

Une application thermo-industrielle du futur au Creusot « Métallurgie des Poudres et Compression Isostatique à Chaud » : la plateforme EquipeX+/CALHIPSO

A thermo-industrial application of the future at Le Creusot “Powder Metallurgy and Hot Isostatic Pressing”: The CALHIPSO national platform

RÉSUMÉ. Les retombées du message de Carnot, 200 ans après, se retrouvent dans l'utilisation de la Compression Isostatique à Chaud (CIC) en fonction du type de vides à éliminer c'est-à-dire lors de la minimisation de l'énergie interfaciale pour passer d'une poudre à un massif ou lors de l'application du second principe à la mécanique des milieux continus pour modéliser le réarrangement particulaire ou la fermeture des cavités. De plus, grâce aux avancées technologiques autour des procédés de la métallurgie des poudres, il est possible de développer de nouvelles applications, notamment via l'émergence de matériaux et de composants innovants. Le programme EquipeX+/CALHIPSO (ANR-21-ESRE-0039), motivé par de nouveaux enjeux stratégiques, ambitionne de s'inscrire dans cette dynamique et ce, en vue de garantir l'avenir de la filière métallurgique. Ainsi, nous cherchons à mettre en œuvre la technologie CIC : (i) pour la fabrication de composants frittés au plus proche des dimensions finales et (ii) pour la réalisation d'assemblages de composants complexes par diffusion. Ainsi, CALHIPSO propose une approche globale d'expérimentation, de modélisation et de simulation (multi-échelles et multi-physiques) pour définir des solutions taillées à la mesure des besoins de la recherche et de l'industrie.

ABSTRACT. The fallout from Carnot's message, 200 years later, can be found in the use of Hot Isostatic Press (HIP) depending on the type of voids to be eliminated, that is to say when minimizing the interfacial energy to go from a powder to a dense part or when applying the second principle to the mechanics of continuous media to model the particular rearrangement or closure of cavities. Thanks to technological advances around powder metallurgy processes, it is possible to develop new applications, particularly through the emergence of innovative materials and parts. The EquipeX+/CALHIPSO program (ANR21-ESRE-0039), motivated by new strategic challenges, aims to be part of this dynamic, with a view to guaranteeing the future of the metallurgical sector. Thus, we seek to implement HIP technology: (i) for the manufacture of sintered components as close as possible to the final dimensions and (ii) for the production of assemblies of complex components by solid state diffusion. Thus, CALHIPSO offers a global approach to experimentation, modeling and simulation (multi-scale and multi-physics) to define solutions tailored to the needs of research and industry.

MOTS-CLÉS. Compression isostatique à chaud, frittage, soudage diffusion, métallurgie des poudres, assemblage, modélisation, applications industrielles, nucléaire

KEYWORDS. hot isostatic pressing, sintering, diffusion welding, powder metallurgy, assembly, modelling, industrial applications, nuclear

1. Introduction

À l'instar des spores de lycopode prompts à s'enflammer de façon détonante, les matériaux pulvérulents sont instables en raison de leur surface spécifique élevée. Cette propriété peut être utilisée pour produire des massifs, à partir de poudres, celles-ci tendant naturellement à diminuer leur énergie de surface. Ce mécanisme de densification d'une poudre est communément appelé le frittage. En effet, le frittage se caractérise par un transport de matière par diffusion, l'origine thermodynamique de ce transport est gouvernée par la minimisation de l'énergie globale du système par la formation d'interfaces solide/solide en lieu et place d'interfaces solide/gaz dont les énergies sont généralement plus élevées.

$$\Delta G = \gamma_{SG} \Delta A_{SG} + \gamma_{SS} \Delta A_{SS}$$

Avec

*** γ_{SG} , γ_{SS} , les énergies superficielles des interfaces solide-gaz (pores) et solide-solide (joints de grain).

** ΔA_{SG} , ΔA_{SS} , les variations des aires des interfaces solide-gaz et solide-solide au cours du frittage.

** ΔG , la variation d'énergie libre du système.

Toutefois, ce processus étant relativement lent, il convient, pour des applications industrielles, de les aider en les chauffant et en les comprimant via les procédés de frittage sous charge comme la Compression Uniaxiale à Chaud (CUC) ou la Compression Isostatique à Chaud (CIC), objet de cet article. Afin de prédire la forme finale ainsi que l'état de contrainte des pièces, il est nécessaire de développer des modèles de déformation des poudres. Bien appliquées à des milieux divisés, les lois de comportement utilisées reposent sur le second principe appliqué à la mécanique des milieux continus homogènes, que ce soit pour modéliser un réarrangement particulière (critère de « plasticité » d'un matériau granulaire) ou la fermeture de cavités (lois d'écoulement viscoplastique d'un milieu poreux).

Ainsi, les exemples décrits dans cet article s'appuieront sur ces principes puisque les applications de la technologie CIC dépendent du type de vides à éliminer, c'est-à-dire lors de l'application de post-traitements, ou lors de la fabrication, à partir de poudres, de composants de grande dimension au plus proche des dimensions finales (*i.e.* le frittage) ou encore lors de la réalisation d'assemblages à l'état solide de composants complexes (*i.e.* soudage – diffusion).

2. Objectifs

L'objectif de cet article est de présenter les principales activités scientifiques en lien avec le développement de la technologie de Compression Isostatique à Chaud (CIC, soit Hot Isostatique Pressing – HIP en anglais). Ces travaux sont menés dans le cadre de la plateforme nationale EQUIPEX+/CALHIPSO. Cette dernière est le

point de départ pour s'approprier la technologie CIC en exposant ses performances et ses limites mais également en relevant les défis scientifiques technologiques. En effet, nous ambitionnons de pouvoir spécifier, contrôler et surveiller le procédé et les matériaux dans le temps (corrosion, fatigue, vieillissement thermique et sous irradiation). La finalité de cette plateforme est l'accompagnement des industriels vers la maîtrise de cette technologie et la normalisation / codification de cette dernière. En aéronautique tout comme dans le domaine du médical, le post-traitement CIC, pour finaliser la densification et ainsi améliorer les propriétés mécaniques de pièces denses, est déjà une étape finale obligatoire pour qualifier les pièces critiques. De fait, la CIC est appelée à jouer un rôle essentiel comme cela est déjà le cas pour les applications Oil&Gas ou pour consolider les composants destinés à l'industrie de la production d'énergie [1-2].

3. Pourquoi s'intéresser à la Compression Isostatique à Chaud ?

La CIC est aujourd'hui une technologie mature capable de répondre à des besoins de traitements thermiques, de fabrication directe à partir de poudres ou d'assemblage par soudage diffusion. Elle intervient dans de nombreux secteurs tels que l'énergie, les industries manufacturières, l'outillage, le transport et l'aérospatial, l'énergie dont le nucléaire, le médical, les industries du Oil&Gas... [2].

Les principaux avantages de ce procédé sont :

- Sa capacité à élaborer des composants avec des performances et des durabilités améliorées c'est-à-dire avec un taux de densification proche de 100 % sans ségrégation et présentant une microstructure fine, homogène et isotrope.
- Sa flexibilité en termes de géométries et de dimensions avec la possibilité de produire des pièces de grandes dimensions et de formes complexes tout en permettant de traiter simultanément de nombreuses petites pièces (figure 1).
- Son adaptabilité en réponse aux enjeux sociétaux et environnementaux de demain puisque ces technologies permettent de réduire d'une part, la consommation d'énergie en chauffant la matière et/les composants « au juste besoin » avec des temps de process plus courts et, d'autre part, de réduire la consommation de matières premières en limitant les opérations d'usinage et de soudage.

Aujourd'hui, de nombreux facteurs plaident en faveur d'un développement de l'usage de la CIC. Premièrement, un regain d'intérêt général est visible pour les procédés de la métallurgie des poudres, y compris à la fois pour les procédés de la fabrication additive (LPBF - *Laser Powder Bed Fusion* ou WAAM - *Wire Arc Additive Manufacturing* ou MIM - *Metal Injection Molding*) et ceux conduisant à la production de grandes pièces NNS (Near-Net-Shape) ou de composants complexes par soudage diffusion [2, 3]. Il est à noter que ces procédés génèrent des économies de matières premières, et donc des économies d'énergie. Deuxièmement, des applications très exigeantes poussent au développement de composants complexes (réacteurs compacts, échangeurs de chaleur, composants pour les réacteurs à fusion nucléaire, centrales

solaires, etc.). Enfin, la nouvelle génération de machines CIC, qui ouvre la voie à des refroidissements accélérés et contrôlés, permet d'inclure dans le cycle CIC les traitements thermiques nécessaires à la mise en propriétés du matériau. De plus, le refroidissement sous pression permet un refroidissement très homogène des pièces, limitant les déformations, les risques de fissuration et offre de nouvelles opportunités de traitements thermiques avancés. Enfin, la métallurgie des poudres ouvre de nouvelles perspectives pour la formulation de nouveaux alliages toujours plus performants.

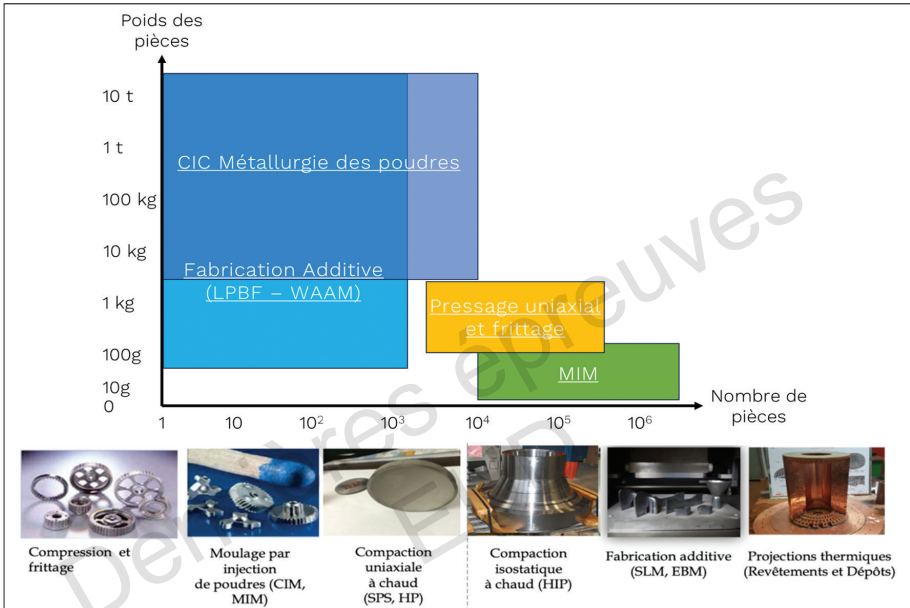


Figure 1 — Positionnement des volumes possibles à produire par la technologie CIC en comparaison avec les autres technologies de métallurgie des poudres (LPBF, WAAM et MIM).

4. Compression Isostatique à chaud, pour quoi faire ?

4.1. Principe de la CIC

La CIC consiste à presser des matériaux à haute température (via un résistor en Mo ou Cgr) avec un gaz neutre (Ar, N₂, ...) comprimé dans une enceinte fermée (figure 2). Les motivations pour la compression des matériaux dépendent du type de défauts à éliminer.

En effet, la compression isostatique à chaud permet de densifier par frittage des poudres ou de consolider des pièces moulées, imprimées et frittées dans un four à haute pression (100-200MPa) à des températures permettant d'induire le fluage, la diffusion et l'homogénéisation de la microstructure sans passer par une phase liquide [4]. La pression du gaz appliquée uniformément dans toutes les directions de l'espace engendre une contrainte favorable à la fermeture des cavités non débouchantes

(pores, retassures, ...) tandis que, sous l'effet de la température, les processus de fluage et de diffusion sont activés, permettant la déformation de la matière et donc l'obtention d'un matériau totalement densifié possédant une microstructure fine et isotrope. Ainsi, deux applications majeures de la CIC habituellement considérées sont le post-traitement de pièces préparées par d'autres procédés ou la fabrication directe de composants par frittage ou par soudage diffusion.

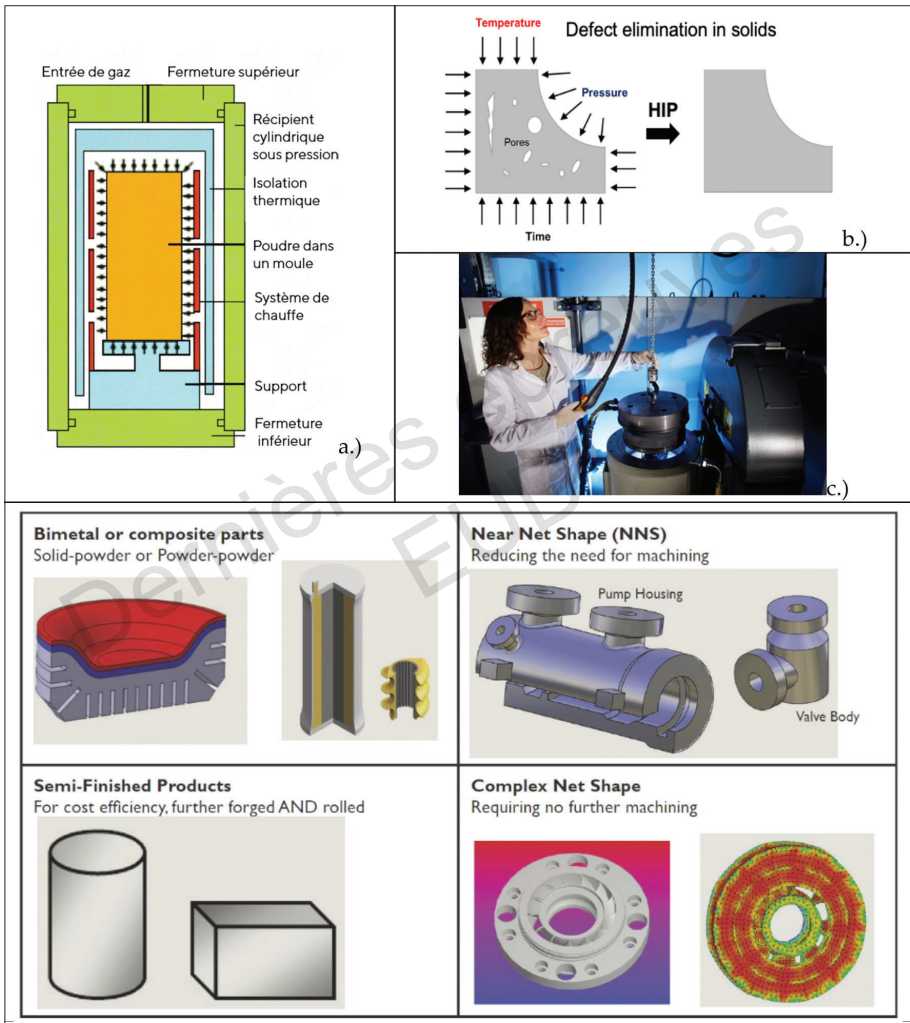


Figure 2 — a.) Schéma d'un four HIP, b.) Description de l'effet combiné de la température et la pression pour éliminer les vides présents, c.) Photographie de l'enceinte QIH15L (D180H500, 2 000 °C/2 000 bar) Quintus installée au laboratoire ICB à Dijon et d.) illustrations des possibilités offertes par la CIC [2]

4.2. La CIC appliquée comme Post-traitement

Comme mentionné précédemment, la première utilisation de la CIC est le traitement thermique sous pression des pièces de fonderie pour éliminer les retassures, criques, pores et autres défauts non débouchants. Elle est également appliquée sur des pièces préalablement frittées (Pressage/Frittage, Injection de poudres métalliques, frittage naturel) pouvant contenir de la porosité non accessible ou encore fabriquées par des méthodes additives (fusion laser sur lit de poudre, *Cold Spray*, *Binder jetting*, ...) qui peuvent également contenir des défauts (pores et fissures) (figure 3). Enfin, il existe d'autres usages marginaux tels que le durcissement superficiel par nitruration des aciers et des alliages de titane, et la possible utilisation de la CIC pour la réparation de pièces usagées comme les aubes de turbine présentant des cavités associées au fluage [5].

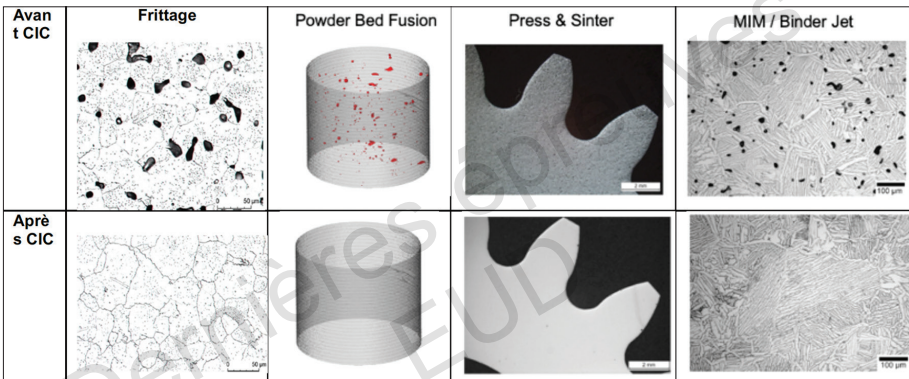


Figure 3 — Influence de la CIC à éliminer les défauts de pièces préalablement préparées par des procédés traditionnels (fonderie et pressage / frittage) ou innovants (fabrication additive, MIM) d'après M. Ahlfors (Quintus), [5].

4.3. La CIC, une technique de fabrication innovante

La CIC peut également être utilisée comme procédé de fabrication en tant que tel (composants bruts et produits semi-finis obtenus par frittage de poudres ou par soudage par diffusion). Cette technique permet d'obtenir directement des pièces à la forme souhaitée, avec peu ou pas de finition, en s'approchant au plus près des dimensions finales tout en associant plusieurs matériaux identiques ou dissimilaires. Ainsi, elle peut être utilisée pour fritter des poudres, c'est-à-dire une technique de fabrication dite Near-Net-Shape (NNS) de composants de grandes dimensions et de formes complexes (figure 4a) ou pour assembler par diffusion à l'état solide (Diffusion Welding) des composants sans apport de matière (figure 4b). Toutefois dans les deux cas, les poudres ou les matériaux sont insérés dans une enveloppe appelée capsule, dont le but est d'empêcher le gaz de pénétrer dans les vides (c'est-à-dire l'espace entre les particules et/ou les éléments à assembler).

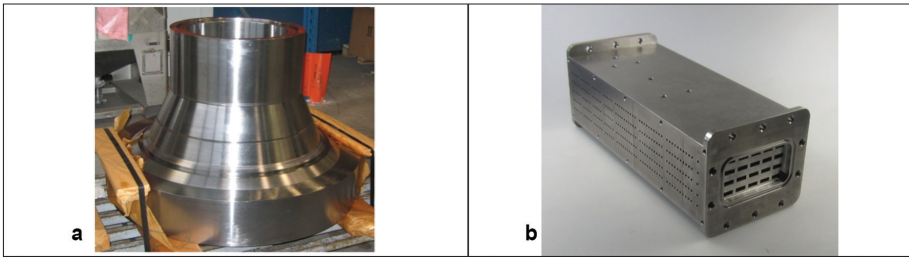


Figure 4 — Exemples de composants préparés par CIC, a.) Fabrication d’une tubulure bimétallique de pressuriseur NNS par HIP en remplacement d’une pièce forgée (Dia. 700 mm, hauteur 700 mm) [6]. b.) Échangeur à plaques compact préparées par soudage diffusion via la HIP [7]. SF2M-Bodycote prize 2014 (N. Bouquet [8]).

Les différentes étapes habituellement considérées dans ces deux applications sont résumées dans la figure 5.



Figure 5 — Description des différentes étapes pour fabriquer, à partir d’une poudre, un composant de grande dimension au plus proche des dimensions finales (NNS) par CIC [9].

Dans cette technologie, le frittage de la poudre ou le soudage par diffusion nécessite l’utilisation d’une capsule pour laquelle l’absence de réaction avec le contenant est essentielle. Par conséquent, le choix de sa nature est primordial afin d’éviter « toute contamination » de la pièce fabriquée. La conception et la fabrication de ces capsules sont des enjeux majeurs pour le développement de la CIC.

Leurs conceptions et leurs réalisations imposent de conduire plusieurs travaux en amont :

- Choisir le matériau répondant à plusieurs exigences comme une résistance suffisante mais une grande capacité de déformation, une compatibilité avec le contenant en évitant toute diffusion d’éléments chimiques, une étanchéité à l’application d’une pression et une facilité d’élimination (décomposition, attaque chimique ou usinage).

- Positionner les soudures, celles-ci ayant un impact majeur sur les déformations en cours de CIC tout en devant préserver l'étanchéité du système et éviter toute intrusion d'argon.
- Mettre en œuvre des modélisations et des simulations pour la définition de la capsule à fabriquer en vue de prévoir les déformations (souvent non isotropes) et atteindre une densification maximale de la poudre par exemple.
- Définir la méthode de retrait de la capsule par usinage ou par dissolution chimique. Ceci impose de prévoir des surépaisseurs.

En fait, la fabrication et l'enlèvement de la capsule sont des défis majeurs à la compétitivité de l'utilisation de poudres pour la CIC dans le cadre de la fabrication de pièces de dimension significative. En effet, les coûts de fabrication par CIC sont à prendre en compte et le défi doit donc porter sur la fabrication de la capsule, sa mise en œuvre puis sa suppression, opérations pouvant représenter aujourd'hui environ 35 % à 45 % du prix final.

5. La Plateforme CALHIPSO (ANR21-ESRE-0039)

CALHIPSO est une plateforme nationale qui vise à promouvoir l'utilisation de la technologie de la Compression Isostatique Chaud (CIC) dans l'industrie. En effet, le regain d'intérêt pour la métallurgie des poudres, la demande croissante de composants complexes ainsi que les progrès récents de la technologie sont favorables à l'expansion de cette dernière dans de nombreux secteurs de l'industrie [10]. Aujourd'hui, des traitements CIC standards sont proposés. Pourtant, un meilleur contrôle des paramètres de la CIC est nécessaire pour exploiter pleinement les avantages du procédé et atténuer son coût, ce qui est nécessaire pour augmenter son utilisation.

5.1. Pourquoi le Creusot ?

Un tissu industriel en résonance avec la thématique de la Métallurgie. Berceau de la sidérurgie et de la mécanique, le site industriel du Creusot, qui se déploie sur près de 250 hectares, emploie environ 5 000 personnes, au sein d'entreprises de très haute technologie, leaders sur leurs marchés tels l'Énergie, le Transport ferroviaire ou encore l'Aéronautique (INDUSTEEL, FRAMATOME, THERMODYN, ALSTOM TRANSPORT, SAFRAN AIRCRAFT ENGINES...).

La présence du laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne (ICB - UMR 6303 CNRS) de l'Université Bourgogne Europe sur le campus universitaire avec la halle Laser et Traitement des Matériaux et le futur bâtiment CALHIPSO. Ce dernier hébergera la nouvelle machine de Compression Isostatique à Chaud (CIC) acquise dans le cadre du programme France 2030 / EquipeX+. En complément, il convient d'ajouter le Centre de recherche des matériaux d'INDUSTEEL et le Centre technique de FRAMATOME.

La création du site technopolitain : Le territoire de la Communauté urbaine Creusot Montceau (CuCM) bénéficie de toutes les composantes constitutives d'une dynamique technopolitaine : de grands groupes industriels, un tissu dense de PME, un site universitaire, des laboratoires publics et privés, une plateforme technologique. La CuCM a donc décidé de créer un site technopolitain afin de renforcer l'offre d'ingénierie en matière d'innovation et d'entrepreneuriat. Il associera des fonctions de formation, de recherche et de transfert de technologie, d'incubation et de création d'entreprises innovantes. Un atout pour la dynamique de ce centre et les événements à venir.

5.2. Pourquoi une telle plateforme ?

CALHIPSO vise à proposer une approche globale d'expérimentation, de modélisation et de simulation qui permettra de définir des solutions CIC taillées à la mesure des besoins de la recherche et de l'industrie. Une telle approche innovante globale n'a jamais été mise en œuvre. Ainsi, CALHIPSO réunira les compétences nécessaires d'une part, au développement de modèles aux différentes échelles (*i.e.* développer des modèles champ moyen sur-mesure utilisables dans les simulations à l'échelle de la pièce) et, d'autre part, à la mise en œuvre d'outils expérimentaux originaux nécessaires pour alimenter ces développements.

De plus, en France, il existe de nombreuses petites installations de R&D ($D < 100$ mm) au sein des universités, ainsi que des unités de production de taille moyenne. La R&D sur le procédé CIC, en particulier celle en lien avec les activités de frittage et de soudage diffusion, n'est pas organisée. À l'étranger, plusieurs pays européens ont installé des centres de recherche dans lesquels les moyens sont mutualisés. De gros investissements ont également été réalisés aux États-Unis [11]. L'un des objectifs de CALHIPSO sera de permettre à la France de rester compétitive dans ce domaine.

Les partenaires de CALHIPSO sont les laboratoires ICB/UBE à Dijon, Liten/CEA à Grenoble, CEMEF/PSL à Sophia Antipolis, le CNRS et Framatome. Ils ont une longue expérience dans la technologie CIC et collaborent depuis de nombreuses années. Ainsi, ils sont maintenant prêts à s'attaquer à une approche plus globale et à unir leurs efforts en termes de modélisation en mélangeant le champ moyen et le champ complet pour aborder les mécanismes de densification, le calcul de la forme et l'évolution microstructurale en présence d'obstacles. Les difficultés technologiques mériteront également d'être prises en compte (instrumentation, technologies d'encapsulation et procédés innovants).

Le principal résultat attendu par CALHIPSO est de fournir des solutions optimisées pour produire des composants avancés en traitant de manière adéquate les matériaux développés via des modèles performants. Notre ambition à plus long terme sera de disposer d'un modèle complet de densification et d'évolution de la microstructure. Cependant, malgré tous ces résultats prometteurs, il est nécessaire de mettre en place des dispositifs de recherche efficaces et adaptés aux obstacles scientifiques qui restent à surmonter. C'est le défi que nous espérons relever dans le projet CALHIPSO. En effet, l'optimisation des paramètres du procédé nécessite

une compréhension approfondie des mécanismes au-delà du procédé et de leur modélisation.

5.3. CALHIPSO, quelle ambition ?

Ainsi le programme de recherche de CALHIPSO est organisé selon 3 lots en réponse aux défis à relever. Ils seront présentés dans la suite de ce document.

- *Modélisation des processus (densification, déformation et remplissage)* incluant les approches en champs moyens et ceux en champs complets.
- *Instrumentations et innovations technologiques*. Il s'agit de développer des instruments originaux et pertinents pour suivre de manière « in-situ » les déformations (thermomécaniques), les échanges gazeux (thermo-hydrauliques), les évolutions des microstructures... En complément, il s'agira de travailler sur la capitalisation des données en vue d'introduire de l'IA.
- *Structuration de l'offre*. Il s'agira (1) de répondre aux besoins de l'industrie via une offre d'accompagnement à la réalisation de post-traitements, à la fabrication de composants NNS par frittage ou par soudage diffusion, (2) de développer le réseau CALHIPSO en formalisant une offre d'animation et de formation via un centre de compétences dédié à la CIC, (3) développer les aspects associés à la codification, à la certification, au cycle de vie tout en intégrant les études technico-économiques.

5.4. CALHIPSO, avec quels moyens ?

Pour répondre à ces objectifs, CALHIPSO s'est dotée de deux nouvelles enceintes de CIC complémentaires à la machine QIH15L (D180H500 – 2 000 °C/2 000 bar) déjà installée à Dijon à la Maison de la Métallurgie.

- Une première machine QIH21-URQ (D228H700 – 1 400 °C/2 000 bar) récemment installée au CEA/Liten (Grenoble), est dédiée à l'étude des mécanismes. Elle sera totalement instrumentée pour suivre "in-situ" les étapes de densification et les transformations de phases (figure 6a).
- Une seconde machine QIH60-URC2 (D420H1000 – 1400°C/2 000 bar), gérée par les équipes du laboratoire ICB, dédiée à l'étude des changements d'échelle en étant un outil idéal pour le transfert vers des machines industrielles dotées d'un environnement similaire. Elle sera installée dans un nouveau bâtiment construit sur le site de l'IUT du Creusot (figure 6b) en novembre 2025.



Figure 6 — a) Vue d'ensemble de la machine QIH21 installée au Liten et b.) Esquisse du bâtiment CALHIPSO construit sur le site de l'IUT au Creusot.

6. Les Défis scientifiques et technologiques

6.1. Défi n° 1 - Comprendre et modéliser les mécanismes de densification à différentes échelles de poudres et d'interfaces

La simulation numérique est particulièrement sollicitée pour étudier à la fois les contraintes thermiques et mécaniques des pièces produites lors du cycle CIC. De nombreux travaux ont été consacrés dans les années 1990 à la densification des pièces au cours des cycles CIC, en particulier lors du frittage des poudres placées dans une capsule [12]. Pour calculer le retrait des poudres (*i.e.* état divisé) associé à leur densification (*i.e.* état densifié), il faut prendre en compte la température, la pression, la densité et la géométrie de la pièce. La puissance de calcul augmentant continuellement, associée à des bases de données sur les matériaux traités par CIC de plus en plus fournis [13], il sera possible de prédire la taille des grains [14] et d'autres caractéristiques microstructurales [15]. De plus, la modélisation du comportement mécanique est également de plus en plus étudiée puisqu'elle pourrait permettre de mieux comprendre les paramètres clés de la microstructure [16].

Les objectifs sont de pouvoir simuler avec précision le procédé CIC afin de l'optimiser tout en assurant une densification à 100 % des matériaux, y compris pour des pièces de grande dimension, en tenant compte des phases transitoires ainsi que des effets de gradient de température. Aujourd'hui, des modèles de densification de poudre existent, souvent empiriques, mais ils ne parviennent pas à estimer précisément la forme finale d'une part, parce qu'ils ne décrivent pas assez précisément le comportement thermomécanique du matériau poreux lors de la densification progressive et, d'autre part, parce que le lit de poudre initial n'est pas assez homogène pour être considéré simplement comme un milieu continu [17-18].

Les simulations développées dans le cadre de la Chaire Industrielle FRAMATOME font appel à la méthode des éléments finis qui repose sur les lois de la mécanique des milieux continus et utilise des lois de comportement d'un volume élémentaire représentatif (VER) des matériaux constituant le système

étudié (capsule et poudre). Si cela ne pose pas de problème particulier pour le matériau constituant la capsule, il n'en est pas de même pour la poudre qui est par définition un milieu divisé, qui ne fait que tendre vers un milieu continu puisqu'il s'agit ici de le compacter. Par ailleurs, le mode de déformation d'un agrégat de particules évolue en cours de compaction (figure 7).

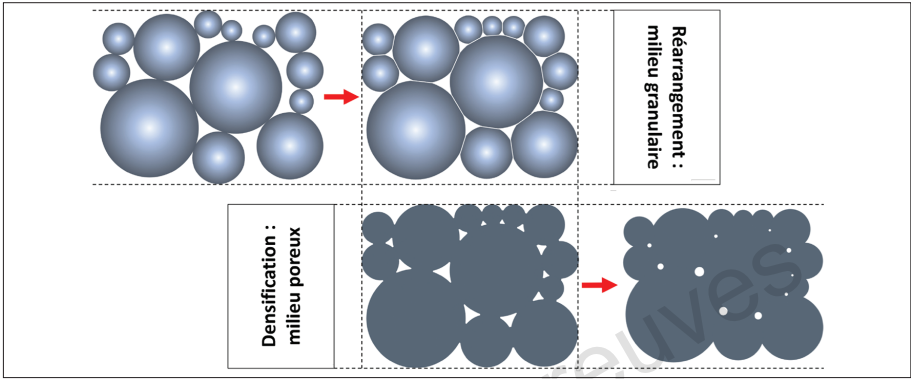


Figure 7 — Modes de déformation d'un VER de poudres métalliques associé à un réarrangement particulaire en début de compaction et à une densification proprement dite ensuite.

En début de compaction, les particules peuvent tourner et glisser les unes sur les autres, afin d'optimiser leur arrangement. Le comportement lors de cette phase de réarrangement est similaire à ce qui est observé dans les milieux granulaires, tels que l'argile, pour lesquels des modèles de déformation existent (Approche Cam-Clay [19]). Dans une poudre métallique, il faut tenir compte en plus de la déformation plastique des particules aux contacts qui provoque leur facettage et annihile progressivement leurs possibilités de mouvement relatif.

Lorsque les positions relatives des particules sont figées, la poudre peut être vue comme un milieu poreux, c'est-à-dire que la déformation plastique des particules en contact comble progressivement les vides (pores). Cette étape se produisant à haute température dans la CIC, cette déformation se fait par fluage. La poudre a donc d'abord le comportement plastique d'un milieu granulaire, puis le comportement viscoplastique d'un milieu poreux. C'est ce second comportement qui assure la majeure partie de la densification.

Une méthode pour élaborer une loi de comportement consiste à trouver sa forme mathématique visant à s'assurer qu'elle satisfait au second principe de la thermodynamique puis de caler les paramètres propres à chaque matériau sur des expériences à définir. Il faut pour cela définir le potentiel thermodynamique adapté aux variables d'état du système (le VER de poudre) qui se classent en deux catégories :

- Les variables mesurables : la température T et les déformations ε ,
- Les variables internes : les déformations plastiques ε^p , plus toutes les variables nécessaires pour modéliser l'écrouissage et l'endommagement (notées a_k).

Le potentiel thermodynamique adapté aux variables température et déformation est l'énergie libre spécifique de Helmholtz Ψ . Le bilan d'énergie (1^{er} principe) sur un pas de temps élémentaire pour tout sous-domaine du milieu étudié et l'application du 2nd principe conduit à l'inégalité de Clausius-Duhem :

$$\Phi = \Phi_{int} + \Phi_{th} \geq 0$$

avec $\Phi_{int} = -\rho(\dot{\psi} - s\dot{T}) + \sum \sigma_i \dot{\epsilon}_i$, la dissipation d'origine mécanique.

et $\Phi_{th} = -\frac{\vec{q}}{T} \cdot \overrightarrow{gradT}$, la dissipation d'origine thermique.

où ρ est la masse volumique, s l'entropie spécifique, σ_i et $\dot{\epsilon}_i$ ($i = 1$ à 3) respectivement les contraintes et vitesses de déformation principales (valeurs propres des tenseurs) et \vec{q} le flux de chaleur.

Le couplage thermomécanique le plus simple (dit faible) consiste à s'assurer que $\Phi_{int} \geq 0$ et $\Phi_{th} \geq 0$.

Le second est immédiatement satisfait par la première loi de Fourier $\vec{q} = -k\overrightarrow{gradT}$ qui définit la conductivité thermique k du milieu. Une transformation thermoélastique réversible, donc pour laquelle $\Phi_{int} = 0$, conduit aux lois d'état $s = -\left(\frac{\partial \psi}{\partial T}\right)_{\{\epsilon_i\}}$ et $\sigma_i = \rho \left(\frac{\partial \psi}{\partial \epsilon_i}\right)_T$ qui définissent les lois de comportement de la thermoélasticité. Le terme dissipatif restant prend la forme :

$$\Phi_{int} = \sum \sigma_i \dot{\epsilon}_i^p - \rho \sum \frac{\partial \psi}{\partial \alpha_k} \dot{\alpha}_k \geq 0$$

Durant la phase de densification de la poudre par fluage, on supposera ce dernier stationnaire (stade II), pour lequel la vitesse de déformation plastique suit une loi puissance en fonction de la contrainte (loi de Norton) ; il n'y a ni écrouissage (stade I), ni endommagement (stade III) et donc pas de second terme dans l'inégalité précédente. Il suffit alors de supposer qu'il existe une fonction des contraintes, appelée potentiel de dissipation φ , dont dérive les vitesses de déformation plastique :

$$\dot{\epsilon}_i^p = \frac{\partial \varphi}{\partial \sigma_i}$$

et de prendre φ convexe, positive et nulle à l'origine pour satisfaire le 2nd principe. La vitesse de déformation plastique étant définie comme le gradient du potentiel de dissipation dans l'espace des contraintes, elle est normale aux surfaces iso- φ , propriété qu'on appellera règle de normalité.

Par ailleurs, dans un milieu isotrope, la loi de comportement ne pouvant dépendre du repère choisi, le potentiel φ doit seulement être fonction des invariants du tenseur. Introduisant la contrainte moyenne σ_m (opposée à la pression isostatique appliquée) et la contrainte équivalente σ_{eq} (qui quantifie les cisaillements) :

$$\sigma_m = \frac{1}{3} \sum \sigma_i \quad \sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2} \sum (\sigma_i - \sigma_m)^2}$$

qui sont des invariants, on prendra un potentiel de dissipation fonction de ces deux grandeurs.

Les grandeurs conjuguées sont la vitesse de variation de volume $\dot{\epsilon}_V$ et la vitesse de déformation équivalente $\dot{\epsilon}_{eq}$:

$$\dot{\epsilon}_V = \sum \dot{\epsilon}_i^p = \frac{\partial \varphi}{\partial \sigma_m} \quad \dot{\epsilon}_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3} \sum (\dot{\epsilon}_i^p - \dot{\epsilon}_V/3)^2} = \frac{\partial \varphi}{\partial \sigma_{eq}}$$

Dans un matériau métallique dense, où la déformation plastique ne modifie pas le volume du milieu, $\dot{\epsilon}_V = 0$ et $\varphi = \varphi(\sigma_{eq})$ et en fluage stationnaire :

$$\dot{\epsilon}_{eq} = A \sigma_{eq}^n = \frac{d\varphi}{d\sigma_{eq}} \quad \Leftrightarrow \quad \varphi = \frac{A}{n+1} \sigma_{eq}^{n+1}$$

qui définit la loi de comportement (A et n sont les paramètres de la loi de Norton). L'inégalité de Clausius-Duhem, réduite à $\Phi_{int} = \sigma_{eq} \dot{\epsilon}_{eq} \geq 0$, est automatiquement satisfaite. Dans un milieu poreux dont le volume diminue sous l'effet de la pression appliquée (principe même du procédé CIC), il suffit de « refermer » les surfaces iso- φ sur l'axe des pressions (figure 8) en remplaçant σ_{eq} dans la définition du potentiel de dissipation par une contrainte caractéristique Λ fonction de σ_m et de σ_{eq} . Ainsi, l'inégalité de Clausius-Duhem se réduit à $\Phi_{int} = \sigma_m \dot{\epsilon}_V + \sigma_{eq} \dot{\epsilon}_{eq} \geq 0$.

Elle est bien satisfaite puisqu'on ajoute au terme précédent le produit de deux grandeurs de même signe.

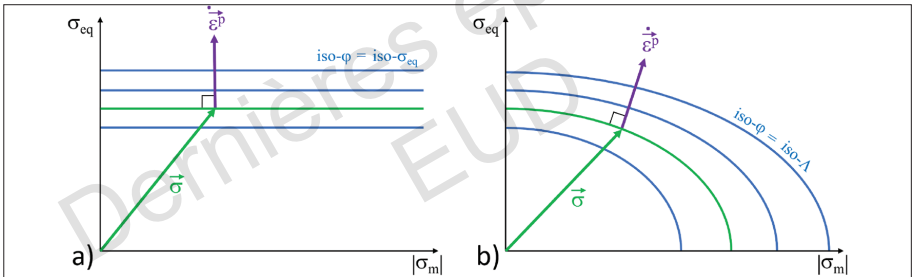


Figure 8 — Illustration dans un espace pression/cisaillement de la loi de comportement viscoplastique d'un matériau métallique a) dense et b) poreux.

Les différents modèles disponibles dans la littérature diffèrent par l'expression de Λ , avec comme point commun le fait que Λ tend vers σ_{eq} quand le taux de pores tend vers 0. Nous utilisons le modèle de Leblond, Perrin et Suquet (LPS, [20]) qui introduit la notion de surface de jauge (figure 9) définie par :

$$\varphi\left(\frac{\sigma_m}{\Lambda}, \frac{\sigma_{eq}}{\Lambda}\right) = \frac{A}{n+1}$$

Ce modèle, fondé sur la densification d'une sphère creuse pour sa partie isostatique, impose la forme des iso-potentiels, de sorte que nous l'ajustons sur un seul trajet de chargement, ce qui réduit le nombre d'expériences à conduire.

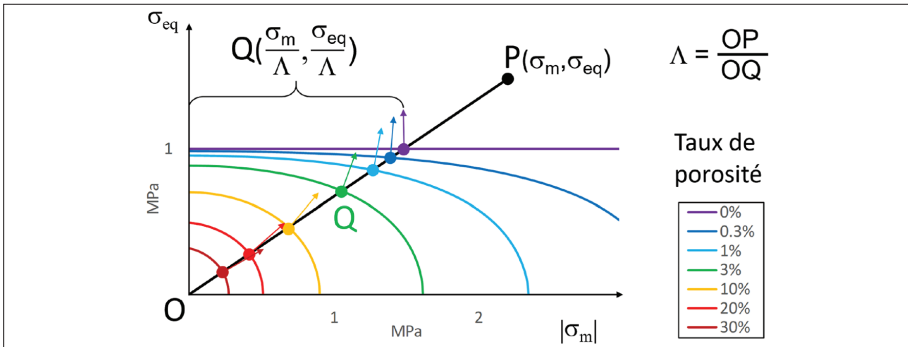


Figure 9 — Surfaces de jauge du modèle LPS en fonction de la densité relative D et définition de la contrainte caractéristique Λ . P est le point de chargement appliqué.

Le calage du modèle pour une poudre donnée nécessite (figure 10) :

- De déterminer la loi de fluage du matériau constituant la poudre : un approchant est obtenu en compactant la poudre par CIC tout en conservant une microstructure la plus proche possible de celle initiale. Des éprouvettes cylindriques sont découpées dans le matériau densifié sur lesquelles sont réalisés des essais de compression uni-axiale sous vide à chaud à l'aide d'une machine SPS. 5 sauts de force sont appliqués pour déterminer la loi puissance et les essais sont menés à 4 températures différentes,
- De suivre la densification de la poudre sur un essai réel via des essais CIC interrompus à température et pression croissantes le long d'un même cycle sont appliqués sur un conteneur sphérique [18]. Le suivi de la densification se fait simplement par mesure du diamètre externe d'une capsule sphérique après chaque essai interrompu. La symétrie sphérique permet de simuler le comportement de la poudre et de la capsule pendant l'essai réel à l'aide d'un simple tableur. Le premier essai pour lequel la densité relative mesurée vaut 1 est utilisé pour élaborer le compact testé en fluage.

Le modèle ajusté est implémenté par éléments finis pour simuler la densification d'une pièce réelle. La figure 11a montre le résultat obtenu sur une maquette à l'échelle 1/3 (~20 cm x 10 cm) d'un corps de vanne pour les applications Oil & Gas réalisée pour Manoir Bouzonville. La simulation menée est isotherme : le cycle CIC est appliqué uniformément sur la surface externe de la capsule pour la pression et uniformément dans tout le volume de la capsule et de la poudre pour la température. Ce type de simulation est suffisant pour obtenir une bonne prédiction dimensionnelle sur des pièces de petites dimensions [21].

La figure 11b montre le résultat obtenu sur une pièce d'environ 80 cm de haut correspondant à une section droite d'une tubulure de sortie de pressuriseur d'EPR (FUI COMPO en collaboration avec ICB-uB, Framatome, Setforge, SCGI et URCA). Dans la pièce réelle, la partie inférieure, plus massive que la partie supérieure, est le siège de forts gradients de température en raison de la faible

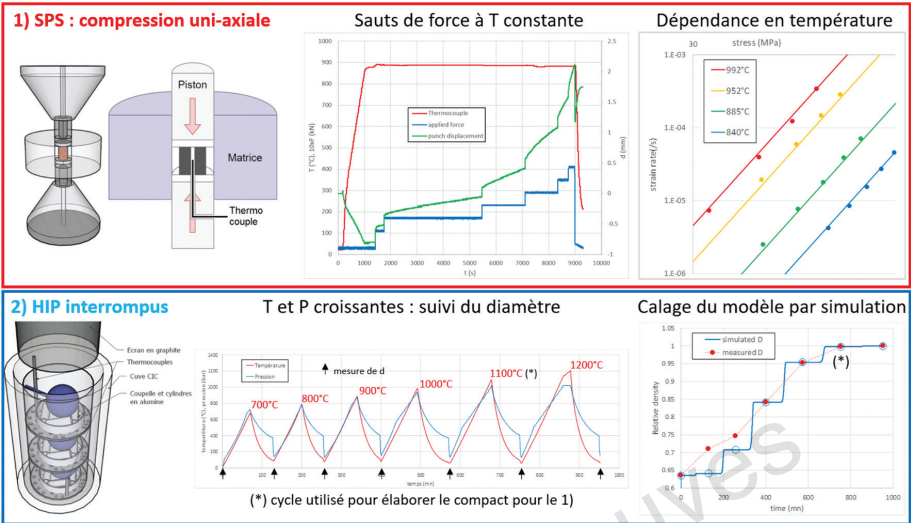


Figure 10 — Schéma de la procédure de calage du modèle de déformation viscoplastique d'une poudre : 1) utilisation d'une machine SPS pour déterminer la loi de fluage du massif, 2) suivi de densification par essais CIC interrompus sur la capsule sphérique. Les résultats sont ceux obtenus sur une poudre d'acier 316L élaborée par atomisation à l'azote (granulométrie 0-500 μm), fournie par Aubert & Duval.

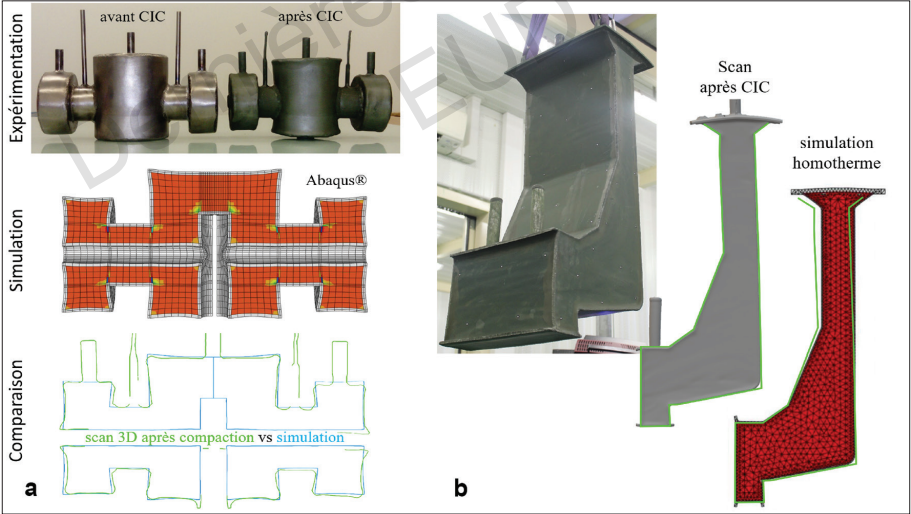


Figure 11 — Comparaison entre forme finale réelle et prévision par une simulation homotherme : a) pièce de petite dimension, bon résultat, b) pièce de grande dimension, écart dû aux gradients de température.

diffusion thermique de la poudre qui n'est pas pris en compte dans une simulation homotherme. La partie basse se densifie plus lentement que la partie haute plus élancée, ce qui provoque un basculement de cette dernière vers la gauche qui n'est pas prédit par la simulation.

Pour des pièces de grande dimension, il est donc nécessaire de simuler en plus la diffusion thermique dans la poudre. Pour la loi de comportement thermique, $\Phi_{int} \geq 0$ est assuré en gardant la première loi de Fourier, mais avec une conductivité thermique dépendant de la densité relative, le modèle d'Argento-Bouvard [22] est utilisé.

$$k_{poreux}(T, D) = k_{massif}(T) \left(\frac{D - D_0}{1 - D_0} \right)^{\frac{3}{2}(1 - D_0)}$$

où D est la densité relative instantanée et D_0 sa valeur initiale.

L'inconvénient de ce modèle est qu'il suppose une conductivité nulle en début de compaction, ce qui n'est pas réaliste. Il faut alors introduire une valeur seuil pour la conductivité, mais dont la valeur choisie influe au premier ordre sur la forme finale de la pièce. En effet, une valeur seuil trop basse surestime les gradients de température en début d'essai et exagère la distorsion de la pièce. Ce problème est ainsi contourné en prenant pour D_0 une valeur inférieure à celle obtenue après remplissage de la capsule. Cependant, cette valeur nécessite un calage expérimental supplémentaire.

L'utilisation d'un modèle purement viscoplastique pour le comportement mécanique conduit aux mêmes difficultés comme le montre le graphe en bas à droite de la figure 11, le modèle sous-estime la densité réelle en début de compaction puisqu'il ne prend pas en compte le réarrangement particulaire. Il est donc nécessaire de disposer d'une loi de comportement plastique du réarrangement pour pouvoir simuler correctement les gradients de température.

En plasticité instantanée (*i.e.* indépendante de la vitesse de sollicitation), le potentiel de dissipation est remplacé par une fonction seuil f qui définit la surface d'écoulement plastique : si $f < 0$, la déformation est élastique, s'il y a plasticité, alors $f = 0$. Le principe du travail maximal de Hill fait que la règle de normalité est conservée et l'amplitude de la vitesse de déformation dépend de la loi d'écrouissage et est donnée par la règle de consistance $\dot{f} = 0$ (un point de chargement qui sortirait de la surface d'écoulement entraîne cette dernière avec lui). Dans un matériau métallique dense, la variable interne a_k liée à l'écrouissage isotrope est la déformation équivalente ε_{eq} et la fonction seuil s'écrit $f = \sigma_{eq} - \sigma_0 - R$, où σ_0 est la limite d'élasticité et $R(\varepsilon_{eq})$ la loi d'écrouissage. La règle de consistance $\dot{\sigma}_{eq} = \dot{R}$ (figure 12a) donne la vitesse de déformation généralisée $\dot{\varepsilon}_{eq}$ connaissant la pente de la courbe d'écrouissage $dR/d\varepsilon_{eq}$.

Dans un milieu granulaire comme l'argile, il faut comme précédemment « refermer » la surface d'écoulement sur l'axe des pressions. Celle du modèle Cam-Clay modifié [19], que nous utilisons est présentée figure 12b. C'est une ellipse dont le

sommet, qui correspond à une déformation en cisaillement pur, décrit une droite de pente M ; en dessous de cette droite critique, il y a contraction, au-dessus, il y a dilatation. La variable interne a_k liée à la consolidation est la dilatation volumique ε_V et la loi de consolidation est donnée par $p_c(\varepsilon_V)$. Celle-ci peut être mesurée par des essais isostatiques (CIC) ou œdométriques (SPS). Il existe une relation linéaire entre le logarithme de la pression appliquée et la porosité $e = (1-D)/D$ (figure 13a).

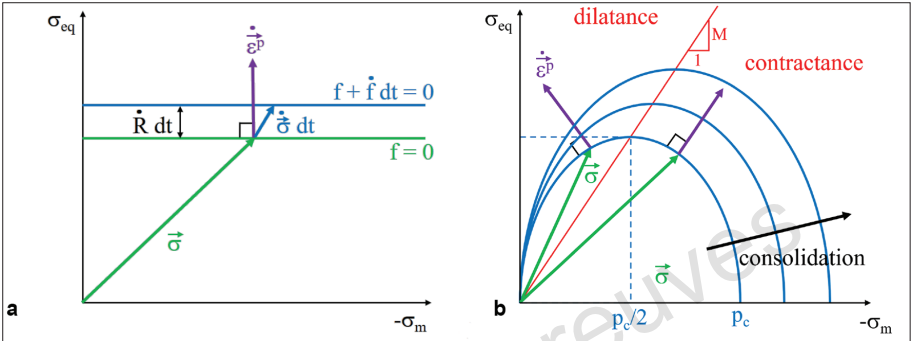


Figure 12 — Illustration dans un espace pression/cisaillement de la loi de comportement plastique a) d'un matériau métallique dense (modèle de Lévi-Mises), b) d'un milieu granulaire (modèle Cam-Clay modifié [19]).

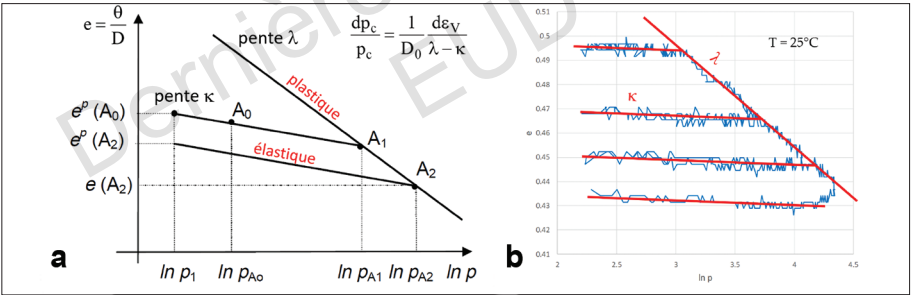


Figure 13 — a) Loi de consolidation logarithmique au cours d'un essai de compression/relaxation dans un milieu granulaire selon le modèle Cam-Clay modifié [19] et b) résultat obtenu par essai œdométrique sur une machine SPS sur la poudre d'acier 316L à température ambiante.

Comme le montre la figure 13b, la poudre de 316L a un comportement similaire. La pente « plastique » a été mesurée à différentes températures jusqu'à 700°C en utilisant la machine SPS (figure 14). La loi de consolidation obtenue est :

$$p_c = p_0 \exp\left(\frac{\varepsilon_V}{D_0^*(\lambda - \kappa)}\right)$$

Les valeurs de p_0 et D_0^* sont ajustées sur les courbes de densification obtenues par des essais CIC interrompus (figure 14).

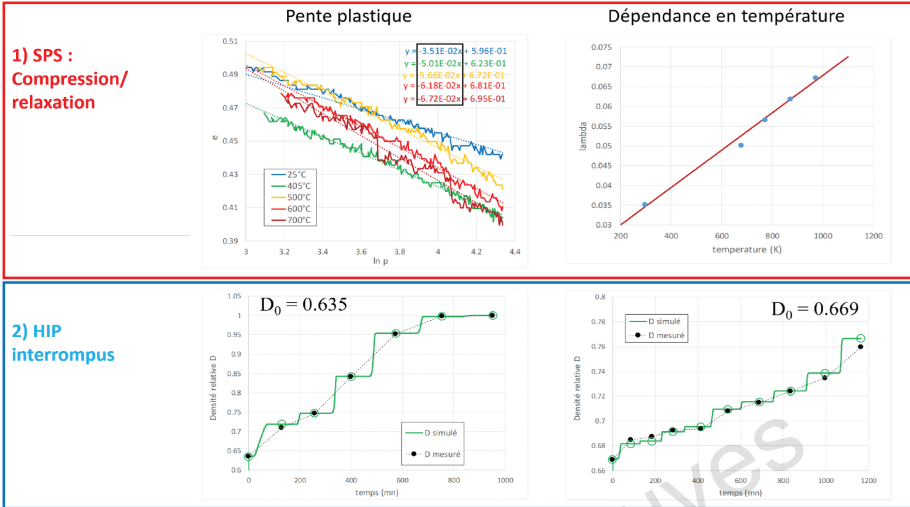


Figure 14 — Schéma de la procédure de calage du modèle de déformation plastique par réarrangement. 1) Détermination de la pente plastique en fonction de la température par essais SPS, 2) suivi de densification par essais CIC interrompus sur une capsule sphérique et identification de la densité de référence D_0^* .

La figure 15 montre les résultats de simulation avec les différents ingrédients, comparés avec le scan final de la pièce réelle. La prise en compte de la diffusion thermique brute dans le modèle viscoplastique conduit à une surestimation du basculement de la partie supérieure. Seule la prise en compte du réarrangement en début de compaction permet de prédire la forme finale après calage du seuil introduit dans le modèle d'Argento-Bouvard [22].

En conclusion, un modèle prédictif existe pour anticiper les déformations de la capsule au cours du cycle CIC et cela ouvre la voie à une optimisation du design de la capsule en amont du cycle sans passer par une coûteuse phase empirique.

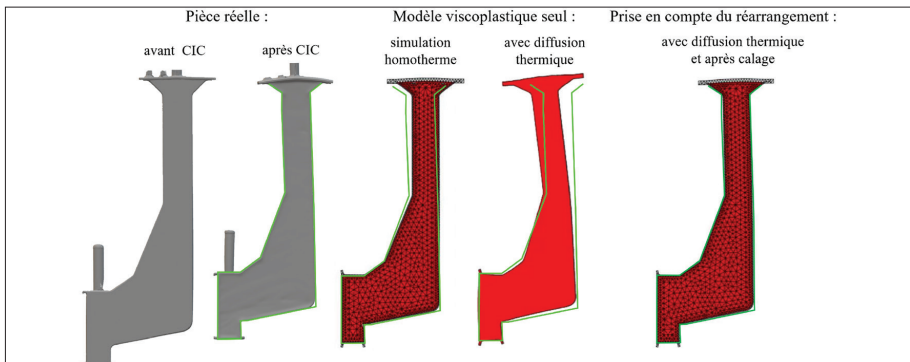


Figure 15 — Comparaison entre la déformée de la pièce de grande dimension et celle prédite par la simulation avec les différents ingrédients.

6.2. Défi n° 2 – Comprendre le rôle de la microstructure et de la morphologie des poudres lors du cycle de CIC

La précipitation des micro-inclusions de carbures et d'oxydes aux anciens joints de grains de particules (PPB, Prior Particle Boundaries) est décrite dans la littérature ainsi que son effet néfaste sur les propriétés mécaniques des aciers consolidés par CIC. Pour ce faire, le premier levier pour limiter la présence de ces impuretés est de travailler au niveau de l'élaboration de la poudre. Les poudres métalliques souhaitées pour le procédé CIC sont parfaitement sphériques avec une distribution en taille de particules plutôt large (0 à 500 μm) ce qui leur confère de bonnes propriétés de coulabilité et de compressibilité permettant d'obtenir une haute densité de remplissage. Ce type de poudre est obtenu par atomisation de gaz comme le montre la figure 16.

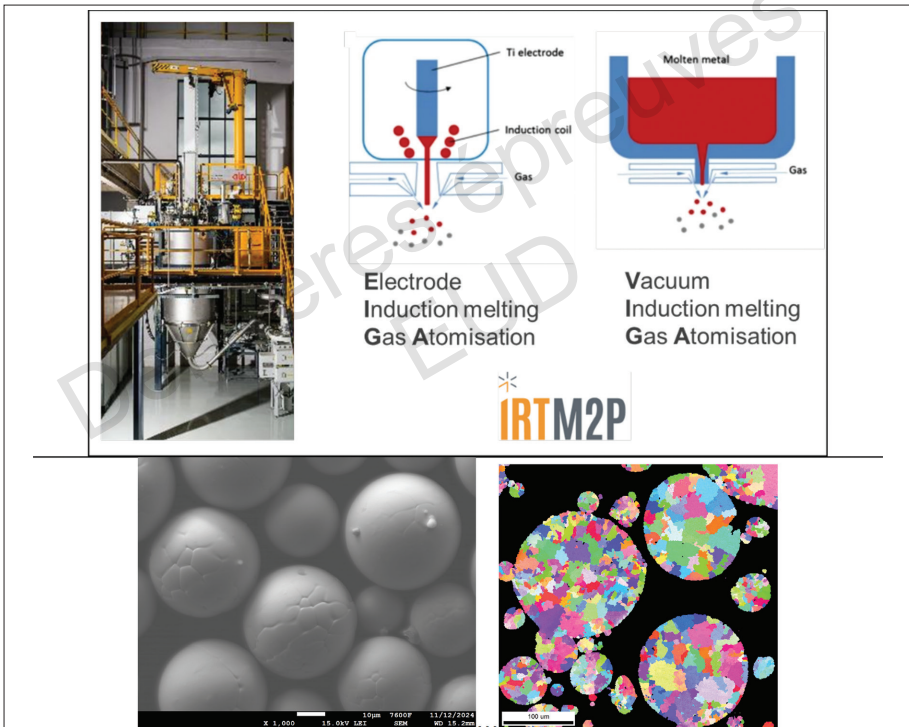


Figure 16 — a.) Exemple d'installation de production de poudres métallique par atomisation au gaz et schémas de principe de différents procédés d'atomisation (EIGA et VIGA), b.) Exemple de morphologie et de microstructure de poudres obtenues par atomisation au gaz.

Les poudres sont d'une excellente reproductibilité à iso paramètres de production et permettent alors de prédire les comportements de déformation pendant la CIC. Aussi, cette méthode permet d'étendre les microstructures possibles grâce aux vitesses de solidification très rapides en stabilisant des phases impossibles à obtenir par fusion.

Les caractéristiques des poudres dépendent :

- de la matière première utilisée (métaux « purs » ou alliages, produits élaborés comme des barres),
- du procédé de fusion (sous vide, sous gaz protecteur, sous laitier par chauffage inductif, arc électrique, plasma...),
- des paramètres du procédé d'atomisation (nature, pureté, pression et température du gaz (Ar, N₂) [23], géométrie de buse, débit de métal liquide, ...),
- des opérations post atomisation (tamisage, élutriation, conditionnement sous gaz, post traitement comme la sphéroïdisation, ...).

La modélisation des procédés d'atomisation permet d'optimiser ces paramètres dont les effets sont parfois couplés afin d'obtenir des poudres aux caractéristiques recherchées [24].

Le taux de pureté des poudres est un critère déterminant quant aux propriétés mécaniques et à la résistance à la corrosion [25] qu'auront le matériau *in fine*. Il existe deux types de défauts surfaciques : les défauts exogènes plutôt rares mais *a priori* possibles (contaminations de l'environnement voire des manipulations) et les défauts endogènes. Cette dernière catégorie regroupe l'oxydation ou la contamination croisée par une autre poudre, c'est-à-dire observée quand l'installation de production de poudre a été mal nettoyée d'où l'intérêt de développer des installations dédiées. Effectivement, le premier « polluant » est l'oxygène. La teneur en oxygène d'une poudre est typiquement de 80 à 200 ppm. À celui-ci, il faut ajouter l'éventuelle oxydation lors du stockage de la poudre et l'oxygène adsorbé. L'adsorption de la vapeur d'eau sur une poudre métallique lors de sa mise à l'air est quasiment immédiate et peut également faire augmenter la teneur totale en oxygène du matériau de plusieurs dizaines voire centaines de ppm.

D'ailleurs, la surface des particules évolue selon plusieurs phénomènes et selon les conditions locales au fur et à mesure de la fermeture des pores lors de la densification de la poudre :

- Transformation des oxydes d'origine en oxydes plus stables,
- Augmentation de taille, de densité sous l'effet de l'oxygène contenu dans l'atmosphère résiduelle,
- Précipitation hétérogène de carbures, de nitrures, ...
- Mûrissement d'Ostwald,

Ainsi, il est alors impératif de dégazer et de remplir sous vide les capsules. En effet, sinon le matériau présente, après compaction, un réseau de « frontière d'anciennes particules » (PPB : Prior Particle Boundaries) qui se superposent et coïncident avec les joints de grains comme le montrent les deux images de la figure 17 dans le cas de deux alliages métalliques différents [26-27].

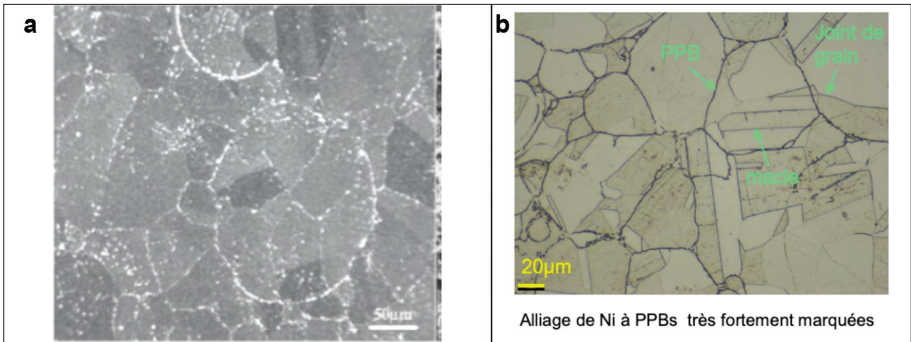


Figure 17 — Exemples de microstructures mettant en évidence la présence d'impuretés au PPB : a.) acier inoxydable de type 316L [26] ou b.) alliages à base Ni [27].

Au cours du frittage CIC, les particules fines sur la surface de la poudre deviennent sphériques et plus grossières. Les oxydes sphériques servent en outre de points d'initiation pour la formation de facettes pendant la fracturation et, par conséquent, leur quantité, leur distribution et leur morphologie sont essentielles pour la performance du matériau consolidé [16]. Il existe également des défauts dans le volume des particules. En effet, le gaz d'atomisation de type argon peut être piégé sous forme de pores fermés dans les particules, notamment les plus grosses. L'argon est insoluble et forme donc des pores (néfastes en fonction de la quantité et de l'application visée). Aussi, des oxydes peuvent être présents à l'intérieur des particules, ils proviennent de la matière de base et/ou du procédé de fusion [28].

6.3. Défi n° 3 – Comprendre et modéliser l'évolution de la microstructure des matériaux et des interfaces lors du soudage diffusion.

Le procédé de soudage diffusion est un procédé d'assemblage en phase solide de matériaux similaires ou dissimilaires sous un chargement uniaxial ou isostatique contrôlé [4]. Généralement, les pressions appliquées doivent éviter de larges déformations. Toutefois, l'avantage de la CIC est d'autoriser une pression même faible dans toutes les directions de l'espace et ainsi de conduire à la fabrication de composants de grandes dimensions possédant des interfaces de géométrie quelconque. Des pièces de formes complexes peuvent ainsi être assemblées sachant que le contrôle de la déformation est également plus aisé comme dans le cas de l'assemblage d'échangeurs à plaques [8].

Les pièces à assembler (composants massifs, tôles, ...) sont conçues de manière à répondre à l'obtention du composant final. Il est aussi indispensable de définir la géométrie de la capsule, les moyens de fixation des pièces les unes par rapport aux autres, le positionnement des inserts comme les tubes par exemple. Dans tous les cas, les deux étapes majeures concernent la préparation de la surface (*i.e.* souvent dépendante de la nature mais surtout du comportement mécanique du matériau, surfaces usinées, rectifiées, rodées ou polies) et la propreté de cette surface (*i.e.* nettoyage avec des solvants, des détergents acides ou bases) comme d'ailleurs tous

les procédés d'assemblages traditionnels ou non. Il existe deux grandes familles d'assemblage par diffusion, (i) celles qui permettent d'associer des matériaux identiques, on parlera de soudage homogène et (ii) celles qui autorisent l'assemblage de matériaux dissimilaires, on parlera alors de soudage hétérogène.

L'évolution de la microstructure des matériaux et des interfaces lors du soudage diffusion est un sujet de recherche qui vise à pouvoir adapter le matériau de départ, sa préparation de surface et les paramètres du cycle de CIC afin d'obtenir après soudage, une microstructure homogène et des propriétés mécaniques semblables à celles du matériau affecté par le cycle de traitement thermique. Cette évolution dépend des conditions d'élaboration des matériaux à assembler car ces dernières influent sur leurs microstructures et leurs évolutions pendant le cycle de soudage diffusion à haute température. Cela est particulièrement vrai le long des interfaces où des phénomènes locaux de déformation plastique puis viscoplastique ont lieu, renforçant l'évolution locale de la microstructure. Des outils numériques développés dans le cadre du consortium DIGIMU® [29] permettent d'ores et déjà de simuler et de prédire quantitativement l'évolution microstructurale des matériaux métalliques lors de leur mise en forme par des procédés thermomécaniques moyennant des données expérimentales fiables comme par exemple la mobilité des joints de grains. Appliquée au cas du soudage par diffusion de tôles métalliques, la méthode Level-Set [30] employée par DIGIMU® permet de rendre compte de la disparition des interfaces en raison de l'évolution de la microstructure initiale des tôles (figure 18) et de l'impact que peut avoir cette dernière sur le taux et la cinétique de franchissement de l'interface [31].

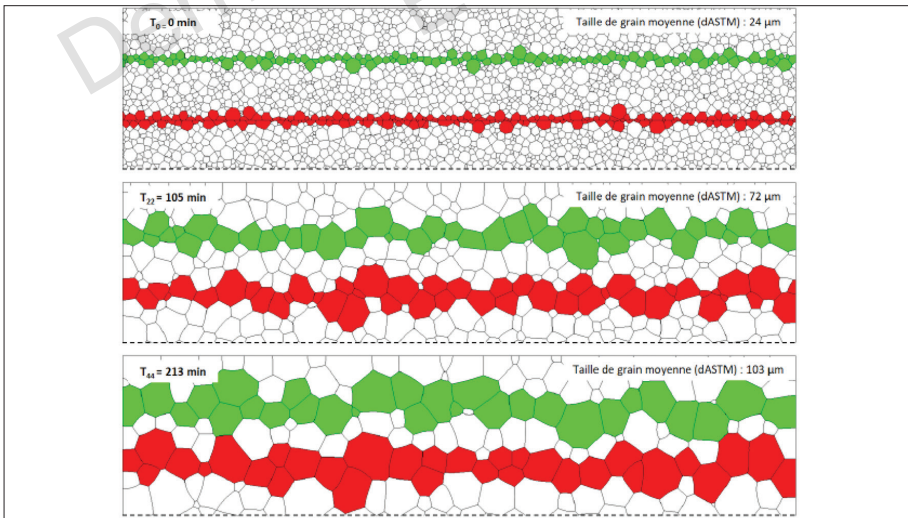


Figure 18 — Simulation numérique réalisée avec la méthode Level-Set employée dans DIGIMU® rendant compte de l'évolution de la microstructure de tôles métalliques et de la disparition de l'interface soudée diffusée au cours d'un cycle de CIC. En rouge les grains situés de part et d'autre de l'interface. En vert les grains situés loin de l'interface permettant de calculer son taux de franchissement [31].

La disparition des interfaces peut cependant ne pas s'opérer si les paramètres de soudage diffusion que sont la température, la pression et le temps ne sont pas choisis correctement. Ces paramètres agissent en effet sur la mobilité des joints de grains et la disparition des pores aux interfaces via le phénomène de viscoplasticité et les phénomènes de diffusion [32].

Leur disparition peut aussi être empêchée par la formation de précipités aux interfaces car une fois formés, ces derniers vont faciliter l'ancrage des joints de grains par un mécanisme de type Zener. La formation de ces précipités va dépendre de la composition chimique des matériaux que l'on souhaite assembler, de leur préparation de surface (cela inclut les conditions d'encapsulation) et bien sûr de la température.

Parmi les phénomènes pouvant conduire à l'apparition de précipités aux interfaces, nous pouvons citer la ségrégation de certaines impuretés comme le soufre le phosphore ou le bore. Leur diffusion du cœur des matériaux métalliques jusqu'aux interfaces peut être limitée par l'ajout d'autres éléments d'alliages avec qui ils peuvent réagir (exemple le manganèse ou le niobium), ou au contraire facilitée par un écrouissage de surface générée par exemple par une opération de grenailage afin de décaper la surface des tôles à la fin de leur processus de fabrication. Généralement présent en très faible quantité dans les matériaux métalliques, leur présence ne pose pas de problème en général mais lorsque leurs quantités deviennent trop importante, cela peut conduire à une absence de franchissement de l'interface et une absence de soudage par diffusion. Cela peut alors se manifester par des propriétés mécaniques extrêmement faibles (figure 19).

L'oxydation des matériaux métalliques et l'évolution de ces oxydes au niveau des interfaces lors d'un cycle de soudage par diffusion peut aussi conduire à limiter la disparition des interfaces. Ces effets sont particulièrement étudiés car, en l'absence de post-traitements thermomécaniques réalisables sur des pièces assemblées par CIC, leurs effets négatifs sont très difficiles à faire disparaître. Ces phénomènes sont particulièrement étudiés au CEA Liten grâce à différents moyens de caractérisation de surface, présents sur la plateforme de nanocaractérisation MINATEC (dont des instruments de caractérisation avec des platines de chauffage *in situ* permettant d'étudier sous vide l'évolution de la chimie de surface des matériaux jusqu'à des températures avoisinant théoriquement 800 °C). Des simulations numériques sont également faites à l'aide du logiciel CALPHAD au travers des collaborations avec le laboratoire ICB/UBE de Dijon ou le CEA de Saclay.

Pour l'acier inoxydable austénitique 316 L dont la surface est recouverte par un oxyde natif de chrome et de fer, l'étude de l'évolution de sa composition chimique de surface avec la température par XPS montre une disparition progressive de l'oxyde de fer et un morcellement de l'oxyde de chrome au-delà de 500 °C sous vide poussée (figure 20). Ces observations tendent à expliquer pourquoi la disparition des interfaces soudées diffusées réalisées sous vide est facilitée avec ce type de matériau si les conditions de préparation de surface et les bons paramètres de CIC sont réunis [8].

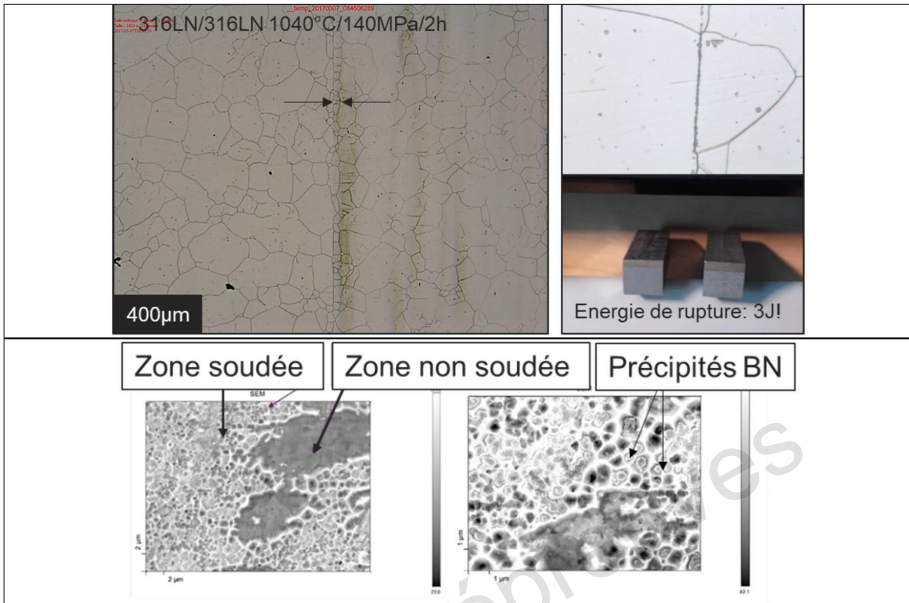


Figure 19 — Exemple d’une jonction réalisée par CIC à 1040°C/140MPa/2h entre deux aciers inoxydables austénitiques provenant d’une même coulée mais contenant une concentration en bore plus élevée que les spécifications techniques imposées au fabricant. Lors du cycle de soudage, le bore a migré à l’interface pour former du nitrure de bore empêchant le soudage par diffusion. La résilience de l’interface est alors de seulement 3J.

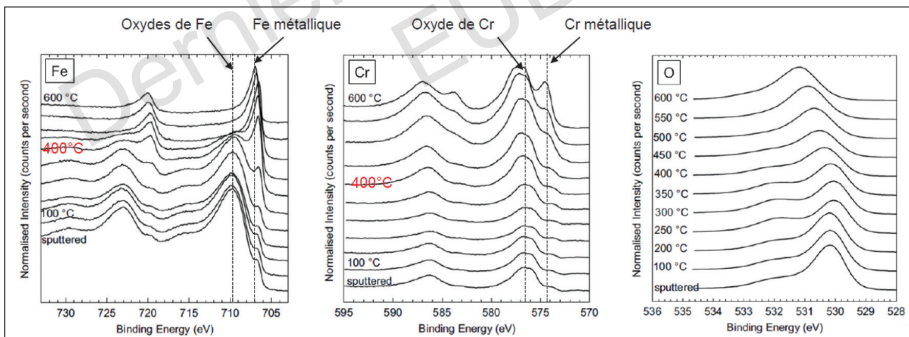


Figure 20 — Évolution des pics XPS du fer, du chrome et de l’oxygène à la surface d’un acier inoxydable austénitique 316L poli chauffé sous ultravide jusqu’à 600°C [33].

Dans le cas de matériaux présentant des éléments d’additions comme le titane et l’aluminium (alliage 800 ou alliage riche en nickel par exemple), la disparition des interfaces est plus problématique comme le montre la figure 21. Avec l’augmentation de la température nécessaire au soudage diffusion, ces éléments vont migrer du cœur vers la surface du matériau pour former des oxydes (Al_2O_3) et des oxy-carbures ($\text{Ti}(\text{C},\text{O})$) très stables. Aligner le long de l’interface, ces éléments formés pendant le cycle de soudage diffusion vont abaisser la tenue mécanique de la jonction [31]. Très difficile à dissoudre par un traitement thermique ultérieur, la présence de ces

précipités pose des problèmes pour bien souder par diffusion ce type d'alliages. L'ancrage des joints de grains par ces précipités peut être pris en compte dans le logiciel DIGIMU® pour simuler leur impact sur l'évolution de la microstructure au niveau de l'interface.

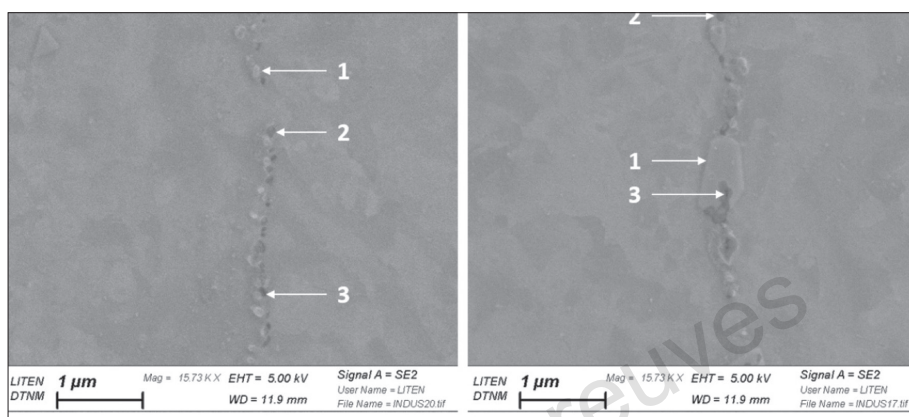


Figure 21 — Métallographie d'une interface obtenue par soudage diffusion entre deux tôles d'alliage 800 à 1100°C/100MPa/3h. L'interface est parsemée de précipités riches en chrome (1), titane (2), aluminium (3), carbone et oxygène limitant son franchissement par les joints de grains et abaissant sa résilience [33].

Les phénomènes de ségrégation et de précipitation aux interfaces évoqués ci-dessus peuvent limiter la disparition des interfaces et l'obtention d'une microstructure homogène ce qui est un des objectifs recherchés lorsque l'on soude par diffusion des matériaux identiques. L'étude expérimentale et numérique de la modification chimique des surfaces et de la microstructure des matériaux à proximité des interfaces avec la température dans le cadre du projet CALHIPSO est un sujet qui doit permettre de trouver des solutions à ces difficultés. À terme, notre volonté est de définir des procédés de traitement de surface et d'assemblage par CIC pour fabriquer des composants avancés pour l'industrie.

6.4. Défi n° 4 – Instrumentation

L'instrumentation des procédés CIC consiste à mesurer « in situ » simultanément la déformation et la température des matériaux. Ces données, difficiles à acquérir dans un environnement CIC, sont essentielles pour valider les modèles. À terme, la mesure « in-situ », si elle est suffisamment fiable, permettrait d'envisager un contrôle du cycle par asservissement. Aujourd'hui, très peu de enceintes CIC sont équipées de mesure de déplacement, dont une installation aux USA et l'ancienne installation du CEA/Liten. Cette instrumentation au sein de la nouvelle enceinte réceptionnée au CEA est un challenge que les partenaires de CALHIPSO souhaitent relever puisque des modifications, en accord avec la société Quintus, sur l'enceinte ont été préconisées.

6.5. Défi n° 5 – Technologie d'encapsulation

La fabrication de pièces complexes par CIC nécessite l'utilisation d'une capsule qui transmet la pression à la poudre métallique contenue dans celle-ci tout en évitant l'introduction de gaz dans les vides. Ces capsules étanches composées de tôles fines facilement déformables sont le plus souvent produites par mécanosoudage. Toutefois, pour des pièces complexes, la fabrication de ces capsules peut s'avérer difficile, longue et potentiellement coûteuse. De ce fait, l'une des orientations menées au sein de l'ICB consiste à étudier l'application de procédés modernes alternatifs pour la fabrication de ces capsules. Parmi les process concernés, le WAAM (Wire Arc Additive Manufacturing), consiste à fabriquer une capsule métallique par empilement de cordons de soudure élémentaires. La stratégie développée consiste à générer automatiquement les trajectoires du robot (langage KRL destiné aux robots KUKA) déposant les cordons à l'aide d'un slicer. Ce moyen développé en interne utilise la DAO de la pièce (figure 22a) à fabriquer, puis réalise un slicing régulier permettant de définir les lignes de contour délimitant cette dernière (figure 22b). Ces lignes de contour sont ensuite converties en trajectoires robot. Enfin, l'exécution du programme robot généré automatiquement, à partir du modèle DAO exporté en STL, permet d'imprimer la pièce concernée (figure 22c). Le process est ainsi robuste, quasi automatisé à 100 % et fiable. En effet, une fois qu'il fonctionne pour une pièce, sa reproductibilité à d'autres pièces s'est avérée excellente.

Le procédé de fabrication de capsules étanches par WAAM est aujourd'hui maîtrisé au sein de l'équipe. L'un des avantages concerne la taille des pièces potentiellement concernées : ainsi le WAAM peut permettre l'impression rapide en quelques heures de coques de grandes dimensions. Récemment, nous avons montré que les coques ainsi imprimées peuvent ainsi servir de capsules pour la fabrication de pièces par compression isostatique à chaud de poudre métallique (préformes).

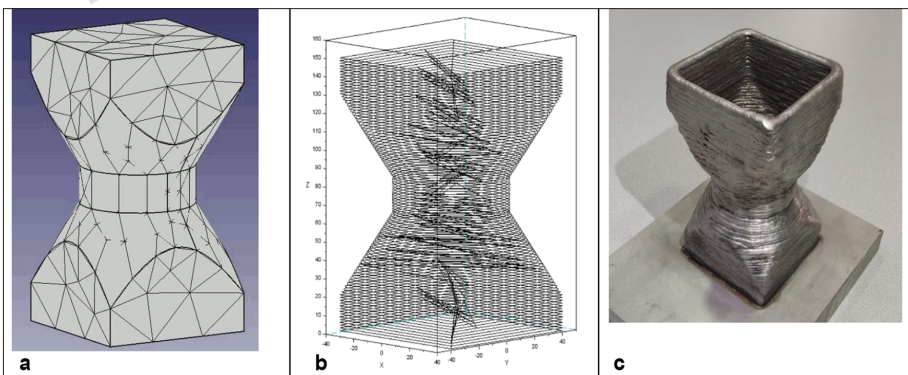


Figure 22 — DAO de la pièce à imprimer (a), trajectoires robot (b) et capsule imprimée en inox 316L (c).

Dans le cadre de cette activité, l'étude des process de soudage est nécessaire à leur maîtrise. Ainsi, cette démarche a tout d'abord été conduite sur le procédé de soudage TIG (ou GTAW pour Gas Tungsten Arc Welding) [34]. En vue de la modélisation

CFD de tels arcs sous ANSYS/FLUENT, la première étape consiste au calcul des propriétés thermodynamiques et coefficients de transport des plasmas. Lors de cette étape, nous passons par une méthode de minimisation de l'enthalpie libre de Gibbs (Gibbs Free Energy) pour déterminer la composition des plasmas à l'équilibre chimique (hypothèse reconnue comme valable pour les plasmas chauds à pression atmosphérique). Lors de cette étape, les tables de Gurvich [35] sont utilisées pour les propriétés des espèces individuelles (comme Ar, Ar⁺, H₂, H, H⁺, e⁻, etc.).

L'énergie de Gibbs totale d'un système (mélange d'espèces) s'écrit :

$$G(T, P, \mathbf{n}) = \sum_{i=1}^N \mu_i n_i \quad \text{avec} \quad \mu_i = \left(\frac{\partial G}{\partial n_i} \right)_{T, P, n_{k \neq i}}$$

$$\mu_i(T) = \mu_i^0(T) + RT \ln(p_i) = H_i^0(T) - TS_i^0(T) + RT \ln(P) + RT \ln\left(\frac{n_i}{n_f}\right)$$

L'équilibre chimique est obtenu lorsque :

$$dG(T, P, \mathbf{n}) = 0 \quad \text{c.a.d.} \quad \sum_{i=1}^N \mu_i dn_i = 0$$

Différentes méthodes numériques peuvent être utilisées pour résoudre ce type de problème et calculer la composition à l'équilibre chimique à T et P (dont algorithme RAND). La figure 23 présente la composition à l'équilibre chimique de quelques plasmas de référence à pression atmosphérique et en fonction de la température.

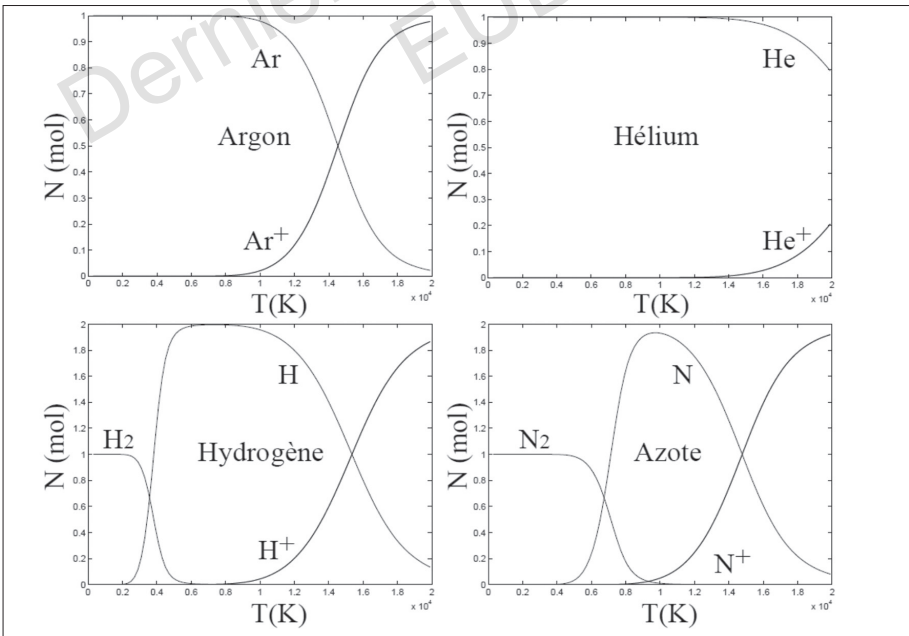


Figure 23 — Composition à l'équilibre chimique des plasmas d'argon, hélium, hydrogène, et azote.

La plupart du temps, en soudage TIG, nous utilisons de l'argon pur en gaz de soudage. Néanmoins, nos collègues de Framatome utilisent plutôt des mélanges Ar/H₂ plus énergétiques lors de l'assemblage de tronçons de conduites de grandes dimensions (circuit primaire, typiquement de diamètre 800 mm) en soudage orbital (multi-passes épaisseur totale de 80 mm). Ainsi la figure 24 présente un exemple de composition pour un mélange Ar/H₂ dans des proportions molaires 40/14. La dissociation de l'hydrogène intervient progressivement au-delà de 2000 K, puis l'ionisation des espèces Ar et H au-delà de 8000 K. Ces espèces laissent alors place à des espèces ionisées Ar⁺ et H⁺, et le milieu devient alors conducteur électriquement figure 26b, permettant ainsi la formation d'un arc électrique.

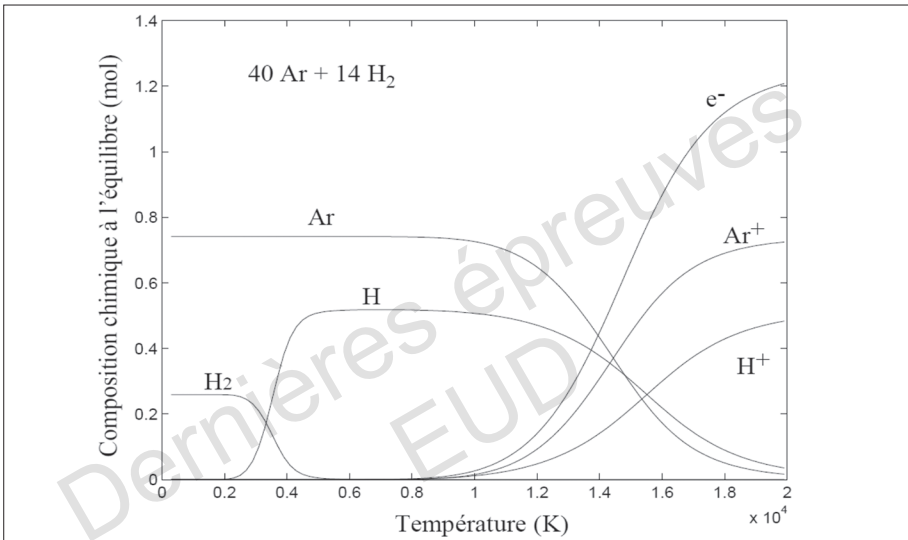


Figure 24 — Composition d'un plasma Ar/H₂ (40/14 en molaire à 20°C) à pression atmosphérique en fonction de la température.

La masse molaire du mélange peut être obtenue de manière conventionnelle via :

$$M = \sum_{i=1}^N x_i M_i \quad \text{ou} \quad \frac{I}{M} = \sum_{i=1}^N \frac{y_i}{M_i}$$

Où x_i désigne les fractions molaires et y_i les fractions massiques de chaque espèce i . L'enthalpie massique h peut être calculée via :

$$h = \frac{I}{M} \sum_{i=1}^N x_i H_i = \sum_{i=1}^N y_i \frac{H_i}{M_i}$$

Où les H_i désignent les enthalpies molaires de chaque espèce i .

Concernant la chaleur spécifique, celle-ci inclut donc deux contributions distinctes :

$$Cp = \left(\frac{\partial h}{\partial T} \right)_P = \sum_{i=1}^N y_i \frac{\partial h_i}{\partial T} + \sum_{i=1}^N h_i \frac{\partial y_i}{\partial T} = \sum_{i=1}^N y_i C_{p_i} + \sum_{i=1}^N h_i \frac{\partial y_i}{\partial T}$$

La première contribution correspond à une composition dite « figée » alors que la seconde est dite « réactive ». La figure 25a montre l'évolution de l'enthalpie massique des mélanges Ar/H₂ dans différentes proportions. La figure 25b montre cette fois l'évolution de la chaleur spécifique pour les mêmes mélanges. On note la présence de pics au moment de la dissociation de H₂ en 2 H, ainsi qu'au moment des ionisations de Ar et H.

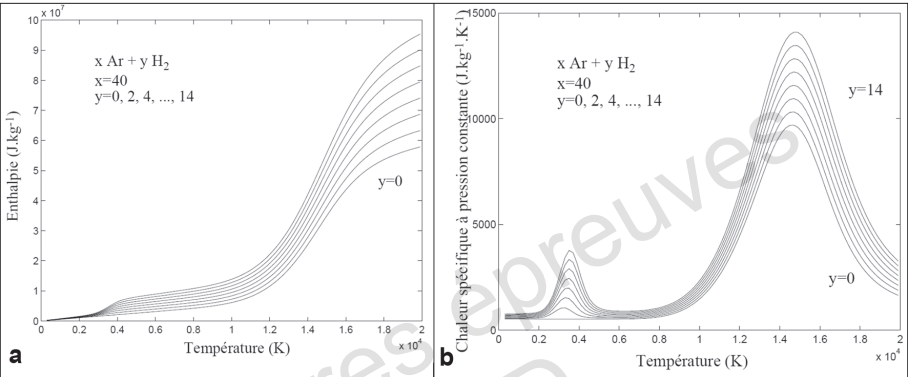


Figure 25 — a.) Évolution de l'enthalpie massique des mélanges Ar/H₂ dans différentes proportions et b.) Évolution de la chaleur spécifique massique des mélanges Ar/H₂.

Le calcul des coefficients de transport est alors plus complexe, faisant notamment intervenir la théorie cinétique des gaz. La figure 26a montre l'évolution de la conductivité thermique des mélanges Ar/H₂ en fonction de la température pour les mêmes fractions que précédemment. Enfin, la figure 26b montre l'évolution de la conductibilité électrique en fonction de la température pour les mêmes mélanges.

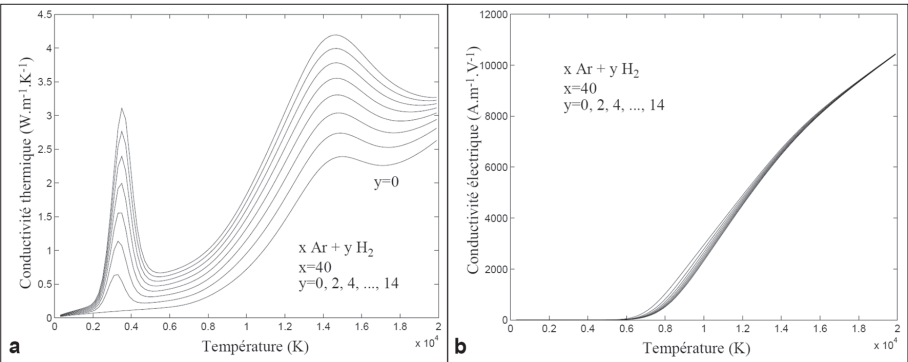


Figure 26 — a.) Conductivité thermique des plasmas Ar/H₂ en fonction de la proportion d'hydrogène et b.) conductibilité électrique des plasmas Ar/H₂ en fonction de la proportion d'hydrogène.

In fine, ces propriétés sont requises pour modéliser correctement les arcs de type GTAW. La protection du cordon (bain de fusion) par le gaz de soudage (argon) est illustrée sur la figure 27a. On y voit assez clairement que le bain de fusion est correctement protégé par le gaz de soudage, empêchant ainsi son oxydation. La figure 27b présente le champ de température (K) calculé pour les mêmes conditions que ci-dessus (courant de 100 A, distance pointe 2 mm, gaz de protection 8 L/min).

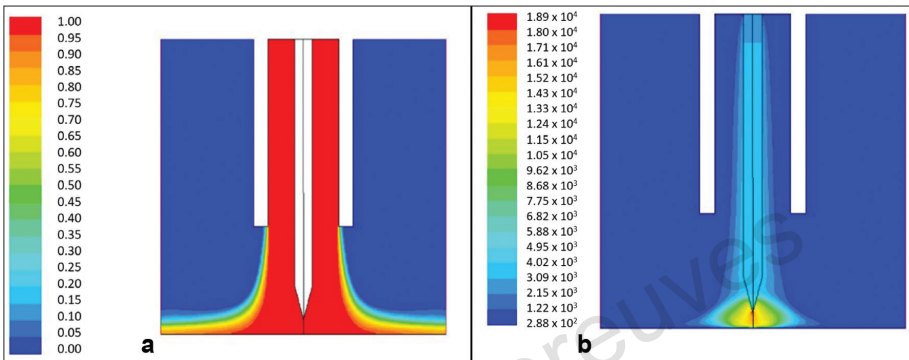


Figure 27 — a.) Fraction massique du gaz de protection (Ar) lors d'un soudage sous air (intensité de courant 100 A, distance pointe de cathode 2 mm, gaz de protection 8 L/min) d'argon) et b.) Champ de température.

On relève une température maximale de 19000 K immédiatement en aval de la pointe de la cathode. Enfin, la figure 28 montre la forte accélération du gaz de soudage en aval de pointe de la cathode (profil axial le long de la distance de 2 mm séparant la pointe de la cathode de la tôle) sous l'effet de la forte expansion des gaz liée à l'arc.

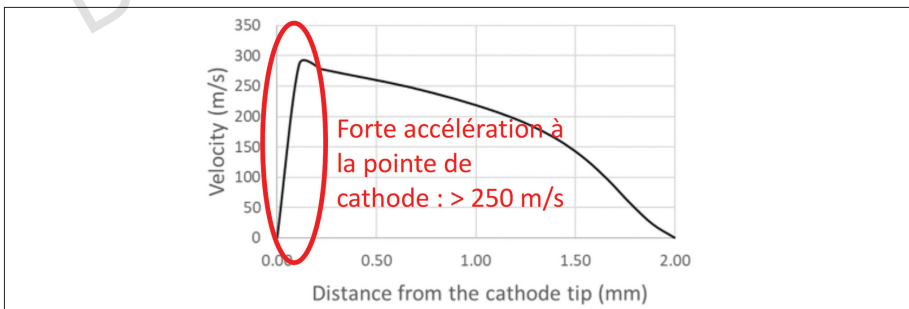


Figure 28 — Accélération des gaz de soudage à la pointe de cathode sur les 2 mm la séparant de l'anode/tôle (intensité de courant de 100 A, distance pointe 2 mm, gaz de protection 8 L/min).

Nous disposons ainsi d'un modèle fiable permettant de calculer les grandeurs caractéristiques dans un arc de soudage TIG (dont V, T, etc.). L'influence des paramètres de soudage peut être facilement mise en évidence grâce à ce modèle. L'une des originalités premières du modèle à disposition concerne la méthode de linéarisation du terme de production par effet Joule défini comme :

$$Q_I = \frac{\|\vec{j}\|^2}{\sigma} = \sigma \left[\left(\frac{\partial \phi}{\partial x} \right)^2 + \left(\frac{\partial \phi}{\partial r} \right)^2 \right]$$

Où \vec{j} désigne la densité de courant, σ la conductibilité électrique, et ϕ le champ électrique.

En effet, cette linéarisation a été rendue possible via :

$$\frac{\partial Q_I}{\partial T} \sim \frac{\partial Q_I}{\partial \sigma} \frac{\partial \sigma}{\partial T} = - \frac{\|\vec{j}\|^2}{\sigma^2} \frac{10,972}{T} = - \frac{10,972}{T} \left[\left(\frac{\partial \phi}{\partial x} \right)^2 + \left(\frac{\partial \phi}{\partial r} \right)^2 \right]$$

Où la valeur 10,972/ T provient de la dérivation de σ par rapport à la température (dépendance en \ln au-delà de 9000 K sur la figure 26b).

Ce type de linéarisation permet d'améliorer la convergence des calculs, rendant ainsi le modèle plus robuste sous ANSYS/FLUENT. Un passage du modèle en 3D sera envisagé pour permettre la prise en compte de la position de soudage sur le comportement du bain (avec prise en compte de la gravité sur ce dernier). À terme, le mode de soudage CMT (utilisé en WAAM pour la fabrication de capsules) pourrait être considéré, ce qui devrait nécessiter le passage à un modèle transitoire permettant de prendre en compte la rétraction du fil mise en œuvre via ce mode.

6.6. Défi n° 6 – Industrialisation

Framatome est une multinationale française, créée en 1958, qui après avoir été incorporée à AREVA est maintenant au sein du groupe EDF depuis 2018. L'entreprise présente un ancrage très fort en Saône-et-Loire, notamment au Creusot qui concentre entre autres les activités de forgeage et d'usinage, avec la présence d'un centre technique pour les essais et l'expertise. L'activité globale est spécialisée dans le design, la production et la maintenance des composants de *l'îlot nucléaire dans les centrales, les composants principaux du circuit primaire, des systèmes d'instrumentation*, de contrôles et autour du combustible nucléaire. Ces activités impliquent que Framatome est responsable de la production de composants aux échelles très disparates (figure 29) : de gros composants type cuves ou générateurs de vapeur dont la masse peut atteindre 500t aux composants combustibles dont les épaisseurs peuvent être submillimétriques.

La technologie CIC-poudre présente plusieurs avantages sur lesquels reposent l'intérêt de Framatome :

- **Matériaux** : Amélioration des propriétés matériaux avec un maintien *a minima* des propriétés par rapport aux équivalents conventionnels (forgés/moulés), maintien d'une bonne soudabilité et isotropie des propriétés.
- **Technique** : Amélioration de la contrôlabilité des pièces, possibilité d'éviter l'utilisation de soudure pour l'incorporation de piquages.
- **Industriels** : Diversification des chaînes d'approvisionnement et des technologies disponibles pour la production des composants, réduction du lead-time.

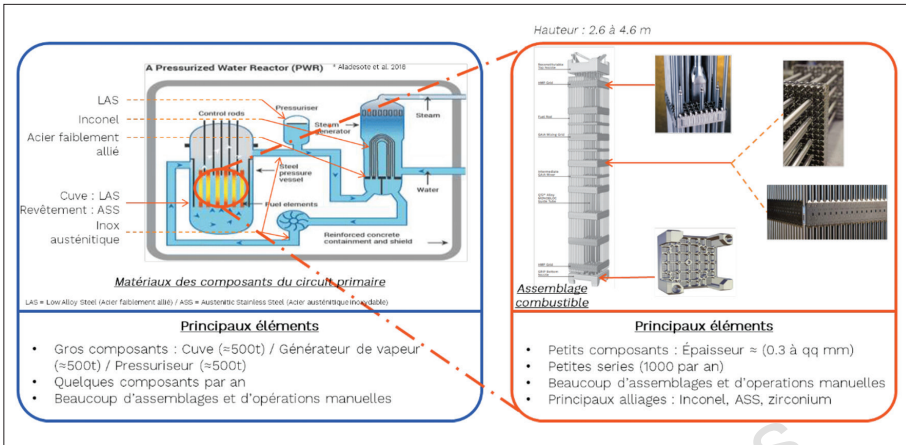


Figure 29 — Portfolio des composants produits par Framatome.

Comme exposé en figure 30, la technologie CIC-poudre est étudiée au sein de Framatome depuis 2008 par le biais de sa R&D interne – partie de circuit primaire – et de projets multipartites comme la tubulure de pressuriseur produite dans le cadre d'ENERPoudre [6]. Les très bons résultats obtenus lors de ces programmes R&D ont confirmé l'intérêt de Framatome pour cette technologie, mais ces propriétés ont été obtenues sur des blocs de taille modeste qui ne représentent que partiellement les cas réels d'utilisation. Pour ce faire, le passage à un démonstrateur à l'échelle 1:1 est primordial pour confirmer le changement d'échelle, d'où le lancement du projet DEMOCRITE en commun EDF/Framatome en 2018. Ce projet vise à démontrer la maturité de la technologie CIC-poudre et de la chaîne d'approvisionnement pour répondre aux exigences de l'industrie nucléaire (RCC-M – matériaux – et ESPN – homogénéité) tant d'un point de vue technique que réglementaire, par le biais de la production et la caractérisation complète d'un coude primaire en 304L CIC.

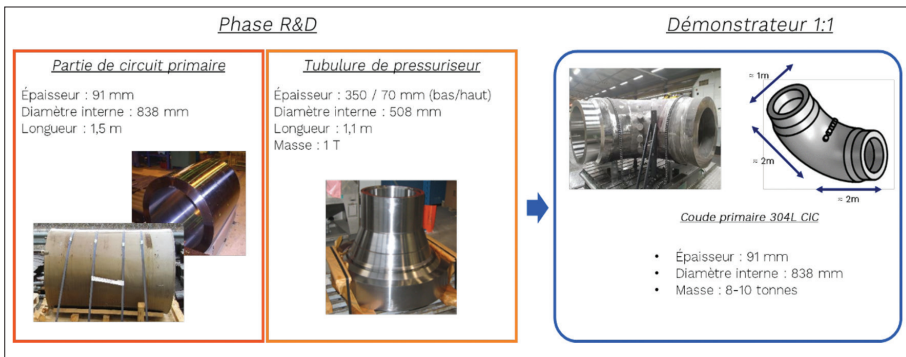


Figure 30 — Passage de la phase R&D à la phase de démonstrateur Échelle 1.

Le projet DEMOCRITE, en cours de finalisation, a abouti à la production réussie d'un démonstrateur de grandes dimensions Échelle 1:1 en 304L CIC [36]. La technologie CIC-poudre pour les aciers austénitiques inoxydables permet de produire de grands composants homogènes conformes aux requis RCC-M et ESPN. Ces composants sont intégrables dans l'environnement actuel des centrales nucléaires. Autre point important, le passage à une échelle pré-industrielle n'a pas créé de différences majeures d'un point de vue matériaux avec les résultats acquis lors des programmes R&D, ce qui confirme la robustesse du procédé CIC-poudre dans un cadre industriel. Ce projet marque le passage d'un important jalon vers la standardisation et l'industrialisation de la CIC-poudre dans l'industrie nucléaire.

Ces projets dans l'ensemble ont porté principalement sur les nuances d'aciers austénitiques inoxydables type 304L ou 316L. Le consortium CALHIPSO, par les liens qu'il tisse entre ses membres industriels et académiques, est un élément majeur pour les développements amonts du procédé CIC : développement de nouvelles nuances pour ouvrir à de nouveaux cas d'application, développement d'une structure de modélisation pour anticiper au mieux les déformations et les microstructures issues de la CIC-poudre, et meilleure compréhension du procédé CIC par le biais de l'instrumentation de l'enceinte CIC du CEA Grenoble. Ces briques technologiques issues de CALHIPSO pourront à terme entrer en ligne de compte dans le développement de Framatome, moyennant la démonstration de la faisabilité à une échelle industrielle, comme ce fut le cas pour les aciers austénitiques inoxydables.

7. Conclusion et perspectives de développer un centre d'excellence en CIC

Grâce aux avancées technologiques autour des procédés de la métallurgie des poudres dont la CIC, la métallurgie est en train de vivre une révolution majeure, un point de rupture technologique qui va permettre d'optimiser les procédés de fabrication actuels mais aussi d'explorer et de développer des nouvelles applications, notamment via l'émergence de matériaux et de composants innovants. La plateforme CALHIPSO, motivée par de nouveaux enjeux environnementaux, stratégiques et techniques, ambitionne de s'inscrire dans cette dynamique par le développement de procédés innovants en vue d'accéder à des matériaux plus performants et, ce, en vue de garantir l'avenir de la filière métallurgique.

Pour ce faire, CALHIPSO accompagne, de manière personnalisée, les utilisateurs depuis la phase de conception jusqu'à la réalisation de démonstrateurs (TRL de 1 à 7), par la réalisation de post-traitements adaptés aux spécificités des applications visées, par la fabrication de composants de grandes dimensions et de formes complexes ou par la réalisation d'assemblages métalliques similaires et dissimilaires.

Ainsi, par la mise en commun des différentes ressources, la plateforme CALHIPSO sera en mesure de répondre par l'innovation à des travaux de recherche fondamentale, de R&D et de transfert dans le domaine de la métallurgie des poudres et de la science des matériaux.

En fait, il s'agira de mettre en commun et mutualiser l'ensemble des connaissances et moyens d'investigation afin d'aboutir rapidement à l'étape d'industrialisation. Ainsi, il faudra réussir cette convergence des actions malgré des différences technologiques et stratégiques voire de point de vue tout en y associant les compétences R&D existantes en France. Ainsi, pour toutes ces raisons, il nous faut développer un Centre d'excellence autour de la CIC en réponse à un enjeu industriel fort de favoriser l'émergence d'une filière française structurée mais aussi une volonté forte des collectivités territoriales comme celle de la CuCM de soutenir ce type de projet.

In fine, il s'agira d'organiser le réseau et de structurer une réflexion pour assurer une continuité entre les besoins de la recherche et les besoins des industriels, la réponse envisagée est la création d'un Centre de Compétences lisible et reconnu mettant en avant son savoir-faire au service de la technologie CIC dont les principales actions sont résumées dans la figure 31.



Figure 31 — Principales actions à développer pour développer un réseau autour d'un Centre de Compétences en CIC adossé au Projet CALHIPSO.

Frédéric BERNARD

Jean-Philippe CHÂTEAU-CORNU

Rodolphe BOLOT

Alexandre MATHIEU

Laboratoire ICB-UMR 6303, Université Bourgogne Europe / CNRS, France

frederic.bernard@ube.fr

Pascal LAMESLE

IRT-M2P, Metz, France

pascal.lamesle@irt-m2p.fr

Pierre-Éric FRAYSSINES

Laboratoire CEA-Liten, Université Grenoble Alpes, France

pierre-eric.frayssines@cea.fr

Louis LEMARQUAIS

Framatome, Centre technique de St-Marcel France

louis.lemarquais@framatome.com

Références bibliographiques

- [1] SHIPLEY J., MAGNUSSON A., KARLSSON M., BEAMER C., Quintus, “Abstract: The Role of Hot Isostatic Pressing in Future Energy Systems”, chez *World PM2024*, YOKOHAMA, 2024.
- [2] European Powder Metallurgy Association, “Introduction to hot isostatic pressing technology”, 2019.
- [3] ATKINSON H. V. et DAVIES S., “Fundamental aspects of hot isostatic pressing: An overview”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 31, p. 2981-3000, 2000.
- [4] RIGAL E., « Compression isostatique à chaud, Matériaux | Mise en forme des métaux et fonderie », *Les techniques de l'ingénieur*, 2017.
- [5] AHLFORS M. – Quintus technologies, « A Review of the HIP Technology and New Developments », chez *Colloque Poudre & Matériaux Frittés*, Creusot, 2023.
- [6] CEDAT D., RIGAL E., BERNARD F. *et al.*, *Hot Isostatic Pressing for the Production of Bimetallic Nozzle for Nuclear Application. Proceedings of the World Congress on Powder Metallurgy and Particulate Materials*, PM 2014 3255-3264.
- [7] RIGAL E. *et al.*, Brevet FR n° 3043454. Procédé de réalisation d'un module d'échangeur de chaleur à au moins deux circuits de circulation de fluide, avec étape de compression isostatique à chaud de plaques.
- [8] BOUQUET N., *Étude des propriétés de surface pour la réalisation de joints soudés par diffusion : application aux échangeurs de chaleurs compacts*, Thèse Université de Bourgogne, (2014).
- [9] Proceeding HIP Conference 2017 (Scheffield).
- [10] SELIVERSTOV D., SAMAROV V. *et al.*, “HIP Modeling and Design of Large Complex Shape Parts Close to the Size of the HIP Furnace Accounting Capsules Manufacturing Technology and their Movement Inside it During the Cycle”, *Materials Research Proceedings*, vol. 38, p. 166-171, 2023.
- [11] GANDY D. W., EPRI, “Advancements in PM-HIP Technologies in USA”, chez *EMPA Hot Isostatic Pressing Seminar*, Sheffield, UK., avril 2017.
- [12] EISEN W. B. *et al.*, “Modeling of Hot Isostatic Pressing”, *Rev. Partic. Mater.*, vol. 4, 1996.
- [13] PIEHLER H. R., WATKINS P. M., ANDREOTTI E. R. *et al.*, “Hot Triaxial Compaction: Initial Results for Aluminum Compacts, Advances in Powder Metallurgy”, *Metal Powder Industries Federation*, vol. 1, p. 393-398, 1990.
- [14] HANN B.A., “An Investigation of Microstructural Evolution of PM Alloy N625 During Interrupted Hot Isostatic Pressing (HIP) Cycles, Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives”, p. 781-789, 1997.
- [15] KISSINGER R. D. *et al.*, “The Densification of Nickel Base Superalloy Powders by Hot Isostatic Pressing”, vol. 49, n° 19, p. 1-39, 198.

- [16] COOPER A., “Effect of oxygen content upon the microstructural and mechanical properties of 316L manufactured by HIP”, *Met. Mat. Trans.* 47 A (2019) 4467-4475.
- [17] ABOUAF A., CHENOT J-L., « Modélisation numérique de la déformation à chaud de poudres métalliques », *Journal de Mécanique théorique et appliquée* 5 (1986), 121-140.
- [18] CHATEAU-CORNU J.P., CHAABAN K., ARIANE M., BERNARD F., “New model and adjustment protocol for the viscoplastic stage of densification during load assisted sintering: application to hot isostatic pressing of a 316L steel powder”, *Proc World PM2022 Congress & Exhibition*, Lyon, France (2022), DOI:10.59499/WP225372095.
- [19] WOOD D.M., “Soil Behaviour and Critical State Soil Mechanics”, Cambridge: Cambridge University Press (1990), synthèse basée sur l'article original de la méthode Cam-Clay, ROSCOE K.H., BURLAND J.B., “On the generalized stress-strain behavior of ‘wet clay’”, In *Engineering plasticity*, Ed. J. Heyman and F.A. Leckie, Cambridge University Press (1968), 535-609.
- [20] LEBLONB J.B., PERRIN G., SUQUET P., “Exact results and approximate models for porous viscoplastic solids”, *Int. J. of Plasticity*, 10(3) (1994), p. 213-235.
- [21] KCHAOU Y., CHATEAU-CORNU J.P., MINIER L., BERNARD F., “Finite element simulation and design optimisation of complex-shaped models of 316L stainless steel powder for Hot Isostatic Pressing”, *Powder Metallurgy Review*, 8, 1 (2019), 69-71.
- [22] ARGENTO C., BOUVARD D., “Modelling the effective thermal conductivity of random packing of spheres through densification”, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 39, 7 (1996) 1343-1350.
- [23] GAOM.Z., LUDWIG B., PALMER T.A., “Impact of atomization gas on characteristics of austenitic stainless steel powder feedstocks for additive manufacturing”, *Powder Technology*, <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2020.12.005>.
- [24] QADDAH B., CHAPPELLE P., BELLOT J.P. et al., *Numerical modeling of two phases gas/metal flow in an EIGA atomizer for metal powder production*, EPMA Seminar, Metz, 2023.
- [25] FOUCHEREAU A., *Influence des paramètres des procédés de fabrication additive métallique sur le comportement en corrosion de l'acier inoxydable 316L*, Thèse de doctorat Université de Lorraine (2023).
- [26] ANGRE A. et al., “The effect of drastically lowered oxygen levels on impact strength for HIP’ed 316L material”, *Powder Materials*.
- [27] APPA RAO G. et al., “Effect of oxygen content of powder on microstructure and mechanical properties of hot isostatically pressed superalloy Inconel 718”, *Material and science engineering*, vol. 84, n° 199, p. 435-436, 2006.
- [28] RIGAL E. et al., « Origines de la chute des propriétés en résilience et pistes d’amélioration pour les aciers fabriqués par CIC », chez *France Séminaire EDF, Lab Les Renardières*, Grenoble, mars 2022.

- [29] BERNACKI M., Chaire industrielle ANR – DIGIMU (2016-2021) - <https://consortium-digimu.cemef.minesparis.psl.eu>.
- [30] BERNACKI M. *et al.*, “Level set framework for the finite-element modelling of recrystallization and grain growth in polycrystalline materials”, *Scripta Materialia*, 64(6), (2011) 525-528.
- [31] GODINOT C., *Compréhension de l'évolution des interfaces lors du soudage diffusion de l'alliage 800*, thèse de doctorat de l'Université Bourgogne France Comté (2025).
- [32] HUGUET M., *Cinétique de fermeture de cavités aux interfaces lors d'un cycle de soudage diffusion : analyse de défauts calibrés et modélisation numérique*, thèse de doctorat, Université Grenoble Alpes (2024).
- [33] DOYLE C.S. *et al.*, “Evolution of steel surface composition with heating in vacuum and in air”, *Applied Surface Science*, Vol. 257 (2011).
- [34] TCHOUMI T., PEYRAUT F., BOLOT R., “Electromagnetic–Computational Fluid Dynamics Couplings in Tungsten Inert Gas Welding Processes—Development of a New Linearization Procedure for the Joule Production Term”, *Journal: Appl. Mech.*- vol. 5(1), (2024) 121-140.
- [35] GURVICH L.V., VEYTS I.V., ALCOCK C.B., “Thermodynamic Properties of Individual Substances”, *Fourth Edition*, Vol. 1, Hemisphere Publishing Corporation (1989).
- [36] Proceeding World PM2024, YOKOHAMA, 2024.