

Matériaux et Grands Instruments

&

Matériaux Numériques

ANALYSES IN SITU :

EXPERIENCE / MODELISATION

15-16 sept. 2016

Paris

France

Table des matières

Métallurgie et Mécanique	4
1 - Stress field and constitutive behavior at the micron scale measured by in situ Laue microdiffraction and/or HR-EBSD techniques, Olivier Castelnau	5
2 - Analyse par expériences de DCT/3DXRD et simulation par éléments finis en plasticité cristalline des rotations cristallines intragranulaires dans l'aluminium déformé plastiquement, Loïc Renversade [et al.]	6
3 - Caractérisation par tomographie aux rayons X du comportement en fatigue des alliages d'aluminium de fonderie à haute température en plasticité généralisée, Sebastien Dezecot [et al.]	7
4 - Recalage d'un model numérique sur une analyse modale expérimentale appliquée à l'os, Rafik Sadek Benhenda [et al.]	8
POSTER : Comportement mécanique de films minces fonctionnels déposés sur polymères sous sollicitations biaxiales: vieillissement et transition de phase, Nicolas Pouvreau [et al.]	9
Composites et Polymères	11
1 - Milieux fibreux aléatoires : génération de maillage à partir d'imagerie 3D in-situ de l'écoulement et calcul, Luisa Silva [et al.]	12
2 - Investigation of the deformation process of amorphous/crystalline metal composites by high-speed in-situ X-ray Micro-Tomography and DEM Modelling, Therese Bormann [et al.]	13
3 - Kinetics toward thermodynamic equilibrium during synthesis of Ti/TiC MMC : in situ synchrotron XRD and modeling, Jerome Andrieux [et al.]	14
4 - Développement de l'instabilité plastique d'un PSC suivi temporellement par scans 1D-2D en expérience SAXS sur synchrotron., Stéphane André [et al.]	15

5 - Etude du comportement mécanique de composites à renforts fibreux sous traction dynamique, Makrem Nasraoui	16
6 - Application de la tomographie X et de la simulation FFT sur l'analyse de l'endommagement de tube composite SiC/SiC, Yang Chen [et al.]	18
POSTER : Modélisation et analyse de deux portiques en charpente métallique par la méthode des éléments finis, Ourdia Belaidi [et al.]	19
POSTER : Simulation numérique du comportement des dalles renforcées par des plaques en composites de liège sous l'effet du choc, Fatma Kheloui	20
POSTER : Étude théorique des propriétés physique des matériaux semi-métallique quaternaire à base de cobalt : méthode ab initio., Issam Asfour	21
Instrumentation et Méthodologie	22
1 - Synchrotron X-ray Diffraction for Materials Science, Jonathan P. Wright . . .	23
2 - Étude des endommagements sur CMC par des essais in-situ et une approche de modélisation basée image, Vincent Mazars [et al.]	24
3 - Observations par tomographie in situ de l'évolution de la microstructure du Polyamide 11 en cours de déformation. Modélisation par Éléments Finis du phénomène., Pierre-Alexis Poulet [et al.]	25
4 - Diffraction et diffusion des rayons X à très haute température sur la ligne BM02 à l'ESRF. Transition de phases et contraintes résiduelles dans la zirconie pure, René Guinebretière [et al.]	27
5 - Micromechanical simulations based on Laminography 3D Imaging: Experimental/numerical framework, Ante Buljac [et al.]	29
6 - Microscopie à rayons X Laue: Possibilités et perspectives, Jean-Sebastien Micha [et al.]	30
POSTER : Approche de la synthèse de tensioactifs par les plans d'expériences, Chahra Bidjou-Haiour [et al.]	31
POSTER : Hot dip galvanizing fluxing : Modeling, optimization and polarization studies of zinc ammonium chloride deposition by surfactants, Younes El Kacimi .	33
POSTER : Propriétés structurales ,mécaniques et électroniques de Ti ₃ AlH, Bensaid Djillali [et al.]	34

POSTER : PAC-G : Répondre rapidement et efficacement aux besoins en nanocaractérisation des industriels., Caroline Curfs [et al.]	35
Métallurgie et Microstructure	37
1 - Apport du rayonnement synchrotron pour l'étude de matériaux de structure irradiés présents dans les réacteurs nucléaires, Jean-Luc Béchade [et al.]	38
2 - Ductile fracture – Influence of heterogeneous microstructure on nucleation, growth and coalescence mechanisms, Victor Trejo [et al.]	40
3 - Évolution du tenseur des contraintes complet lors du refroidissement d'un composite à matrice métallique : détermination in situ par diffraction haute énergie et suivi par simulations micromécaniques, Guillaume Geandier [et al.]	41
4 - Early stage of plastic deformation in metals studied by in situ X-Ray synchrotron topotomography and crystal plasticity FEM simulations, Nicolas Gueninchault [et al.]	42
5 - Estimation des propriétés thermiques de l'argent fritté par modélisation par éléments finis basée sur la nanostructure poreuse obtenue par tomographie : influence du vieillissement thermique, Xavier Milhet [et al.]	43
POSTER : Etude des propriétés optiques, physiques et mécaniques de substrats polycristallins de silicium de qualité solaire, Philippe Goudeau [et al.]	44
POSTER : Internal stresses and structural evolutions in Zr alloys during oxidation at high temperature and subsequent cooling, Raphaëlle Guillou [et al.]	46
POSTER : Numerical description of Portevin-Le Chatelier effect in Inconel 718 alloy, Jaroslaw Mizera [et al.]	47
Liste des participants	48

Métallurgie et Mécanique

1 - Stress field and constitutive behavior at the micron scale measured by in situ Laue microdiffraction and/or HR-EBSD techniques

Olivier Castelnau ^{*† 1}

¹ Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux [Paris] (PIMM) – Arts et Métiers ParisTech, Conservatoire National des Arts et Métiers (CNAM), CNRS : UMR8006, Conservatoire National des Arts et Métiers [CNAM] – 151 boulevard de l'hôpital, 75013 Paris, France

Measuring the heterogeneity of the stress fields with a micrometric (i.e. intra-granular) spatial resolution in metallic alloys is a requisite for deeper understanding of local plasticity, damage, or local constitutive relation. Such measurements have now become possible by two diffraction techniques: Laue microdiffraction or high angular resolution EBSD (HR-EBSD). Both techniques are complementary in many aspects: spatial resolution (\sim micrometers vs. \sim 30 nm), accessibility (synchrotron beamline vs. Scanning Electron Microscope), set-up versatility (limited for HR-EBSD), etc. For both, the diffraction pattern (Laue vs. Kikuchi) acquired on the 2-D detector contains many information on the local lattice orientation and local elastic strain. As for Laue microdiffraction, the so-called Differential Aperture X-ray Microscopy (DAXM) technique even allows measurements of in-depth stress gradients. However, estimation of elastic strain (and associated local stress) with an accuracy adapted to micromechanical studies requires a well calibrated experimental design and an image treatment procedure able to track image distortions of the order of hundredth of pixel.

During the last four years, we aimed at improving the accuracy of both techniques, e.g. by using DIC for the analysis of Laue image distortions. The accuracy of the techniques has been estimated using a number of in-situ mechanical tests on single crystals (Si, Ge, Cu, austenitic steel), and analyzed using synthetic images. The different possible sources of errors (such as image noise, imperfect setup calibration, etc) and their consequences on the final strain accuracy have been investigated. An important result of the work is the direct identification of the local elasto-plastic constitutive relation of the stainless steel specimen, at the micron scale. During this talk, we will present a summary of main results obtained during this ongoing project.

*Intervenant

†Auteur correspondant: olivier.castelnau@ensam.eu

2 - Analyse par expériences de DCT/3DXRD et simulation par éléments finis en plasticité cristalline des rotations cristallines intragranulaires dans l'aluminium déformé plastiquement

Loïc Renversade * ¹, Andras Borbély ¹, Romain Quey[†] ¹

¹ UMR 5307 - Laboratoire Georges Friedel (LGF-ENSMSE) – École Nationale Supérieure des Mines -
Saint-Étienne – 158, cours Fauriel F-42023 Saint-Étienne cedex 2, France

Les rotations cristallines des grains individuels d'un polycristal massif d'aluminium déformé plastiquement en traction uniaxiale sont analysées par une approche couplée entre expériences in situ et simulations, et reliées aux mécanismes de déformation du matériau. Dans l'expérience, la microstructure initiale du polycristal est cartographiée par tomographie en contraste de diffraction (DCT), puis l'évolution des orientations de 500 grains est suivie par 3DXRD, en plusieurs incréments de déformation, jusqu'à une déformation finale de 4.5%. Alors que les rotations moyennes sont directement obtenues par indexation des tâches de diffraction, les distributions d'orientations intragranulaires sont extraites grâce à une nouvelle méthode fournissant notamment les directions d'étalement privilégié des distributions (anisotropie). Dans la simulation, la microstructure réelle (DCT) du polycristal est maillée finement, puis le polycristal est soumis à la déformation expérimentale pour obtenir les champs d'orientations intragranulaires à partir desquels peuvent être extraites les mêmes informations que dans l'expérience. L'analyse des résultats aux différentes échelles met en évidence un accord au premier ordre entre expérience et simulation. Les rotations moyennes présentent une grande variabilité, laquelle est associée à l'interaction intragranulaire. Les distributions d'orientations présentent des propriétés d'anisotropie similaires, avec notamment des directions d'étalement privilégié perpendiculaires à la direction de traction. Ces observations sont interprétées par comparaison aux prédictions d'un modèle récent reliant les distributions d'orientations intragranulaires aux mécanismes de déformation du matériau.

*Intervenant

[†]Auteur correspondant: romain.quey@mines-stetienne.fr

3 - Caractérisation par tomographie aux rayons X du comportement en fatigue des alliages d'aluminium de fonderie à haute température en plasticité généralisée

Sebastien Dezecot ^{*† 1,2,3}, Vincent Maurel^{‡ 2}, Jean-Yves Buffiere ¹, Fabien Szmytka ³, Alain Koster ²

¹ Matériaux, ingénierie et sciences (MATEIS) – CNRS : UMR5510, Institut National des Sciences Appliquées [INSA] - Lyon – Bâtiment Saint-Exupéry, 25 avenue Jean Capelle, 69621 VILLEURBANNE CEDEX, France

² Centre des Matériaux (MAT) – CNRS : UMR7633, MINES ParisTech - École nationale supérieure des mines de Paris – Centre des matériaux P. M. Fourt RN 447 - BP 87 91003 EVRY CEDEX, France

³ PSA Peugeot Citroën – PSA Peugeot Citroën – Centre Technique de Velizy, Route de Gisy, 78 943 Vélizy-Villacoublay, France

Cette étude porte sur l'analyse in situ par tomographie aux rayons X synchrotron de l'amorçage et de la propagation de fissures lors d'essais de fatigue oligocyclique isotherme à 250°C. Le matériau étudié est un alliage d'aluminium produit par un procédé à modèle perdue. A fin de comparaison, ce matériau a été étudié à la fois brut de fonderie et après un traitement de compression isostatique à chaud (CIC). Le CIC permet de supprimer les pores de fonderie sans modifier significativement les autres éléments de microstructure. Un défaut de taille contrôlé a été artificiellement introduit par perçage pour déterminer efficacement le rôle respectif des éléments microstructuraux et de la localisation mécanique induite par la morphologie des pores. Pour le matériau brut de fonderie, les fissures s'amorcent au cœur de l'éprouvette à proximité des pores sur des phases secondaires. Pour l'éprouvette compactée et percée, c'est également la localisation de la déformation autour du perçage qui pilote les lieux d'amorçage de fissure. Des maillages éléments finis réalistes du matériau sont générés depuis les volumes de tomographie dans le but de réaliser des simulations élasto-viscoplastiques en trois dimensions d'essais de fatigue oligocyclique. La déformation inélastique locale dans ces régions apparaît comme un bon indicateur pour prédire la localisation des sites d'amorçages. De plus l'analyse des champs calculés semble montrer que le chemin de fissuration est corrélé avec les zones où les niveaux de triaxialité des contraintes et de déformations inélastiques sont les plus élevés lorsque ces zones coïncident avec les phases secondaires.

*Intervenant

†Auteur correspondant: sebastien.dezecot@insa-lyon.fr

‡Auteur correspondant: vincent.maurel@mines-paristech.fr

4 - Recalage d'un model numérique sur une analyse modale expérimentale appliquée à l'os

Rafik Sadek Benhenda ^{*† 1}, Djilali Boutchicha[‡], Mokhtaria Miri[§]

¹ Université des Sciences et de la Technologie d'Oran Mohamed Boudiaf (USTO MB) – BP1505 El M'Naouar 31000 Oran, Algérie

La résistance d'une structure mécanique telle que l'os dépend non seulement de ses propriétés mécaniques mais aussi de sa géométrie, si bien que l'architecture de l'os et certains paramètres géométriques influencent vraisemblablement la fragilité osseuse. Ce travail a donc pour objet principal d'évaluer les caractéristiques mécaniques de la structure osseuse dans son ensemble par une approche dite recalage numérique sur les valeurs expérimentales par analyse modale. Le model numérique est obtenue par reconstruction d'image sur CT-Scan en *Clinique d'Imagerie Médicale*.

*Intervenant

† Auteur correspondant: rbenhenda@hotmail.com

‡ Auteur correspondant: djilali.boutchicha@univ-usto.dz

§ Auteur correspondant: m_miri31@yahoo.fr

POSTER : Comportement mécanique de films minces fonctionnels déposés sur polymères sous sollicitations biaxiales: vieillissement et transition de phase

Nicolas Pouvreau * ^{2,1}, Eric Le Bourhis ¹, Philippe Goudeau ¹,
Pierre-Olivier Renault ¹, Christian Mocuta ², Dominique Thiaudière ²

² Synchrotron SOLEIL (SSOLEIL) – CNRS : UMRUR1 – L’Orme des Merisiers Saint-Aubin - BP 48
91192 GIF-sur-YVETTE CEDEX, France

¹ Institut Pprime (PPRIME) – CNRS : UPR3346, Université de Poitiers, ENSMA – France

Les propriétés mécaniques des films minces constituent un formidable intérêt pour une grande variété d’applications technologiques telles que la microélectronique étirable. Le comportement mécanique des couches minces dépend de la microstructure (la texture du grain, la taille des défauts...). Afin de se rapprocher des conditions de charge en utilisation réelle mais aussi de simuler les phénomènes de vieillissement, nous effectuons des tests contrôlés de déformation biaxiale sur des composites formés par des films minces déposés sur substrat de polyimide (Kapton®) [1].

Un aspect important de ces travaux concerne les matériaux dits ” fonctionnels ” dont les propriétés physiques présentent la particularité d’être modulables par action sur la nanostructure de la couche déposée. Aussi, la maîtrise de la synthèse de ces matériaux ou de leur nano structuration peut induire de nouvelles propriétés. Nous nous sommes ainsi intéressés à des matériaux comme l’ITO (indium tin oxide) ou encore les dioxydes de vanadium qui peuvent présenter une transition métal-isolant liées à un changement de phase réversible à une température critique de 68°C (VO₂). Cette transition de phase est caractérisée par un changement de structure faisant passer du VO₂ en conformation monoclinique à basse température au VO₂ en conformation quadratique rutile à haute température [2].

La synthèse de la phase VO₂ est extrêmement compliquée comme en témoigne les nombreuses tentatives publiées dans la littérature [2], [3]. Actuellement, nous utilisons un bâti de pulvérisation RF en assistant le dépôt de vanadium pur déposé à l’ambiante par un canon à oxygène. Les résultats des analyses WDS (pour ” Wavelength-dispersive spectroscopy ”) montrent que les couches possèdent la bonne stœchiométrie (1/3 V et 2/3 O). Les couches obtenues de différentes épaisseurs sont mal cristallisées et présentent la phase majoritaire V₂O₅. Forts de ce constat, nous avons envisagé d’effectuer des recuits de cristallisation en dessous du T_g du Kapton (360°C) afin de voir s’il serait alors possible, partant d’un mélange stœchiométrique, de synthétiser la phase VO₂ monoclinique.

Cette communication présente les premiers résultats de synthèse et de caractérisations mécaniques obtenus sur la ligne de lumière DiffAbs à Soleil pour les oxydes ITO et V_xO_y.

*Intervenant

[1] S. Djaziri, P.-O. Renault, F. Hild, E. Le Bourhis, Ph. Goudeau, D. Thiaudière, D. Faure, J. Appl. Cryst. 44 (2011) 1071-1079.

[2] Élaboration par pulvérisation magnétron réactive d'une couche thermochrome à base de dioxyde de vanadium. Application à la régulation passive de la température de panneaux solaires. " Thèse d'Alan Corvisier, Université de Lorraine, 2014

[3] Characterization of Vanadium Oxide Thin Films with Different Stoichiometry Using Raman Spectroscopy, C. ZHANG, Q. YANG, C. KOUGHIA, F. YE, S. KASAP, ICMCTF, April 25, 2016.

Ce travail a été subventionné par le programme "Investissements d'Avenir" (LABEX INTERACTIFS, référence ANR-11-LABX-0017-01) ainsi que le rayonnement synchrotron français SOLEIL.

Composites et Polymères

1 - Milieux fibreux aléatoires : génération de maillage à partir d'imagerie 3D in-situ de l'écoulement et calcul

Luisa Silva ^{*†} ¹, Patrice Laure , Tanguy Laurencin , Laurent Orgéas

¹ Ecole Centrale De Nantes (ECN) – Ecole Centrale de Nantes – France

Les techniques d'imagerie 3D, comme la tomographie aux rayons X, ont été utilisées dans les dernières années pour obtenir des informations géométriques et topologiques précises dans différents domaines, comme la médecine, la biologie, la géophysique ou la science des matériaux. Le passage d'une image à un maillage éléments finis permet la construction d'une représentation numérique qui est aussi plus compacte, avec une réduction de la taille des données image qui sont sauvegardées. Traditionnellement, la première étape (avant construire le maillage) est de segmenter l'image, en identifiant dans l'image ses objets multiples, ce qui peut être réalisé avec une description implicite des frontières des objets par des fonctions level-set. Dans notre cas, la segmentation de l'image est réalisée au même temps que le maillage volumique adapté, pour des simulations qui concernent principalement les écoulements multiphasiques et, en particulier, dans les milieux fibreux et composites.

L'étude des écoulements dans matériaux composites, à l'échelle des fibres ou des mèches, est intéressante, par exemple, pour la compréhension de phénomènes locaux (comme la mouillabilité des renforts) ou pour la détermination de propriétés équivalentes (comme la perméabilité du milieu). Dans notre cas, l'écoulement est calculé par résolution des équations de Navier-Stokes multiphasiques sur un maillage unique, mais avec des propriétés, comme la viscosité ou la densité, hétérogènes sur ce maillage. Des résultats sur des très gros volumes de données-image démontreront aussi la scalabilité de notre méthode pour le traitement d'échantillons numériques de très grande taille, sur des cas avec des milliards de voxels et des centaines de millions de nœuds et de degrés de liberté, grâce à l'implémentation massivement parallèle de notre code. Une représentation correcte de la discontinuité entre ces propriétés est obtenue grâce à l'enrichissement du maillage autour des interfaces. La résolution des équations est faite par des éléments finis stabilisés, avec des interpolations linéaires en vitesse et en pression, accélérée par une méthode multigrille.

Des applications et comparaisons calcul/expérience sur des images 3D acquises lors des écoulements dans des composites valideront l'intérêt de notre approche.

*Intervenant

†Auteur correspondant: Luisa.Rocha-Da-Silva@EC-Nantes.fr

2 - Investigation of the deformation process of amorphous/crystalline metal composites by high-speed in-situ X-ray Micro-Tomography and DEM Modelling

Therese Bormann ^{*† 1}, Robin Gibaud ¹, Elodie Boller ², Alexander Rack ², Pierre Lhuissier ¹, Luc Salvo ¹

¹ Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés (SIMAP) – Université Joseph Fourier - Grenoble I, CNRS : UMR5266, Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, Institut National Polytechnique de Grenoble (INPG) – 1130 rue de la Piscine, BP 75 38402 Saint Martin D'Hères, France

² European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) – ESRF – 6 rue Jules Horowitz BP220 38043 GRENoble CEDEX, France

Metallic composites mixing amorphous and crystalline phases can exhibit attractive mechanical properties taking advantage of the combination of the high yield strength and elastic deformation of bulk metallic glass with the ductility of crystalline metals. With respect to hot forming the material it is important to know how the deformation behavior of the composite depends on characteristics such as volume fraction and morphology of the amorphous phase. Since the flow stress of the metallic glass phase depends strongly on temperature and applied strain rate, it is further essential to understand the relation between the ratio of the flow stresses of the two phases and the potential damage evolution.

We investigated the deformation of composites made of a crystalline Cu-matrix and Zr-based amorphous metallic inclusions at different strain rates at 400 °C by high-speed in-situ micro-tomography compression tests. Furthermore, a modeling tool based on the discrete element method (DEM) was developed to simulate morphology and topology evolutions of the bi-phased material during deformation.

Composites from crystalline Cu and amorphous Zr₅₇Cu₂₀Al₁₀Ni₈Ti₅ with the amorphous volume fraction ranging from 2% to 30% were elaborated by hot extrusion of a compacted powder mixture. In-situ micro-tomography was carried out at the ESRF (ID19, Grenoble, France) using high-energy X-rays (68kV) and an optic of 0.9 μm pixel size. 3D-images analysis allowed to put in relation true strain and individual amorphous inclusions shape evolution. The evolution of morphology of typical arrangements was compared to the DEM simulations. The results from the experiments and the simulations will allow to optimize the processing conditions of amorphous/crystalline metallic composites, with a view to more complex material shapes.

*Intervenant

†Auteur correspondant: anna-therese.bormann@simap.grenoble-inp.fr

3 - Kinetics toward thermodynamic equilibrium during synthesis of Ti/TiC MMC : in situ synchrotron XRD and modeling

Jerome Andrieux ¹, Bruno Gardiola ¹, Jérôme Roger , Nathalie Peillon , Sébastien Saunier ², Christophe Desrayaud , Olivier Martin , Nikhil Karnatak , Sophie Gourdet ³, Olivier Dezellus ^{*† 1}

¹ Laboratoire des Multimatériaux et Interfaces (LMI) – CNRS : UMR5615, Université Claude Bernard - Lyon I (UCBL) – bat. 731 43 Bvd du 11 Novembre 1918 69622 VILLEURBANNE CEDEX, France

² Centre Science des Matériaux et des Structures (SMS-ENSMSE) – École Nationale Supérieure des Mines - Saint-Étienne – 158 cours Fauriel 42023 SAINT-ETIENNE Cedex 02, France

³ Airbus Group Innovations [Suresnes] – Airbus – 12 Rue Pasteur, 92150 Suresnes, France

The evolution of TiC reinforcement during the high temperature consolidation step of a particulate reinforced Ti matrix composite has been studied both by short isothermal experiments and by in-situ X-Ray diffraction at ESRF (ID 15). A four step scenario has been highlighted starting with the dissolution of the smallest particles to reach C saturation of the Ti matrix, followed by an evolution of the TiC stoichiometry from the initial TiC_{0.97} composition to the equilibrium one (TiC_{0.57}). This evolution of composition induces an increase of both the total mass fraction of reinforcement and the diameter of the particles. The diameter increase promotes contact between individual particles in the most reinforced domain and initiates an aggregation phenomenon that is responsible of the high growth rate of particles observed for heat treatment times lower than 1h. Finally Ostwald ripening is responsible for the evolution of particles in case of longer times.

Moreover, the kinetics of the two first steps, i.e. the C saturation of the Ti matrix and the evolution of TiC stoichiometry leading a Ti-TiC composite material toward its thermodynamic equilibrium, are compared with a modeling of the processes by using kinetics calculations from ThermoCalc and DICTRA packages in order to attest the full consistency of the experimental results.

*Intervenant

†Auteur correspondant: olivier.dezellus@univ-lyon1.fr

4 - Développement de l'instabilité plastique d'un PSC suivi temporellement par scans 1D-2D en expérience SAXS sur synchrotron.

Stéphane André ^{*†} ¹, Isabelle Bihannic , Julien Boisse , Laurent Farge

¹ Laboratoire d'énergétique et de mécanique théorique et appliquée (LEMTA) – CNRS : UMR7563, Institut National Polytechnique de Lorraine (INPL), Université Henri Poincaré - Nancy I – ESSTIN 2 rue Jean Lamour 54500 VANDOEUVRE LES NANCY, France

Nous proposons de montrer ici l'apport de la technique de diffraction des rayons X (petits angles) menée sur synchrotron (ligne cSAXS de PSI-SLS) pour suivre l'initiation et le développement de la striction plastique subie par un polymère semi-cristallin sous essai de traction. Les détecteurs très rapides utilisés sur cette ligne et des platines de motorisation déformation pilote complètement l'état d'anisotropie locale. Ce type de résultat est fondamental pour développer rapides permettent notamment de réaliser des scans 1D de l'éprouvette de traction sur des pas d'environ 300 microns avec un temps d'exposition de 30ms. Le passage par une opération de calibration fine des champs de déformation/déplacement réalisée par stéréocorrélation d'images permet un suivi eulérien ou lagrangien d'un indice d'anisotropie locale. Cet observable microstructural d'importance pour comprendre l'évolution des réorganisations internes est donc suivi spatialement et temporellement. Les différents points matériels de l'éprouvette peuvent être soumis à de très grandes déformations (Maximum de déformation vraie = 2 soit 700% d'allongement). Ce type d'essai nous permet de montrer que indépendamment du trajet de déformation des différents points matériels affectés par la striction, la valeur de des modèles de cinétiques de variables internes qui soient pertinents au regard des transformations microstructurales réelles et amènent aux modélisations les plus simples possibles du comportement mécanique.

*Intervenant

†Auteur correspondant: stephane.andre@univ-lorraine.fr

5 - Etude du comportement mécanique de composites à renforts fibreux sous traction dynamique

Makrem Nasraoui ^{*† 1}

¹ Supérieure des Techniques Aéronautiques et de Construction Automobile (ESTACA) – ESTACA – ESTACA – Campus Ouest, Rue Georges Charpak, BP 76121, 53061 LAVAL Cedex 9, France

L'objet de ce travail porte sur la caractérisation expérimentale du comportement mécanique de composites thermoplastiques à renfort fibreux. Les moyens d'essais et les protocoles présentés sont dédiés à l'étude de la réponse du matériau face à une sollicitation uniaxiale en traction rapide [1]. Pour une gamme de vitesse de déformation allant du quasi-statique jusqu'à 200 s⁻¹, notre méthodologie consiste, d'une part, en l'exploitation d'une machine d'essai conventionnelle de traction mécanique INSTRON 5884 et d'un banc de traction haute vitesse spécifique développé au laboratoire. Ce moyen est équipé d'un vérin dynamique horizontal d'une capacité maximale de 100 kN et dont la vitesse effective de déplacement du mors mobile atteint 14 m/s. D'autre part, la mesure des déformations est réalisée par l'utilisation de jauge d'extensométrie et par analyse d'images suivant un marquage réalisé sur la surface de l'échantillon. Cette surface filmée à l'aide d'une caméra à grande vitesse met en évidence les déformations longitudinale et transversale de l'échantillon.

Une approche d'optimisation [1, 2] de la géométrie de l'éprouvette sollicitée en traction est menée par simulation numérique [3] couplée à des essais préliminaires à différentes vitesses de chargement. Cette approche consiste à rechercher la géométrie optimale de l'échantillon respectant le volume élémentaire représentatif (V.E.R.) et permettant d'assurer une répartition homogène de la contrainte et une vitesse de déformation constante dans la zone utile de l'éprouvette.

Les résultats obtenus permettent d'analyser, à travers les courbes contrainte – déformation, l'évolution des modules longitudinal et transversal, les niveaux seuils à la limite élastique et à la rupture de la contrainte et de la déformation.

[1] J. Fitoussi, F. Meraghni, Z. Jendli, G. Hug, D. Baptiste, "Experimental methodology for high strain-rates tensile behaviour analysis of polymer matrix composites". Composites Science and Technology, Vol. 65, Issue 14, pp. 2174-2188, 2005.

[2] Jendli Z., Meraghni F., Fitoussi J., Baptiste D., Micromechanical analysis of strain rate effect on damage evolution in Sheet Molding Compound composites. Composites Part A: Applied Science & Manufacturing, 2004; 35: 779-785.

*Intervenant

†Auteur correspondant: nasraouimakrem@yahoo.fr

[3] HKS Inc, ABAQUS/Explicit. Version 6.10.1, 2010.

6 - Application de la tomographie X et de la simulation FFT sur l'analyse de l'endommagement de tube composite SiC/SiC

Yang Chen ^{*† 1}, Lionel Gelebart^{‡ 1}, Franck Ouaki ¹, Julien Derouillat ²,
Camille Chateau ³, Patrick Aïmedieu ³, Michel Bornert ³, Cédric Sauder ¹,
Andrew King ⁴

¹ Service des Recherches Métallurgiques Appliquées (SRMA) – CEA – CEA Saclay 91191 Gif sur Yvette, France

² Maison de la Simulation (MDLS) – CNRS : USR3441, Université de Versailles Saint-Quentin-en-Yvelines (UVSQ), Université Paris XI - Paris Sud, INRIA, CEA – USR 3441 bât. 565 CEA Saclay 91191 Gif-sur-Yvette cedex, France

³ Laboratoire Navier (NAVIER) – IFSTTAR, CNRS : UMR8205, École des Ponts ParisTech (ENPC), Université Paris Est (UPE) – Ecole des Ponts ParisTech 6 / 8 avenue Blaise Pascal 77455 CHAMPS SUR MARNE, France

⁴ Synchrotron SOLEIL (SSOLEIL) – CNRS : UMRUR1 – L'Orme des Merisiers Saint-Aubin - BP 48 91192 GIF-sur-YVETTE CEDEX, France

Le composite SiC/SiC est un matériau candidat pour l'application nucléaire grâce à sa stabilité à haute température. La ductilité du matériau est issue du développement des réseaux de fissures. Ces mécanismes d'endommagement ont été finement caractérisés en surface du tube par la corrélation d'image numérique durant des essais biaxés.

Afin d'approfondir la connaissance des mécanismes d'endommagement de ce matériau, la tomographie en rayon X est utilisée. Un essai de traction in situ est réalisé sur la ligne de faisceau PSICHE au synchrotron SOLEIL. Des techniques de post-traitement des images tomographiques ont été mises en place et ont permis de détecter, de classifier et de quantifier les différents types de fissures à l'intérieure du composite.

Les images tomographiques peuvent directement alimenter la simulation numérique basée sur l'algorithme de transformée de Fourier rapide (FFT). Une image pré-traitée (segmentation, alignement de l'axe) est utilisée comme l'entrée de la simulation. Grâce à son implémentation massivement parallèle, le code AMITEX_FFTP permet de réaliser la simulation à partir cette image expérimentale de haute résolution (1977x1977x555). Un premier résultat de simulation met en évidence la distribution des contraintes élastiques et permet d'étudier l'influence de la microstructure sur les mécanismes d'endommagement.

*Intervenant

†Auteur correspondant: yang.chen@cea.fr

‡Auteur correspondant: lionel.gelebart@cea.fr

POSTER : Modélisation et analyse de deux portiques en charpente métallique par la méthode des éléments finis

Ourdia Belaidi ^{*† 1,2,3}, Fatma Kheloui-Taouche ^{*}

4

¹ Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou. Algérie. – BP 17- Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou. Algérie., Algérie

² Laboratoire de Modélisation expérimentale et numérique des Matériaux et Structures en Génie Civil (LaMoMS); – Algérie

³ Département de Génie Civil – Algérie

⁴ Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou. Algérie. – Algérie

L'objectif essentiel de ce travail consiste en une étude comparative entre deux portiques réalisés avec un système d'assemblage spécifique mixte acier-béton. Le premier portique est réalisé avec des poteaux tubulaires en acier remplis de béton (modèle avec béton (MAB)). Un deuxième portique simple réalisé uniquement avec des poteaux tubulaires en acier (modèle sans béton (MSB)). Pour cela, nous avons utilisé une approche locale en modélisant les portiques sollicités sous chargement horizontal. Les calculs sont effectués en utilisant le modèle numérique à comportement élastique pour le béton. Le modèle est défini par une loi de comportement linéaire. Le modèle numérique utilisé pour les aciers est le modèle élasto-plastique à écrouissage linéaire pour les aciers. Les deux modèles sont implantés dans le logiciel de calcul par éléments finis "ABAQUS". Les modèles utilisés permettent de visualiser les dommages et de déterminer le mode de rupture. Les aspects numériques sont particulièrement détaillés. Pour terminer, les principales conclusions et les perspectives les plus pertinentes de ce travail sont données.

*Intervenant

†Auteur correspondant: bel_ouar@yahoo.fr

POSTER : Simulation numérique du comportement des dalles renforcées par des plaques en composites de liège sous l'effet du choc

Fatma Kheloui * ¹

¹ Laboratoire de Modélisation expérimentale et numérique des matériaux et structures en Génie-Civil – Université mouloud mammeri route HASNAOUA TIZI-OUZOU 15000, Algérie

L'objectif de cette étude est l'analyse et la modélisation numérique par éléments finis non linéaire basée sur une approche locale, du comportement des dalles de dimensions (28x23x3) cm³, renforcées par collage de plaque de liège composite sur la face extérieure, soumises à des charges dynamiques causées par la chute d'une masse en fonction de la variation de l'épaisseur de la plaque. Cette analyse permet d'évaluer l'influence de cette épaisseur sur la résistance et la capacité portante de ces dalles. Plusieurs épaisseurs de la plaque composite sont considérées: 2, 3, 4 et 5 mm. La masse du projectile est de 3 kg avec une vitesse de chargement constante de 0.15 m/s. Cette étude permet d'estimer la réponse et de déterminer les modes de rupture de ces dalles.

*Intervenant

POSTER : Étude théorique des propriétés physique des matériaux semi-métallique quaternaire à base de cobalt : méthode ab initio.

Issam Asfour * 1,2,3

¹ Université Djillali Liabès, Sidi Bel-Abbès (22000) – B.p N 89 Sidi Bel Abbès 22000, Algérie

² Laboratoire des matériaux magnétiques, Université Djillali Liabès, Sidi Bel-Abbès (22000) – B.P. 89, Sidi Bel Abbès 22000, Algérie

³ Laboratoire des matériaux magnétiques, Université Djillali Liabès Sidi Bel-Abbès (22000) – Université Djillali Liabès, Algérie

L'un des principaux enjeux de la recherche actuelle est l'étude des semi-conducteurs ferromagnétiques à température ambiante afin d'innover de nouveaux composants pour la spintronique. Le but de ce travail est l'étude de la structure électronique et des propriétés magnétiques des alliages heusler à base de Cobalt. Ces derniers ont un intérêt particulier à cause de leur température de Curie relativement élevée. Ces sont des matériaux semi-métallique. Nos résultats sont les suivants. Dans la première partie, la matrice semi-conductrice d'accueil est décrite. La prédiction de la structure de bande montre le caractère demi-métallique, le moment magnétique total par formule unité pour ces alliages et entier, ce qui est en accord avec la règle de Slater Pauling $Mt=Nv-24$. Ceci permet de les proposer comme candidats à l'Utilisation dans les jonctions tunnels magnétiques. Dans la seconde partie, nous mettons l'accent sur la détermination de l'état fondamental de $Co_2CrSi_{1-x}Gex$ pour chaque concentration en se basant sur l'énergie totale. Nous avons constaté que l'état ferromagnétique est le plus stable pour les trois concentrations considérées. La variation du moment magnétique en fonction de la fraction molaire est linéaire en adéquate avec la VCA.

*Intervenant

Instrumentation et Méthodologie

1 - Synchrotron X-ray Diffraction for Materials Science

Jonathan P. Wright ^{*† 1}

¹ European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) – ESRF – 6 rue Jules Horowitz BP220 38043
GRENOBLE CEDEX, France

We are surrounded by modern materials and devices and these have a profound impact on our day-to-day lives. Developing new technologies in the future will require ever more sophisticated methods to understand the world around us. High energy X-ray diffraction allows us to look deep inside samples to see what is happening at the atomic scale.

When crystallite sizes in a sample are large enough then we see polycrystalline materials as a collection of single crystals. We can extract local grain-by-grain information to measure the strain and stress fields inside a sample by fitting the unit cell parameters of each crystal. Some applications of this strain tomography approach will be highlighted: unraveling the mechanism of localized deformation in NiTi shape memory alloys [1] and quantifying force chains in granular materials [2].

[1] P. Sedmák et-al, *Science* (2016) 353 559-562. DOI: 10.1126/science.aad6700

[2] S.A.Hall and J. Wright, *Géotechnique Letters* (2015) 5 236-242. DOI: 10.1680/jgele.15.00094

*Intervenant

†Auteur correspondant: wright@esrf.fr

2 - Étude des endommagements sur CMC par des essais in-situ et une approche de modélisation basée image

Vincent Mazars ^{*† 1}, Olivier Caty^{‡ 2}, Guillaume Couégnat ³, Gerard Vignoles ², Sébastien Denneulin ⁴

¹ Laboratoire des Composites Thermostructuraux (LCTS) – CNRS : UMR5801, HERAKLES - SAFRAN – 3 allée de La Boetie F-33600 Pessac, France

² Laboratoire des Composites Thermostructuraux (LCTS) – CEA, CNRS : UMR5801, HERAKLES - SAFRAN, Université de Bordeaux – 3 allée de La Boetie F-33600 Pessac, France

³ Laboratoire des Composites Thermostructuraux (LCTS) – CEA, CNRS : UMR5801, Université Sciences et Technologies - Bordeaux I, HERAKLES - SAFRAN – 3 allée de La Boetie F-33600 Pessac, France

⁴ SAFRAN CERAMICS – SAFRAN (FRANCE) – Rue de Touban Les Cinq Chemins, 33185 Le Haillan, France

Les composites à matrice céramique (CMC) sont actuellement l'objet d'un développement actif en vue d'applications en tant que pièces chaudes de moteurs d'avions civils. Pour mieux connaître leur comportement sous contraintes, des essais de traction in-situ sous rayonnement synchrotron sont réalisés à température ambiante et à 1250°C. Des méthodes de traitement d'images sont développées afin d'analyser l'apparition et la propagation des endommagements au cours du chargement (ruptures matricielles, ruptures de fibres) et de relier ces mécanismes à l'architecture du matériau. Un scénario d'endommagement est proposé, complété par des observations post-mortem. A l'aide de modèles éléments finis construits directement à partir des images 3D, les essais expérimentaux sont recréés numériquement et les champs de contraintes locaux sont analysés. Il ressort en particulier de cette étude que les croisements de fils constituent des lieux privilégiés d'amorçage de la fissuration, ce qui est cohérent avec les champs de contraintes calculés.

*Intervenant

†Auteur correspondant: mazars@lcts.u-bordeaux.fr

‡Auteur correspondant: caty@lcts.u-bordeaux.fr

3 - Observations par tomographie in situ de l'évolution de la microstructure du Polyamide 11 en cours de déformation. Modélisation par Éléments Finis du phénomène.

Pierre-Alexis Poulet ^{*† 1}, Lucien Laiarinandrasana ^{‡ 1}, Sébastien Joannès [§]
^{1,2}, Henry Proudhon ¹, Andrew King ³

¹ Centre des Matériaux (MAT) – CNRS : UMR7633, MINES ParisTech - École nationale supérieure des mines de Paris – Centre des matériaux P. M. Fourt RN 447 - BP 87 91003 EVRY CEDEX, France

² Assis-prof. – MINES ParisTech - École nationale supérieure des mines de Paris – Centre des Matériaux MINES Paristech CNRS UMR 7633 10 rue Henri Desbruères BP 87 F-91003 Evry Cedex, France

³ Synchrotron SOLEIL (SSOLEIL) – Synchrotron SOLEIL – L'Orme des Merisiers Saint-Aubin - BP 48 91192 GIF-sur-YVETTE CEDEX, France

Le polyamide 11 est un polymère thermoplastique bio-sourcé utilisé dans de nombreux domaines tels que le transport automobile, aéronautique ou encore dans l'industrie du gaz et du pétrole. Ce thermoplastique, étudié dans les travaux de thèse de Boisot [1], est sensible à la pression hydrostatique. Pour compléter cette étude, une campagne d'essais de traction in situ sur des éprouvettes millimétriques entaillées a été menée au synchrotron Soleil. L'entaille crée une sollicitation triaxiale au coeur de l'échantillon et un phénomène de cavitation s'y développe. La tomographie aux rayons X permet le suivi de la microstructure au cours du chargement. En l'occurrence, le développement de la porosité a été observé.

La présente étude met en parallèle des essais de traction monotone réalisés au laboratoire du Centre des Matériaux avec un suivi surfacique vidéo et corrélation d'images et des essais de traction in situ effectués au synchrotron Soleil sur la ligne Psiché. Des analyses qualitative et quantitative sont au coeur de ces travaux avec le suivi à la fois de grandeurs macroscopiques (ouverture d'entaille, réduction diamétrale, évolution des contours ou de l'aspect de l'éprouvette) mais aussi microscopiques avec le développement des cavités considérées en cluster et individuellement par traitement et analyse d'images volumiques [2]. Les essais de traction mettent en évidence plusieurs phases lors du chargement du matériau. Une première phase élastique jusqu'à un maximum de contrainte. Suivent une phase d'adoucissement, un plateau puis une phase de rhéodurcissement, menant à la rupture de l'échantillon. La figure proposée ci-dessous présente l'évolution de la porosité dans cet échantillon au cours du chargement. Cette porosité est visible (à la résolution de 1,3 µm de l'expérience) au maximum de contrainte et se développe ensuite de manière évidente (nuage de porosité en bleu sur les images). L'évolution de la morphologie des porosités individuelles est aussi suivie et quantifiée.

*Intervenant

† Auteur correspondant: pierre-alexis.poulet@mines-paristech.fr

‡ Auteur correspondant: lucien.laiarinandrasana@mines-paristech.fr

§ Auteur correspondant: sebastien.joannes@mines-paristech.fr

Les résultats expérimentaux obtenus constituent une base de données riche pour la calibration d'un modèle Éléments Finis. Notamment, la quantification au cours de l'essai de la porosité, inaccessible par d'autres moyens non-destructifs que la tomographie. Dans la présente étude, la loi de comportement porovisco-plastique développée dans [1] est recalibrée pour répondre plus fidèlement aux résultats expérimentaux. L'anisotropie de l'endommagement sera prise en compte en utilisant un modèle de Cao et al. [3].

[1] G. Boisot. Mécanismes et modélisation mécanique de la déformation, de l'endommagement et de la rupture du PolyAmide 11 pur et renforcé choc. Thèse de Doctorat, MINES ParisTech, 2009.

[2] P.-A. Poulet, G. Hochstetter, A. King, H. Proudhon, S. Joannes et L. Laiarinandrasana. Observations by in-situ X-ray synchrotron computed tomography of the microstructural evolution of semi-crystalline Polyamide 11 during deformation. Soumis à Journal of Polymer Science Part B : Polymer Physics, 2016.

[3] T.-S. Cao, M. Mazière, K. Danas et J. Besson. A model for ductile damage prediction at low stress triaxialities incorporating void shape change and void rotation. International Journal of Solids and Structures, Vol. 63, p 240-263, 2015.

4 - Diffraction et diffusion des rayons X à très haute température sur la ligne BM02 à l'ESRF. Transition de phases et contraintes résiduelles dans la zircone pure

René Guinebretière ^{*† 1}, F Gouraud, Marc Huger ², Elsa Thune ¹, Olivier Castelnau ³, Stephan Arnaud, V Michel, N Blanc, Nathalie Boudet

¹ Science des Procédés Céramiques et de Traitements de Surface (SPCTS) – Université de Limoges, CNRS : UMR7315, Ecole Nationale Supérieure de Céramique Industrielle – SPCTS, Centre Européen de la Céramique, 12 Rue Atlantis, 87068 LIMOGES CEDEX, France

² Science des Procédés Céramiques et de Traitements de Surface (SPCTS) – CNRS : UMR7315, Ecole Nationale Supérieure de Céramique Industrielle, Université de Limoges – Centre Européen de la Céramique, 12 Rue Atlantis, 87068 Limoges Cedex, France

³ Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux [Paris] (PIMM) – Arts et Métiers ParisTech, Conservatoire National des Arts et Métiers (CNAM), CNRS : UMR8006, Conservatoire National des Arts et Métiers [CNAM] – 151 boulevard de l'hôpital, 75013 Paris, France

L'usage des sources de rayons X de très forte intensité et la mesure des signaux diffusés ou diffractés à l'aide de détecteurs à localisation, qui sont le plus souvent bidimensionnels, modifient depuis quelques années profondément l'approche expérimentale de la diffraction des rayons X sur échantillons polycristallins. Il est devenu tout à fait commun de mesurer des diagrammes de diffraction sur de tels échantillons avec une très bonne résolution angulaire et un excellent rapport signal sur bruit avec des durées d'acquisition de l'ordre de grandeur de la seconde. Dans ce contexte, les études de science de matériaux sont de plus en plus souvent menées *operando* ou *in-situ* et le suivi de l'évolution structurale des matériaux en fonction en particulier de la température est naturellement l'un des champs essentiels de mise en œuvre de cette approche. Dès lors qu'il s'agit de mesurer précisément des paramètres de maille ou de suivre l'évolution de la microstructure (taille de cristaux nanométriques, évolution de champ de déplacement etc.) dans des échantillons qui peuvent être des poudres, des matériaux massifs ou encore des couches minces, le contrôle du positionnement de l'échantillon et la résolution angulaire de l'appareil doivent être conservés sur l'ensemble de l'expérience et donc à haute température. Ces conditions ne sont pas satisfaites par les appareillages conventionnels. Nous avons récemment développé dans le cadre du programme de recherche QMAX financé par l'ANR (contrat ANR-09-NANO-031) un four prototype qui permet de mener des expériences de diffusion (centrale ou aux grands angles) ou de diffraction jusqu'à environ 1700°C avec un positionnement très précis de l'échantillon quelle que soit la température. Les mesures sont réalisées à pression atmosphérique sous des atmosphères neutres ou réactives ou sous vide primaire. Les possibilités de ce dispositif seront illustrées par une étude très récente menée sur des matériaux réfractaires très riches en zircone. La zircone présente à l'état solide en fonction de la température et de la pression plusieurs tran-

*Intervenant

†Auteur correspondant: rene.guinebretiere@unilim.fr

sitions de phases. Lors de la décroissance de la température, la variété quadratique se transforme en monoclinique par une transition du premier ordre accompagnée d'une très forte variation de volume qui a d'importantes implications sur les propriétés mécaniques des matériaux à base de zircon. L'objet de l'étude qui sera présentée lors de cette communication est de comprendre le couplage entre contrainte résiduelle et transition de phase.

5 - Micromechanical simulations based on Laminography 3D Imaging: Experimental/numerical framework

Ante Buljac ^{*† 1}, Modesar Shakoor ², Jan Neggens ³, Marc Bernacki ²,
Pierre-Olivier Bouchard ², Lukas Helfen ⁴, Thilo F. Morgeneyer ⁵, François
Hild ³

¹ Laboratoire de Mécanique et Technologie (LMT), ENS Cachan/CNRS/Université Paris-Saclay, 61
avenue du Président Wilson, 94235 Cachan, France / MINES ParisTech, PSL Research University,
Centre des Matériaux, CNRS UMR 7633, BP 87, 91003 Evry, France - - - France

² MINES ParisTech, PSL - Research University, CEMEF - Centre de mise en forme des matériaux,
CNRS UMR 7635, CS 10207 rue Claude Daunesse 06904 Sophia Antipolis Cedex, France - - - France

³ Laboratoire de Mécanique et Technologie (LMT), ENS Cachan/CNRS/Université Paris-Saclay, 61
avenue du Président Wilson, 94235 Cachan, France - - - France

⁴ ANKA/Institute for Photon Science and Synchrotron Radiation Karlsruhe Institute of Technology
(KIT), D-76131 Karlsruhe, Germany / European Synchrotron Radiation Facility (ESRF), F-38043
Grenoble, France - - - France

⁵ MINES ParisTech, PSL Research University, Centre des Matériaux, CNRS UMR 7633, BP 87, 91003
Evry, France - - - France

- Combined computational-experimental framework to validate numerical simulations at the microscopic scale
- Analysis of in-situ test with synchrotron laminography data
- FE simulations driven by measured boundary conditions
- Use of gray level residuals to probe the quality of measurements and simulations

*Intervenant

†Auteur correspondant: buljac@lmt.ens-cachan.fr

6 - Microscopie à rayons X Laue: Possibilités et perspectives

Jean-Sebastien Micha ^{*†} ¹, Odile Robach ², Samuel Tardif, Olivier Ulrich,
François Rieutord

¹ Ligne de lumière synchrotron CRG-IF BM32 à l'ESRF (CRG-IF BM32) – CNRS, Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives (CEA) - Grenoble – ESRF-The European Synchrotron CS40220 CRG-IF-BM32 38043 Grenoble Cedex 9 France, France

² Institut Nanosciences et Cryogénie (INAC) – Université Grenoble Alpes – Grenoble, France

Les possibilités d'utilisation d'une sonde à rayons X de 500x500 nm² pour des mesures locale d'orientation, de déformation et de contraintes sont présentées. De manière non destructive, pour une très large variété d'échantillon (métaux, oxides, semiconducteurs, polycristaux avec des tailles de grain d'au moins quelques dixièmes de micromètre, monocristaux, nanofils, micropilliers, etc.), la microdiffraction Laue permet de cartographier la microstructure ou sélectionner un objet et en déterminer la structure, en particulier in situ en fonction d'un paramètre (température, chargement mécanique,...). Selon le matériau, au moins plusieurs micromètres sous la surface peuvent être analysés permettant de corrélérer forme, taille et positions des grains avec l'orientation cristalline, l'amplitude et les directions de déformation. En régime statique, élastique ou plastique, l'étude des défauts cristallins et de leur impact sur l'orientation et la déformation des plans atomiques peuvent être menée. La détermination du champ de déformation sur des membranes de germanium contraintes en parfait accord avec des analyses par éléments finis confirme la précision de la microdiffraction Laue en tant que technique de métrologie. L'installation est située sur la ligne française CRG-IF BM32 au synchrotron européen (ESRF). Elle est équipée d'un microscope optique et d'un détecteur de fluorescence X pour sélectionner les régions d'intérêts. Ouverte à la communauté scientifique, elle poursuit ses développements instrumentaux et méthodologiques pour une grande rapidité et facilité d'emploi, vers la réalisation de cartographie 3D (résolution en profondeur), la combinaison avec un détecteur résolu en énergie, et l'accélération de la collecte des données et de leur traitement par des outils logiciels graphiques et ergonomiques.

*Intervenant

†Auteur correspondant: micha@esrf.fr

POSTER : Approche de la synthèse de tensioactifs par les plans d'expériences

Chahra Bidjou-Haiour *¹, Nadia Bouzaouit¹

¹ LOMOP. UBMA – Algérie

L'approche par les plans d'expériences, consiste à organiser la démarche expérimentale et l'analyse décisionnelle en appliquant plusieurs outils et tests statistiques. L'utilisation et l'intérêt des plans d'expériences conduit à établir un plan comportant le maximum de précision dans les résultats avec un minimum d'expériences.

Dans ce travail, nous avons utilisé les plans d'expériences afin d'étudier l'influence des différents paramètres réactionnels sur l'avancement de la réaction de synthèse enzymatique de tensioactifs non ioniques à base de D-Glucose. Les esters de sucres et d'acides gras sont en effet des agents émulsifiants, stabilisants, détergents...etc[1].

Ce travail concerne donc l'optimisation et la modélisation de la conversion du glucose de départ via le plan de Box-Behnken (BBD) et la méthodologie des surfaces de réponse (RSM).

L'étude méthodologique des surfaces de réponse est menée afin de comprendre la relation qui existe entre les paramètres de réaction et la conversion. Dans nos précédents travaux, un plan de dépistage a été utilisé pour identifier les facteurs qui ont des effets importants sur la production d'ester[2]. Par la suite, un plan de Box-Benkhen[3] est utilisé pour optimiser les facteurs qui ont une influence significative sur la production d'ester de D-Glucose. Les résultats sont analysés par la méthodologie des surfaces de réponse. La RSM est un outil efficace pour l'optimisation d'un processus.

Elle comprend la conception statistique des expériences dans lesquelles tous les facteurs sont variés ensemble sur une série d'essais expérimentaux[4]. L'objectif principal de la RSM est de déterminer une région qui satisfait aux spécifications de fonctionnement du système étudié.

La modélisation et l'optimisation de la production de tensioactifs à base de D-Glucose a été réalisée avec succès en utilisant une méthodologie de surface de réponse basée sur le plan de Box-Behnken. Les résultats obtenus pour cette étude sont satisfaisants. Dans les conditions optimales déterminées par les surfaces de réponse, la conversion est de 76% au bout de 72h et à 80°C. Le coefficient de détermination (R²) est 0,923, ce qui assure une crédibilité suffisante du modèle[5]. D'autre part, la vérification des valeurs prédites a été effectuée en utilisant les conditions optimales dans des expériences pratiques. La réponse correspondante est de 75,35%. Ce résultat corrobore la validité et l'efficacité de ce modèle.

*Intervenant

- [1] Van Kempen SEHJ, Boeriu CG, Schols HA, de Waard P, Van der Linden E, Sagis LMC. Novel surface-active oligofructose fatty acid mono-esters by enzymatic esterification. *Food Chemistry* 2013;138: 1884 -1891.
- [2] Bouzaouit N, Bidjou-Haiour C. Optimization of lipase catalyzed synthesis of fatty acid xylose ester using statistical experimental designs. *Der Pharma Chemica* 2015; 7(1):261-269
- [3] Box GEP, Behnken DW. Some New Three Level Designs for the Study of Quantitative Variables. *Technometrics* 1960; 2(4):455-475.
- [4] (a) Montgomery DC. *Response Surface Methodology: Design and Analysis of Experiments*. New York : Wiley; 2002. p. 445-474. (b) Khuri AI, Mukhopadhyay S. Response surface methodology. *Wiley Interdisciplinary Reviews: Computational Statistics* 2010; 2: 128–149.
- [5] Nadia Bouzaouit and Chahra Bidjou-Haiour. Response Surface Methodological Study of Glucose Laurate Synthesis Catalyzed by Immobilized Lipase from *Candida cylindracea*. *Biological Forum – An International Journal*. 2016. In press.

POSTER : Hot dip galvanizing fluxing : Modeling, optimization and polarization studies of zinc ammonium chloride deposition by surfactants

Younes El Kacimi *† ¹

¹ El Kacimi Younes – Maroc

The aim of this work is to study the effect of silicon and phosphorus content in steel suitable for galvanizing on Hot-dep Galvanizing flux by Zinc Ammonium Chloride and their fluxing performance was improved by adding the surfactants compound. The full factorial design of experiments was used and various electrochemical monitoring techniques, such as weight loss, potentiodynamic polarization curves, and electrochemical impedance spectroscopy (EIS) methods.

The effect of variables has been investigated and these are optimized using 3 level full factorial design method. The model allows the prediction of the extent of corrosion inhibition at different conditions. ANOVA is used to evaluate the validity of model. The correlation coefficient between the calculated and the experimental data indicates good performance of the model. From ANOVA, the variables and their interaction effect on the corrosion rate were significant.

*Intervenant

†Auteur correspondant: elkacimiyounes@yahoo.fr

POSTER : Propriétés structurales ,mécaniques et électroniques de Ti₃AlH

Bensaid Djillali * ¹, Yahia Azzaz , Mohammed Ameri , Tayeb Hellal

¹ Laboratory of Physical Chemistry of Advanced Materials, – University of Djillali Liabes, BP 89,
Sidi-Bel-Abbes 22000, Algeria, Algérie

Le titane et ses alliages sont considérés comme étant le meilleur choix pour la conception et la fabrication d'éclairage et des dispositifs durs qui peuvent être utilisés dans l'industrie aérospatiale. Les alliages Al-Ti sont utilisables pour le stockage d'hydrogène. Un composé Ti₃AlH est obtenu par une réaction de Ti₃Al avec du gaz H₂ à une pression de 0,1 MPa et une température de 600°C, et a déterminé sa structure en utilisant la diffraction des neutrons. Utilisation des calculs de premier principe basé sur la théorie fonctionnelle de la densité, nous sondons les propriétés mécaniques ainsi que électroniques de l'alliage Ti₃AlH.

*Intervenant

POSTER : PAC-G : Répondre rapidement et efficacement aux besoins en nanocaractérisation des industriels.

Caroline Curfs ^{*† 1}, Patrice Gergaud ¹, Narciso Gambacorti ¹, Jaime Segura ², Jerome Beaucour ², Francesca Villa ³, Maud Baylac ³, Ennio Capria ⁴, Ed Mitchell ⁴

¹ Laboratoire d'Electronique et des Technologies de l'Information (LETI) – CEA – MINATEC 17, rue des Martyrs, 38054, Grenoble Cedex 9, France

² Institut Laue-Langevin (ILL) – ILL – 6, rue Jules Horowitz BP 156 38042 Grenoble Cedex 9, France

³ Laboratoire de Physique Subatomique et de Cosmologie (LPSC) – IN2P3, Université Joseph Fourier - Grenoble I, Institut Polytechnique de Grenoble - Grenoble Institute of Technology – 53 avenue des Martyrs - 38026 Grenoble Cedex, France

⁴ European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) – ESRF – 6 rue Jules Horowitz BP220 38043 GRENOBLE CEDEX, France

Depuis sa création en 2012, l'IRT NanoElectronique, basé à Grenoble, aide les entreprises du milieu de la micro et nano électronique, en particulier les PME/ETI, dans leurs programmes de développement et de diffusion technologique. L'IRT NE s'articule autour de 3 programmes technologiques (Intégration 3D, Photonique sur Silicium, Caractérisation Grands Instruments), 2 programmes de valorisation (PULSE et Easytech) et un programme de formation.

Le programme de Caractérisation Grands instruments a mis en place la Plateforme de Caractérisation Avancée (PAC-G) pour permettre aux industriels d'accéder plus rapidement et plus facilement aux moyens offerts par les grands instruments. Il comprend 4 partenaires académiques (ESRF, ILL, LPSC du CNRS-UGA et PFNC du CEA) et 3 partenaires industriels (SOITEC, STMicroelectronics et Schneider). Grâce au financement de l'IRT, l'ESRF et l'ILL ont pu s'équiper de nouveaux instruments spécifiques:

- D50 à l'ILL est un réflectomètre de neutrons permettant l'étude des surfaces et interfaces et l'irradiation de composants, en complément du LPSC qui propose une plateforme de neutrons haute énergie. Il permettra aussi de faire de la tomographie neutronique avec une résolution de quelques microns.

- Le diffractomètre IRT sur BM05 à l'ESRF est un équipement multi techniques (diffraction, réflectivité et topographie), agrémenté d'un robot pour permettre des mesures automatisées sur des wafers de 200 et 300 mm. Dans une deuxième phase du projet, un système de tomographie automatisé sera mis en place sur BM05 et ID19 à l'ESRF.

- Banc de rayons X à l'ILL comprenant une source Cuivre (8keV), une source Argent (22 keV) et un détecteur 2D.

*Intervenant

†Auteur correspondant: caroline.curfs@cea.fr

Si dans un premier temps ces moyens sont principalement proposés aux partenaires de l'IRT NanoElec, les industriels d'autres secteurs peuvent y accéder. Ces instruments sont rapidement (créneaux de temps de faisceau réservé) et facilement accessibles (point d'accès commun). Les services de la PAC-G comprennent l'aide à la définition des besoins des industriels, la détermination des techniques de mesures les plus appropriées, la mise en place de ces mesures et la préparation éventuelle des échantillons via la PFNC, la prise de données, l'analyse de ces données et la rédaction d'un rapport.

Métallurgie et Microstructure

1 - Apport du rayonnement synchrotron pour l'étude de matériaux de structure irradiés présents dans les réacteurs nucléaires

Jean-Luc Béchade ^{*† 1}, Denis Menut ², S. Schlutig ^{3,4}, N. Jonquères ⁵, D. Leterme ⁶, S. Cammelli ³, A. Soulié ¹, J.-P. Crocombette ¹, A. Chartier ⁷, P.-L. Solari ³

¹ DEN-Service de Recherches de Métallurgie Physique, CEA, Université Paris-Saclay – CEA – CEA Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette, France

² DEN-Service de Recherches Métallurgiques Appliquées, CEA, Université Paris-Saclay (SRMA) – CEA – CEA Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette, France

³ Synchrotron SOLEIL (SSOLEIL) – CNRS : UMRUR1 – L'Orme des Merisiers Saint-Aubin - BP 48 91192 GIF-sur-YVETTE CEDEX, France

⁴ DEN-Service d'Analyse et de Caractérisation du Comportement du Combustible, CEA – CEA – 13108 Saint-Paul-Lez-Durance, France

⁵ DEN-Service d'Etudes Mécaniques et Thermiques, CEA, Université Paris-Saclay – CEA – CEA Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette, France

⁶ DEN-Service de Soutien aux Projets, à la Sécurité et à la Sûreté, Université Paris-Saclay – CEA – CEA Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette, France

⁷ DEN-Service de la Corrosion et du Comportement des Matériaux dans leur Environnement, CEA, Université Paris-Saclay – CEA – CEA Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette, France

MARS (Multi-Analyses on Radioactive Samples) is the X-ray bending magnet beamline of the French synchrotron facility SOLEIL, dedicated to the study of radioactive matter. The MARS beamline aims at extending the possibilities of synchrotron based X-ray characterizations towards a variety of radioactive elements (a, b, g and n emitters). Thus, its specific and innovative infrastructure has been optimized to carry out analyses on radioactive materials with activities up to 18.5 GBq per sample. This beamline, which has been built thanks to a close partnership and support by the CEA, has been designed to provide X-rays in the energy range of 3.5 keV to 35 keV.

Three main techniques are progressively proposed on MARS beamline: transmission and high-resolution powder X-Ray Diffraction, X-ray Absorption Spectroscopy and X-Ray Fluorescence.

This presentation deals with recent results obtained on the MARS beamline, thanks to very powerful and useful improvements brought to the experimental set-up of the beamline and to various materials irradiated in nuclear reactors: Oxide dispersion-strengthened (ODS) steels at high doses and also Zr based alloys irradiated in Pressurized Water Reactors up to 7 PWR cycles.

Synchrotron radiation analyses bring original results concerning nano-sized secondary phases:

*Intervenant

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

- concerning Zr based alloys, radiation-enhanced precipitation of b-Nb precipitates has been evidenced and their crystallographic structure (lattice parameter and Nb content) is reported for the first time,
- for irradiated ODS, experiences using XAS and XRD provide complementary data concerning middle-sized precipitates (~ 50 nm),
- as the experimental study was not evidencing the nano-sized precipitates, before and after irradiation, an alternative way was to perform numerical simulation of the oxides behavior under irradiation (simulation within molecular dynamics of Frenkel pair accumulation), confronted with observations of massive oxides under ion irradiations. We evidenced that the defect-fluorite is an intermediate phase of the crystal-to-amorphous phase transition of the pyrochlore oxide structure.

2 - Ductile fracture – Influence of heterogeneous microstructure on nucleation, growth and coalescence mechanisms

Victor Trejo ^{*† 1}, Modesar Shakoor ¹, Marc Bernacki ¹, Pierre-Olivier Bouchard ¹

¹ École des mines de Paris (MINES ParisTech) – MINES ParisTech - École nationale supérieure des mines de Paris – 60 boulevard Saint-Michel 75272 Paris Cedex 06, France

Investigations at the microstructure scale are essential if one wants to predict accurately ductile fracture of metallic materials under complex multiaxial and non-proportional loadings. An advanced finite element approach based on a level set formalism and body-fitted immersed meshing capabilities enable the modeling of nucleation, growth and coalescence mechanisms for complex 3D microstructures and under large plastic strain. Applications on real microstructures (coming from in-situ laminography) and exact boundary conditions (thanks to Digital Volume Correlation) are studied and discussed for different loading conditions.

*Intervenant

†Auteur correspondant: victor-manuel.trejo_navas@mines-paristech.fr

3 - Évolution du tenseur des contraintes complet lors du refroidissement d'un composite à matrice métallique : détermination in situ par diffraction haute énergie et suivi par simulations micromécaniques

Guillaume Geandier ^{*† 1}, Lilian Vautrot ¹, Sabine Denis ¹, Benoît Denand ¹,
Moukrane Dehmas ¹, Julien Teixeira ¹, Elisabeth Aeby-Gautier ¹

¹ Institut Jean Lamour (IJL) – Université de Lorraine, CNRS : UMR7198 – Parc de Saurupt CS50850
54011 Nancy Cedex, France

La diffraction à haute énergie In situ des rayons X sur une source de rayonnement synchrotron, réalisée sur un composite à matrice métallique (acier / TiC) permet de suivre les évolutions au cours du refroidissement des fractions de phase et des paramètres de maille moyens (analyse de Rietveld). Grâce à la mise au point d'un nouveau dispositif expérimental (un four à rayonnement transportable, avec une rotation contrôlée de l'échantillon) les évolutions au cours du refroidissement de l'ensemble des composantes du tenseur des contraintes dans le matériau composite ont pu être obtenues. Ainsi, il a été démontré que la matrice et les renforts sont dans un état de contrainte hydrostatique tout le long de refroidissement, même lors de la transformation de phase. En utilisant les paramètres de maille libre de contrainte et leurs évolutions en fonction de la température, il ressort que de 900°C au début de la transformation martensitique, les contraintes de compression augmentent dans les renforts et de faibles contraintes de compression existent dans l'austénite (en raison de la différence de les coefficients de dilatation thermique des phases). Lorsque la transformation martensitique se produit, les contraintes se relaxent en grande partie dans les renforts, les contraintes de compression augmentent dans l'austénite et la martensite subit des contraintes de traction.

Pour interpréter les résultats expérimentaux, des simulations 3D micromécaniques ont été effectuées en tenant compte d'une loi de comportement thermo-élasto-viscoplastique de la matrice, y compris les déformations de transformation de phases (changement de volume et plasticité de transformation) et une loi thermo-élastique pour les renforts. Des microstructures simplifiées avec une distribution périodique de particules dans la matrice, ainsi que des microstructures plus réalistes sont prises en compte dans le but d'étudier les évolutions des contraintes et des champs de déformation dans la matrice et les renforts au cours du refroidissement.

*Intervenant

†Auteur correspondant: guillaume.geandier@univ-lorraine.fr

4 - Early stage of plastic deformation in metals studied by in situ X-Ray synchrotron topotomography and crystal plasticity FEM simulations

Nicolas Gueninchault ^{*† 1}, Henry Proudhon ^{1,2}, Samuel Forest ¹, Wolfgang Ludwig ^{3,4}

¹ Centre des Matériaux (MAT) – CNRS : UMR7633, MINES ParisTech - École nationale supérieure des mines de Paris – Centre des matériaux P. M. Fourt RN 447 - BP 87 91003 EVRY CEDEX, France

² Materials science departments - University of California santa barbara (UCSB) – États-Unis

³ European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) – ESRF – 6 rue Jules Horowitz BP220 38043 GRENOBLE CEDEX, France

⁴ Matériaux, ingénierie et sciences (MATEIS) – CNRS : UMR5510, Institut National des Sciences Appliquées (INSA) - Lyon, Institut National des Sciences Appliquées [INSA] - Lyon – Bâtiment Blaise Pascal 7, avenue Jean Capelle 69621 VILLEURBANNE CEDEX, France

With the development of recent X-ray sources and detectors, scan times decreased drastically, enabling time resolved studies. But performing mechanical testing while imaging in 3D deformed materials could be difficult, and specifically designed rigs are needed, to fit the severe space constraints of a synchrotron beamline. 4 stress rigs were designed enabling tomographic imaging with the most recent techniques (fast X-ray CT, diffraction contrast tomography, topotomography, laminography, dark-field microscopy). More is paid here on NANOX, a tensile stress rig designed to fit into the ID11 diffractometer, which allow a FRELON microscope to be less than 3mm far from the sample.

In situ X-ray synchrotron topotomography on a 3-grains cluster within the bulk of a binary AlLi alloy has been performed for the first time on the ID11 beamline of the ESRF. Thanks to the specifically designed NANOX device, the very first plastic events in the individual grains have been captured, and the effect of plastic instabilities to the lattice orientation were observed. Single or multiple slip bands formation is observed depending on the grain orientation and load level. 3D rocking curves analysis shows a strong lattice curvature corresponding to the previously identified active slip systems.

The 3D microstructure (grain shape and orientation) of the entire sample was characterized by diffraction contrast tomography. This reconstruction was used to generate a realistic mesh of the specimen and to perform crystal plasticity finite element (FE) simulations within the finite strain framework. The mechanical behaviour at the grain level observed experimentally was compared with FE simulation results by using special post-processing routines simulating diffraction patterns of the deformed crystals.

*Intervenant

†Auteur correspondant: nicolas.gueninchault@mines-paristech.fr

5 - Estimation des propriétés thermiques de l'argent fritté par modélisation par éléments finis basée sur la nanostructure poreuse obtenue par tomographie : influence du vieillissement thermique

Xavier Milhet ^{*† 1}, Loic Signor ¹, Carole Nadot-Martin ¹, Nait-Ali Azdine ¹, Tandiag Diouwel ¹, Prasanth Bokam ¹, Marc Legros ²

¹ Institut Pprime (PPRIME) – CNRS : UPR3346, Université de Poitiers, ENSMA – France

² Centre d'élaboration de matériaux et d'études structurales (CEMES) – CNRS : UPR8011 – 29 Rue Jeanne Marvig - BP 4347 31055 TOULOUSE CEDEX 4, France

La nécessité de réduire les émissions de gaz à effet de serre a provoqué la recherche de solutions alternatives pour les machines utilisant des énergies fossiles, plus particulièrement dans le domaine du transport. L'essor des véhicules électriques ou hybrides sur le marché repose en grande partie sur la fiabilité de l'électronique de puissance embarquée. L'arrivée des puces à base de SiC, plus performantes que celles basées sur le Si, nécessite de revoir les solutions actuelles pour les matériaux de report de puces, ces dernières étant inadaptées aux nouvelles températures de fonctionnement. Dans ce contexte, le frittage de pâte d'argent est prometteur, l'argent étant un excellent conducteur électrique et thermique tout en ayant une température de fusion très élevée (961°C). Néanmoins, le frittage de pâte d'argent, effectué à basse température (250°C) sous faible pression, ne permet pas une densification complète du joint, qui présente une porosité de taille nanométrique. Si les études traitant des propriétés des joints d'argent frittés sont nombreuses dans la littérature, rares sont celles liant explicitement l'évolution des propriétés avec celle de la nanoporosité, notamment au cours du vieillissement. Dans ce cadre, notre étude s'intéresse à caractériser la structure poreuse par tomographie X synchrotron à l'échelle nanométrique à différents stades du vieillissement. La conductivité thermique effective du matériau à l'état initial et vieilli est ensuite estimée par homogénéisation numérique à l'aide de simulations par la méthode des éléments finis basées sur les images issues de la nano-tomographie X.

*Intervenant

†Auteur correspondant: xavier.milhet@ensma.fr

POSTER : Etude des propriétés optiques, physiques et mécaniques de substrats polycristallins de silicium de qualité solaire

Philippe Goudeau ^{*† 1}, Fabien Jagailoux ², Fabien Paumier ¹,
Jean-Christophe Dupré ², Valéry Valle ², Jean-Daniel Penot ³, Dominique
Thiaudière ⁴, Amal Chabli ³

¹ Institut Pprime (PPRIME) – CNRS : UPR3346, Université de Poitiers, ENSMA – France

² Institut Pprime (PPRIME) – CNRS : UPR3346, Université de Poitiers, ENSMA – 11 Bld Marie et
Pierre Curie 86962 Chasseneuil-Du-Poitou, France

³ Laboratoire d’Innovation pour les Technologies des Energies Nouvelles et les nanomatériaux (LITEN)
– CEA – France

⁴ Synchrotron SOLEIL (SSOLEIL) – CNRS : UMRUR1 – L’Orme des Merisiers Saint-Aubin - BP 48
91192 GIF-sur-YVETTE CEDEX, France

Le substrat de silicium cristallin est à l’heure actuelle le matériau le plus utilisé dans l’industrie du photovoltaïque et de la microélectronique. Des groupes industriels tels que le CEA et Safran portent aujourd’hui un intérêt grandissant sur les méthodes de mesure expérimentales associées au silicium. Durant le processus de fabrication (croissance dirigée) des lingots puis des substrats (découpe par abrasion), des contraintes internes apparaissent et peuvent provoquer la fissuration complète des lingots avant leurs découpes ou encore des casses durant la mise en service des substrats. Ces endommagements génèrent des pertes économiques importantes.

Peu de travaux existent dans la littérature sur la mesure des contraintes dans les substrats de Si, une raison fondamentale étant la difficulté à quantifier les faibles niveaux attendus (quelques MPa). La photoélasticimétrie Infrarouge en transmission apparaît comme étant l’une des seules méthodes capables de quantifier des contraintes dans les substrats Si PV à ce niveau-là et à des échelles macroscopiques (plaquettes de 156 x 156 mm²). Elle nécessite la connaissance des propriétés piézo-optiques du matériau analysé pour déterminer les contraintes internes. Dans le cas du silicium de structure cristalline cubique de type ” diamant ”, le comportement optique est isotrope lorsque les contraintes résiduelles sont nulles. Sous sollicitations mécaniques, son tenseur piézo-optique évolue en fonction de l’orientation cristalline et de l’orientation de la contrainte appliquée. Il est alors nécessaire de déterminer l’orientation cristalline et l’orientation de la contrainte appliquée afin de calculer au mieux les contraintes résiduelles.

Dans le cas des substrats monocristallins [001], des méthodes d’identification ont permis de connaître le tenseur piézo-optique pour cette orientation. Des mesures ont alors été réalisées. Elles ont montré que dans le cas de substrats monocristallins, des contraintes résiduelles de l’ordre de 3 à 6 MPa sont induites majoritairement par les procédés de découpe (wafering). Le

*Intervenant

†Auteur correspondant: philippe.goudeau@cnrs.pprime.fr

niveau de contrainte dépend du procédé d'abrasion choisi, par découpe au fil diamanté (particules de diamant collé sur un fil d'acier) ou par découpe slurry (particules fines de SiC mise en mouvement dans une solution huileuse par un fil d'acier).

Le calcul des contraintes dans un substrat polycristallin par photoélasticité nécessite de connaître les orientations cristallines de chaque grain ou plus exactement en chaque point de la plaquette. L'utilisation de techniques telles que la diffraction des rayons X permet d'obtenir les orientations cristallines sans préparation spécifique de la surface contrairement à d'autres techniques plus rapides. La difficulté ici est de réaliser cette étude à l'échelle macroscopique et de déterminer les coefficients optico-mécaniques. Des cartographies d'orientations sont réalisées sur la ligne DiffAbs du synchrotron Soleil avec un faisceau de $0,2 \times 0,3 \text{ mm}^2$. Les contraintes sont calculées dans le substrat polycristallin à partir du tenseur piézo-optique déterminé pour chaque orientation cristalline. L'étude permet aussi de mettre en relation les variations de niveaux de gris obtenu par transmission lumineuse proche infrarouge avec les notions d'orientations cristallines.

POSTER : Internal stresses and structural evolutions in Zr alloys during oxidation at high temperature and subsequent cooling

Raphaëlle Guillou ^{*† 1}, Matthieu Le Saux ¹, Jean-Christophe Brachet ¹,
Thomas Guilbert ¹, Elodie Rouesne ¹, Denis Menut ¹, Caroline
Toffolon-Masclat ¹, Dominique Thiaudière ²

¹ Service des Recherches Métallurgiques Appliquées (SRMA) – CEA – CEA Saclay 91191 Gif sur Yvette, France

² Synchrotron SOLEIL (SSOLEIL) – CNRS : UMRUR1 – L’Orme des Merisiers Saint-Aubin - BP 48 91192 GIF-sur-YVETTE CEDEX, France

In some hypothetical accidental situations, such as during a Loss Of Coolant Accident (LOCA) in pressurized water reactors, fuel cladding tubes made of zirconium alloys can be exposed for a few minutes to steam at High Temperature (HT up to 1200°C) before being cooled and then quenched in water. Under LOCA-like conditions, the cladding undergoes a number of metallurgical changes (phase transformations, oxygen diffusion, growth of an oxide layer...) and is consequently submitted to internal stresses whose state evolves during the transient. These stresses can have an effect on the oxide structure and the oxidation kinetics of the material. They evolve during cooling, owing to differences between the thermal expansion coefficients of the various phases and phase transformations of the metal and the oxide. These stresses may result in the failure of the cladding during quenching, once the material is embrittled by oxidation. In order to progress in the evaluation of these internal stresses, X-ray diffraction experiments were performed in-situ under synchrotron radiation during HT oxidation and subsequent cooling on Zircaloy-4 sheet samples. First, structural evolutions, such as phase transformations, have been studied as a function of temperature for both the oxide layer and the metallic substrate. Then, internal stresses generated within the material oxidized at temperatures between 700 and 900°C have been evaluated thanks to the 2 *theta* diffraction peak position shift measured during the in-situ experiments (Figure 1). Electron backscatter diffraction (EBSD) analysis was performed on the samples after cooling in order to characterize their crystallographic texture (Figure 2). Furthermore, macroscopic strains induced by oxidation in the conditions investigated during the in-situ X-ray diffraction experiments were measured in-situ in a dilatometer.

*Intervenant

†Auteur correspondant: raphaelle.guillou@cea.fr

POSTER : Numerical description of Portevin-Le Chatelier effect in Inconel 718 alloy

Jaroslaw Mizera * ¹, Piotr Maj[†], Joanna Zdunek[‡]

¹ Warsaw University of Technology (WUT) – Woloska 141, 02-507 Warsaw, Pologne

Portevin–Le Chatelier (PLC) effect is a type of plastic instability which manifests itself as stress serrations during deformation of many metals. It results in spatially inhomogeneous deformation characterized by strain localization of various types. There are many theories explaining this effect, of which the most common is the Dynamic Strain Aging (DSA) model. According to this model, during uniaxial deformation, mobile dislocations are blocked by the solute atoms, which results in material strengthening. When the stress reaches a critical value, the mobile dislocations are released and thereby the load needed for deformation decreases which can be seen in the stress–strain curve as a serration.

In order to explain the phenomena various methods can be used among other tensile and compression tests, acoustic emission and digital image correlation. Especially the first one is widely used thanks to its simplicity and large amount of information that can be obtained. However there are some problem concerning processing and analysis of results. The serrations are at first glance are irregular and chaotic. Additionally depending on the process parameters and the state of the material the stress drops change their shape and size. In relation to above described issues we have decided to create a program that will allow numerical and statistical examination of the strain stress curves.

To analyze the effect the authors choose the strain-stress curve analysis in the stationary stage of serrations in contrast to other works in which the focus was placed at the beginning of the serrations and critical strain (ϵ_c). This approach has several advantages greater range of analysis, statistical nature of the phenomenon and a quantitative analysis of the serrations intensity which may have some practical implication when assessing the intensity of the phenomena. There are some strong grounds to believe that the observed interactions are key of importance in the description of the phenomenon. R.W. Hayes and W.C. Hayes stated in their work that the values of stress drops are even more fundamental than the widely used critical strain measure. They amplitude is proportional to breakaway stress at which the dislocation escapes through the lattice being pinned again that in the macroscale produces serrations.

The current research of the authors obtained histograms for Inconel 718 show a Gaussian distribution of serrations which suggest hidden order behind groups of serrations which is representative for a the given conditions. Next using a modified stress drop method by Pink and Grindberg we calculated activation energy using a novel activation method which gave surprisingly good

*Intervenant

[†]Auteur correspondant: piotr.maj@inmat.pw.edu.pl

[‡]Auteur correspondant: jzdunek@inmat.pw.edu.pl

results and compliance. Furthermore based on supplementary research (high strain rate tests and microstructure studies) we confirmed cross-core diffusion mechanism proposed by Zhang and Curtin for the tested materials. In the model dislocation drag of solute atoms plays a key role in the creations of serrations increasing local concentration of elements and adding an additional athermal component.

Liste des participants

- André Stéphane
- Asfour Issam
- Badi Ridha
- Bechade Jean-Luc
- Benaoua Salah
- Bernacki Marc
- Bidjou-Haiour Shahra
- Bouchaour Mama
- Castelnau Olivier
- Caty Olivier
- Chekour Lounis
- Chen Yang
- Curfs Caroline
- Denis Sabine
- Dezecot Sébastien
- Dezellus Olivier
- Djelti Radouan
- Djillali Bensaid
- El Kacimi Younes
- El Kacimi Younes
- Favre Julien
- Geandier Guillaume
- Geandier Guillaume
- Gérard Céline
- Girault Baptiste

- Gloaguen David
- Goudeau Philippe
- Gueninchault Nicolas
- Guillou Raphaëlle
- Guinebretiere René
- Habchi Mohammed
- Hassani Abir Nesrine
- Heripre Eva
- Joseph Jean Marc
- Kheloui Fatma
- Kheloui.taouche Fatma
- Kruch Serge
- Lalaoua Samira
- Limam Amel
- Maire Ludovic
- Malard Benoît
- Mathon Marie-Hélène
- Mazars Vincent
- Menut Denis
- Mizera Jaroslaw
- Mohcine Abdeslam
- Mugisho Ruffin
- Pino Munoz Daniel
- Pouvreau Nicolas
- Rahmani Mohamed
- Renversade Loïc
- Romain Quey
- Signor Loïc
- Silva Luisa
- Soulacroix Julian
- Trejo Navas Victor Manuel
- Truyol Albert

- Willot François
- Wright Jonathan
- Založnik Miha