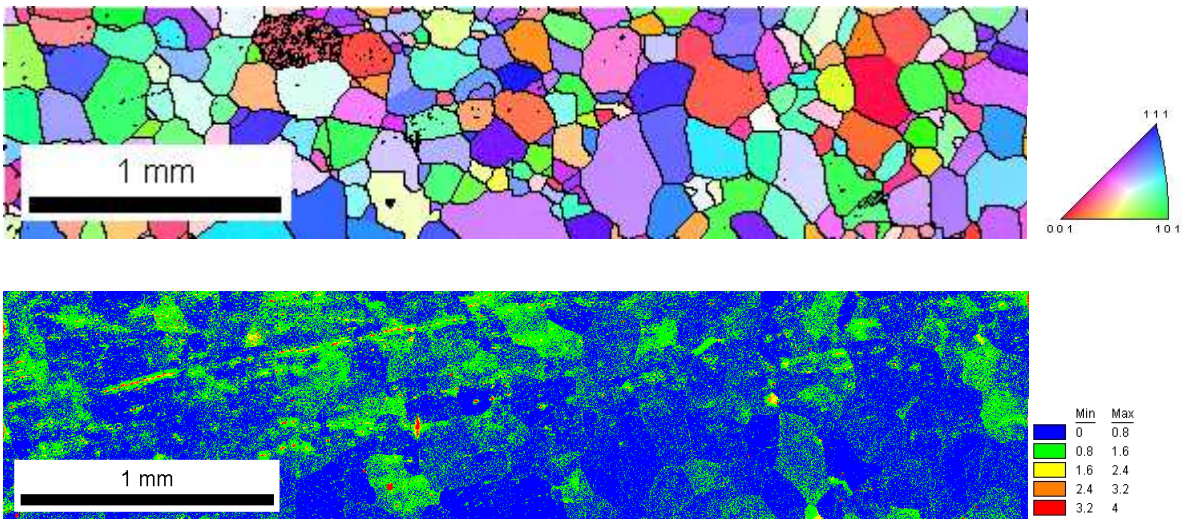


Planche 14: Analyse EBSD sur échantillon de torsion EP4, figure de pôle inverse et analyse Kernel

## Échantillon de torsion EP5

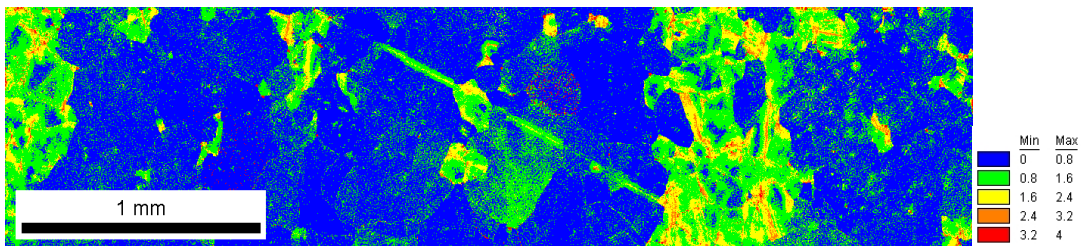
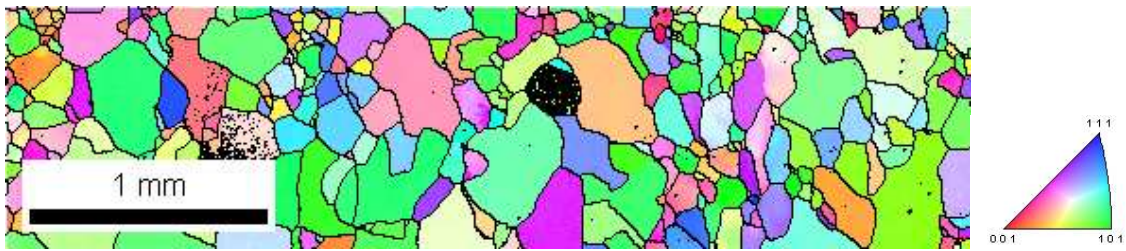


Planche 15: Analyse EBSD sur échantillon de torsion EP5, figure de pôle inverse et analyse Kernel

## Échantillon de torsion EP6

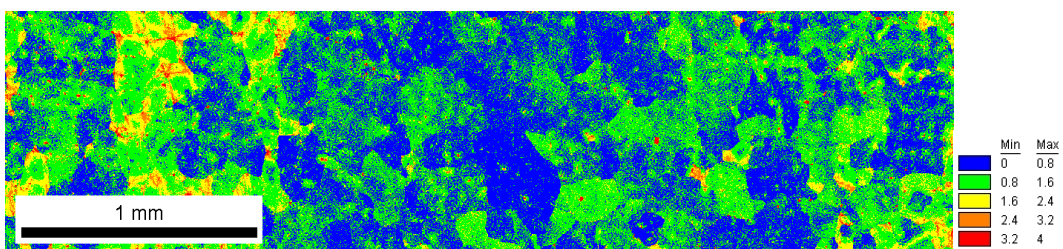


Planche 16: Analyse EBSD sur échantillon de torsion EP6, figure de pôle inverse et analyse Kernel



### Échantillon de torsion EP7

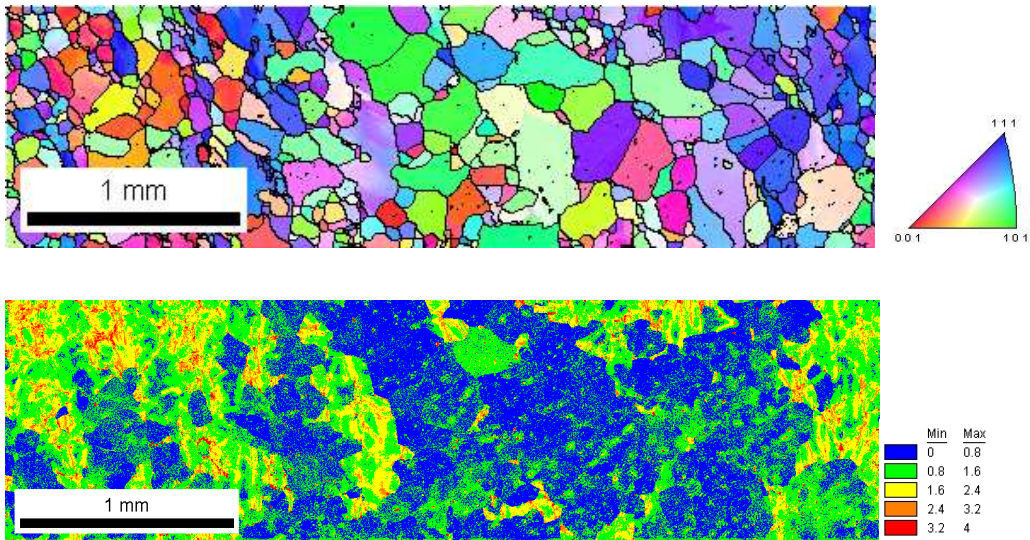


Planche 17: Analyse EBSD sur échantillon de torsion EP7, figure de pôle inverse et analyse Kernel

## Échantillon de torsion EP8

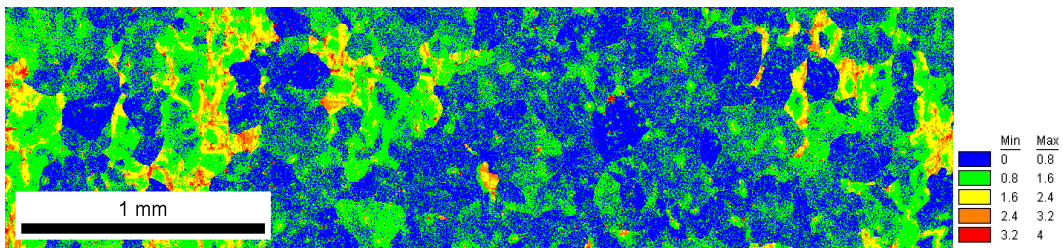
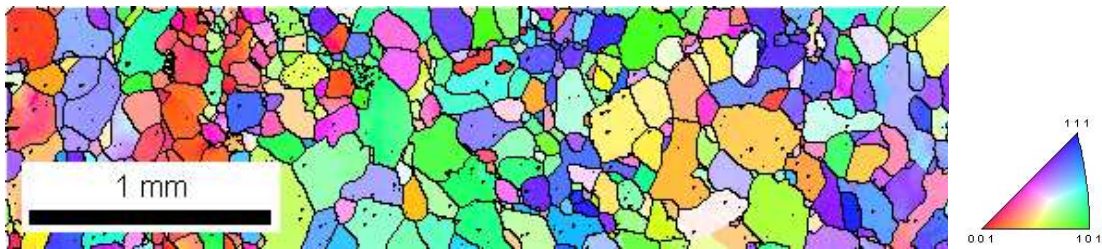


Planche 18: Analyse EBSD sur échantillon de torsion EP8, figure de pôle inverse et analyse Kernel

## Échantillon de torsion EP9

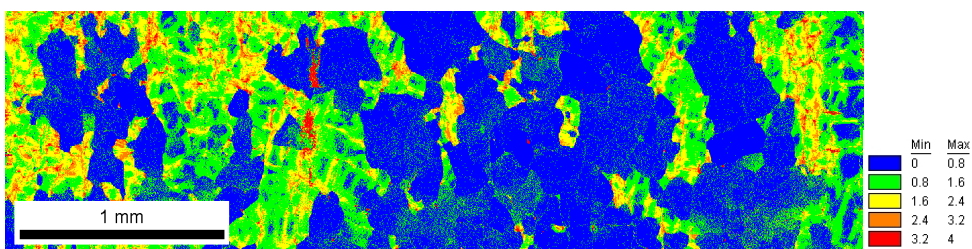
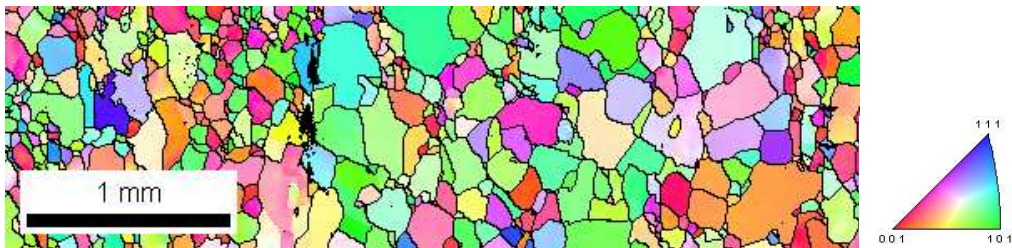
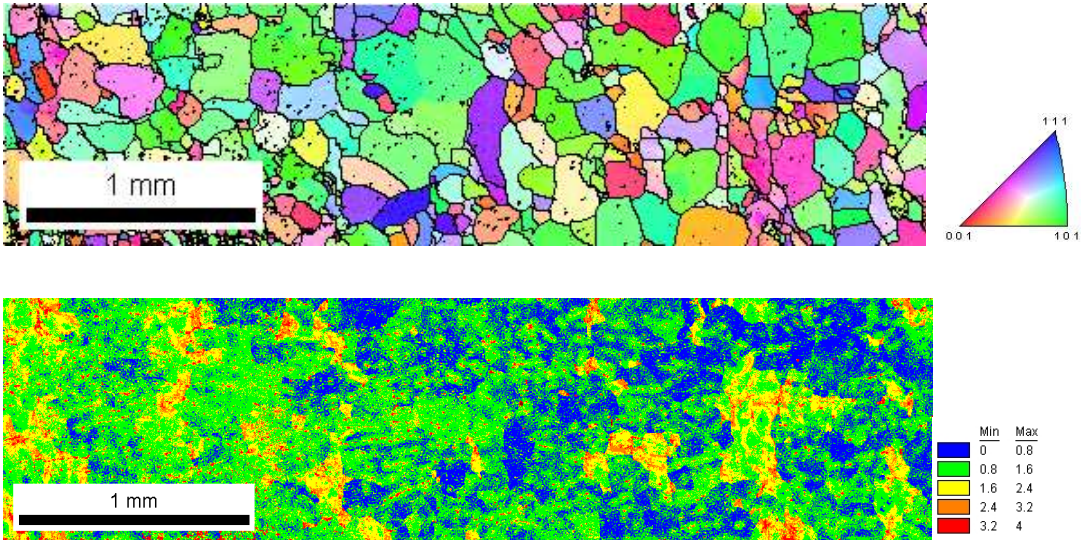


Planche 19: Analyse EBSD sur échantillon de torsion EP9, figure de pôle inverse et analyse Kernel

**Échantillon de torsion EP10**



*Planche 20: Analyse EBSD sur échantillon de torsion EP10, figure de pôle inverse et analyse Kernel*



## Échantillon de torsion EP11

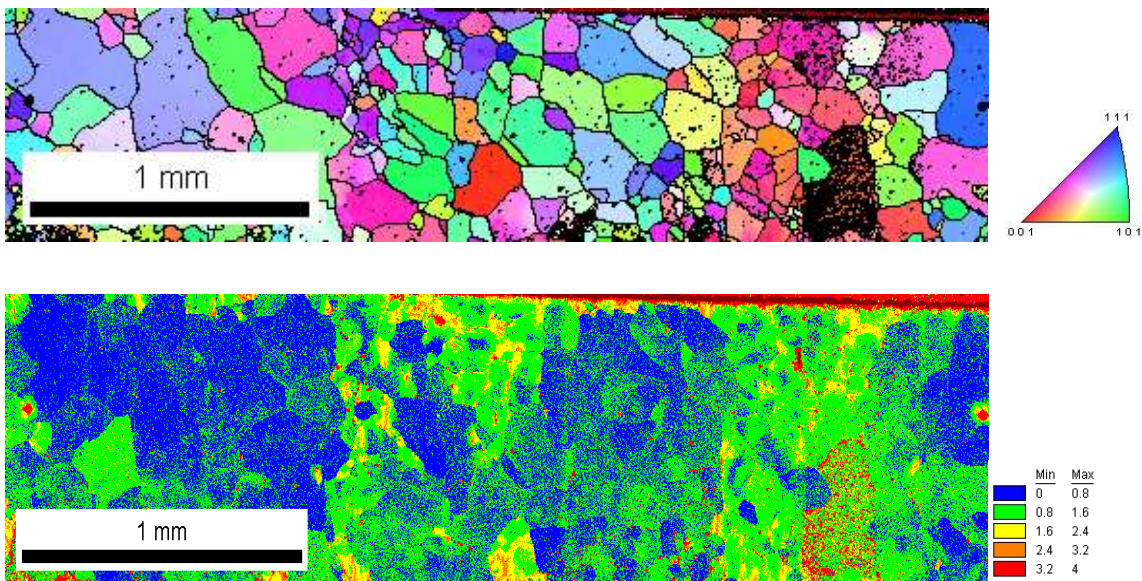


Planche 21: Analyse EBSD sur échantillon de torsion EP11, figure de pôle inverse et analyse Kernel

## Échantillon de torsion EP12

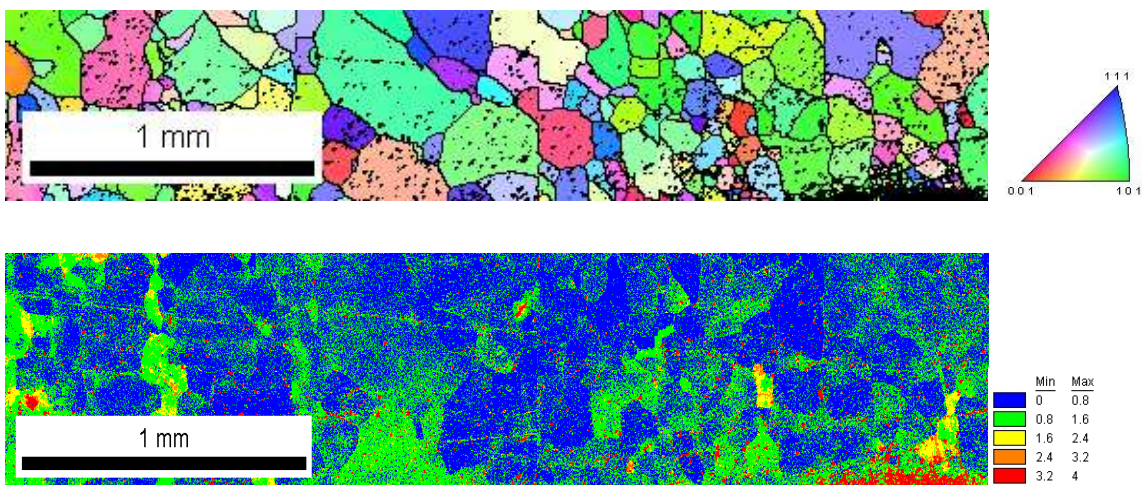


Planche 22: Analyse EBSD sur échantillon de torsion EP12, figure de pôle inverse et analyse Kernel





## VIII. Resume

Dans un premier temps, on propose pour le tantale un modèle de comportement mécanique dépendant de la densité de dislocations et permettant de restituer les effets de la température et de vitesse de déformation sur une large gamme de vitesse de déformation de  $10^{-4}$  à  $10^3$  s<sup>-1</sup>. Associé à ce modèle rhéologique, on présente une relation liant la densité de dislocation et la microdureté Vickers. Les paramètres de cette relation sont identifiés pour le tantale par la modélisation numérique de l'indentation.

La modélisation du procédé de fluotournage est faite par le logiciel commercial Forge2007®. Des essais sur du plomb et sur du cuivre ont permis de confronter la simulation numérique à des résultats d'expérience.

Une formulation ALE est développée dans le but d'optimiser la finesse du maillage au contact des outils à partir d'une formulation déjà existante. On a développé des algorithmes particuliers permettant de conserver correctement les surfaces libres malgré les mouvements relatifs du maillage par rapport à la matière pour le procédé de fluotournage.

Enfin, on propose une modélisation du mécanisme de restauration du tantale. On définit une relation qui modélise l'évolution de la densité de dislocations lors d'un traitement thermique de restauration. Des observations in situ de la microstructure au cours d'un traitement thermique ont permis de d'améliorer la compréhension des mécanismes de recristallisation et de germination. Pour finir, on présente une méthode de mesure de la fraction recristallisée par mesure de la microdureté.

## IX. Abstract

We first propose for the tantalum a physically based constitutive law depending on the dislocations density which is able to take in account the effects of temperature and strain rate on a broad range from  $10^{-4}$  to  $10^3$   $s^{-1}$ . Combined with the rheological model, we present a relationship between dislocation density and Vickers microhardness. The parameters of this relationship are identified for tantalum by numerical modeling of the indentation.

The modeling of flow-forming process is done by the commercial software Forge2007 ®. Tests on lead and copper are used to compare the numerical simulation to experiment results.

An ALE formulation, based on an existing formulation, is developed to optimize the refinement of the mesh in contact with tools. We developed special algorithms to properly maintain the free surfaces despite the movements of the mesh relatively to the material in the flow-forming process.

Finally, we propose a model of thermal recovery of tantalum. We define a relationship that models the evolution of dislocation density during a recovery heat treatment. In situ observations of the tantalum microstructure during heat treatment helped to understand the mechanisms of recrystallization and nucleation. Finally, we present a method for measuring the recrystallized volume fraction from the microhardness data.