

Nouveau dispositif expérimental pour l'étude du comportement viscoplastique des poudres métalliques à hautes températures : application à une poudre de cuivre

Philippe Viot, Pierre Stutz

Laboratoire 3S (sols, solides, structures), domaine universitaire, 1025, rue de la piscine, BP 53, 38041 Grenoble cedex, France

Reçu le 24 mai 2002 ; accepté le 3 juin 2002

Note présentée par André Zaoui.

Résumé

Les modèles utilisés couramment pour simuler le comportement des poudres métalliques à haute température font intervenir deux fonctions rhéologiques identifiées sur les seuls essais de compression simple et de compression isostatique. Des résultats expérimentaux effectués sur une poudre de plomb ainsi que de nombreuses modélisations montrent que ces modèles ne décrivent pas avec assez de précision la réalité physique. Un nouveau dispositif expérimental de compression oedométrique à chaud a été développé pour étudier à haute température le comportement des poudres métalliques sur des trajets de chargement variant entre la compression isotrope et la compression simple. Des résultats expérimentaux obtenus sur une poudre de cuivre sont présentés. *Pour citer cet article : P. Viot, P. Stutz, C. R. Mécanique 330 (2002) 653–659.*

© 2002 Académie des sciences/Éditions scientifiques et médicales Elsevier SAS

milieux granulaires / poudres métalliques / viscoplasticité / cuivre / oedomètre / température

New experimental device to study the viscoplastic behaviour of metallic powder at high temperature: use of copper powder

Abstract

Models currently used to simulate the behaviour of metallic powder at high temperature use two rheological functions determined by two tests of uniaxial pressing and hot isostatic pressing. Experimental results carried out on lead powder and many simulations show that these models do not describe the real behaviour with a sufficient accuracy. A new experimental device devoted to hot die pressing has been designed in order to study the powder behaviour at high temperature under a state of stress intermediate between isotropic stress and uniaxial compression. Several experimental results on copper powder are reported in this note. *To cite this article: P. Viot, P. Stutz, C. R. Mécanique 330 (2002) 653–659.*

© 2002 Académie des sciences/Éditions scientifiques et médicales Elsevier SAS

granular media / metallic powder / viscoplasticity / copper / Die Pressing / temperature

Adresse e-mail : philippe.viot@inpg.fr (P. Viot).

Abridged English version

Hot Isostatic Pressing of metallic powder is used for manufacturing complex parts with high thermomechanical properties. During this process, the powder behaviour is viscoplastic and can be modeled by either Abouaf's [3] or Suquet's [4] laws. The rheological functions of these models can be determined by both Hot Isostatic Pressing and Uniaxial Pressing tests [5]. However, these models do not predict the powder behaviour between isotropic and deviatoric state of stresses. Thus, a new rheological device – Hot Die Pressing (HDP) – has been developed in order to complete the characterization of metallic powder.

1. Hot Die Pressing

This test consists in compressing powder inside a cylindrical die – axis \vec{z} , Fig. 1. The evolution of both axial stress, σ_{zz} , and radial stress, σ_{rr} , are measured as a function of the powder density ρ and the compression axial strain rate, d_{zz} , at the temperature T . The main difficulty of HDP test lies in the radial stress determination which is obtained by measurement of the die deformation between B and B' (Fig. 1). Given the small diametral deformation Δd , an amplification device (two quartz rods, AC and A'C', alongside the die and connected with an aluminate support) is used in order to increase the measurement of Δd by a factor 4. The deformation Δd implicates a displacement of the rods lower end (C and C'). A radial extensometer, constituted by two arms, measures this displacement (Fig. 2). A LVDT sensor is fixed at the arms' end and 2 quartz needles are positioned on C and C'. Thus, the sensor measures the CC' displacement with an additional amplification factor 4. The relationship between Δd , σ_{rr} , the sample height and the temperature is obtained by calibration using a finite element code.

2. Experimental results

Two test types of HDP were applied on a copper powder varying strain rate and temperature. The three first tests were achieved at 460 °C imposing different speeds to the upper punch. The experimental results show the influence of strain rate and density on the state of stresses (Figs. 3 and 4). The parameter inter dependence can be analyzed by plotting both $\sigma_{zz}(A/d_{zz})^{1/n}$ and $\sigma_{rr}(A/d_{zz})^{1/n}$ for different strain rates (Fig. 5). We show that stresses depend on $(d_{zz}/A)^{1/n}$ [8] and a function $O(\rho)$. Moreover, the ratio $K = \sigma_{rr}/\sigma_{zz}$ is only a function of density. Thus, the stresses can be defined as functions of both density and strain rate (Eq. (1)).

The second HDP tests were achieved imposing the same strain rate at temperatures 360, 460 and 560 °C, in order to validate Eq. (1). The analysis of $\sigma_{zz}(A/d_{zz})^{1/n}$ and $\sigma_{rr}(A/d_{zz})^{1/n}$ at three temperatures gives the variation of both $O(\rho)$ and $K(\rho)$ with density (Fig. 6) using the parameters A and n of the Norton law for copper (Table 1). A power relationship (Eq. (2)) is used to fit the data.

To conclude, the variation of axial and radial stresses as function of strain rate, temperature and density can be modelled as Norton's law of dense material weighted by two rheological functions $O(\rho)$ and $K(\rho)$.

1. Introduction

Dans un certain nombre de domaines de haute technologie (aéronautique, aérospatiale, nucléaire, . . .), la métallurgie des poudres est utilisée pour fabriquer des pièces complexes ayant des propriétés thermomécaniques élevées. Deux procédés de fabrication sont principalement utilisés : la compression à froid suivie d'un frittage et le compactage isostatique à chaud (CIC). Pour la compression à froid, la densification du matériau poreux peut être modélisée par les lois de comportement de type Cam–Clay [1] ou de Shima et Oyane [2]. Pour la mise en forme à hautes températures par CIC – qui nous intéresse plus particulièrement –, le comportement thermomécanique des poudres est dans le domaine viscoplastique ;

il peut être modélisé par les lois de comportement d'Abouaf [3] ou de Suquet [4]. Les paramètres de ces modèles doivent être identifiés par des essais rhéologiques.

A haute température (supérieure à $0,6T_f$ où T_f est la température de fusion du matériau), les fonctions rhéologiques des modèles viscoplastiques d'Abouaf [3] ou de Suquet [4] peuvent être obtenues par les essais de Compression Isostatique et de Compression Simple à Chaud afin de couvrir un domaine de contraintes très large [5]. En revanche, ces modèles ainsi identifiés ne rendent pas compte du comportement réel de la poudre en cours de densification pour des états de contrainte différents de l'isotrope et de la compression simple [5,7]. Afin de proposer un modèle plus réaliste, il est impératif de compléter les bases de données actuelles par de nouveaux résultats expérimentaux correspondant à des chargements où les parties isotrope et déviatoire sont du même ordre de grandeur. L'essai de Compression Oedométrique à Chaud (ou compression en matrice), grâce à un nouveau dispositif expérimental qui permet la mesure des contraintes radiales, répond à cette exigence.

2. L'essai de compression oedométrique à chaud

L'essai consiste à comprimer la poudre dans une matrice cylindrique d'axe \vec{z} (Fig. 1) et à mesurer les évolutions des contraintes axiales et radiales en fonction de la densité et du taux de déformation. La matrice étant supposée rigide, seule la composante d_{zz} du tenseur taux de déformations est différente de zéro. En l'absence de frottement poudre – matrice (un lubrifiant est placé à l'interface), l'état de contrainte reste homogène dans tout l'échantillon, les composantes non nulles du tenseur des contraintes $\underline{\sigma}$ sont σ_{zz} , $\sigma_{\theta\theta} = \sigma_{rr}$. A ces paramètres s'ajoutent la température T (constante pendant l'expérience) et la densité relative ρ de la poudre. Si la contrainte axiale σ_{zz} , la densité et le taux de déformation sont obtenus facilement, il n'en est pas de même pour la contrainte radiale à haute température. Dans le dispositif présenté, elle sera déterminée à partir de la mesure du déplacement radial de la matrice par un ensemble extensométrique original. La matrice, qui doit rester dans le domaine élastique, est dimensionnée pour que le déplacement radial soit très petit – mais mesurable avec une bonne précision – pour respecter la condition

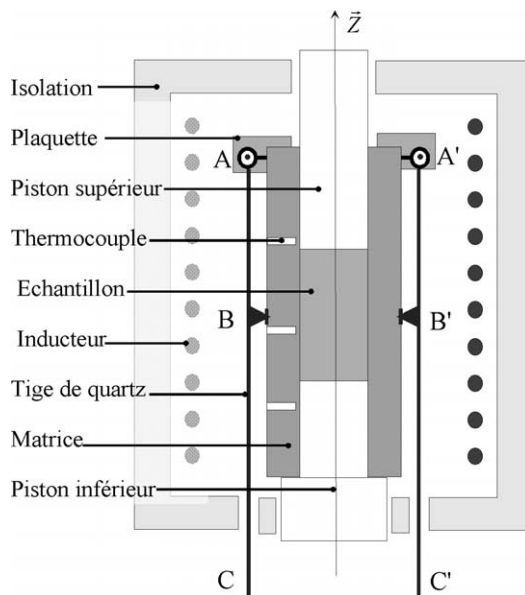


Figure 1. Schéma de l'oedomètre muni du dispositif d'amplification.

Figure 1. Plan of die with its amplification device.

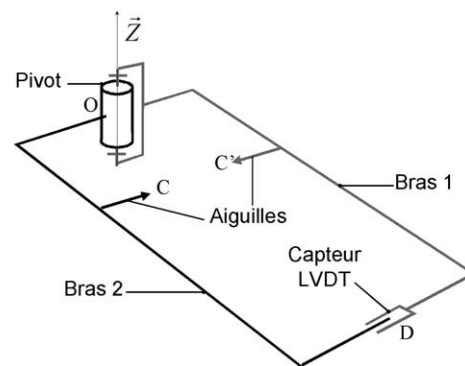


Figure 2. Schéma de l'extensomètre.

Figure 2. Schematic diagram of extensometer.

oedométrique de déplacement radial nul. Des études similaires sont réalisées couramment à froid et jusqu'à des températures inférieures à 150 °C [7] en utilisant des jauges de déformation collées sur la matrice, ce qui n'est pas possible pour les températures des cycles industriels. C'est pourquoi cet essai n'avait jamais été utilisé pour l'étude rhéologique du comportement des poudres à haute température.

2.1. Description du dispositif

L'oedomètre (Fig. 1) est constitué d'une matrice à section circulaire (diamètre extérieur 30 mm, diamètre intérieur 16 mm et hauteur 80 mm) en acier réfractaire base nickel MPY (Ni58/Cr19/Co14). La poudre de cuivre pur 99%, sphérique de granulométrie inférieure à 150 μm , est comprimée par des pistons en carbure de tungstène (ajustement pistons – matrice : $\Phi 16\text{H}7\text{g}6$). Un film de nitrure de bore déposé sur les pistons et une feuille de graphite enveloppant l'échantillon de poudre réduisent les frottements. L'ensemble est chauffé par induction et la température est mesurée par trois thermocouples (type K) insérés dans la matrice. Une enceinte, refroidie par circulation d'eau, isole l'ensemble de l'environnement. Durant l'essai, on détecte un faible gradient thermique sur la hauteur de la matrice (ΔT inférieur à 20 °C à 800 °C). Cependant, les nombreux essais de mise au point ont montré que ΔT reste constant pendant la compression et que son influence sur les mesures est faible [8].

Le déplacement diamétral de la matrice est mesuré dans le plan médian entre les points B et B'. Celui-ci n'excédant pas 20 μm pour une contrainte radiale maximale de 250 MPa (à 800 °C), un dispositif d'amplification est utilisé. Il est composé de deux tiges de quartz en liaison pivot en A et A' avec la plaquette en alumine placée sur la matrice. Les tiges sont en contact avec la matrice aux points B et B' et le déplacement radial amplifié d'un facteur 4 est mesuré à l'extrémité C et C' des tiges. Un extensomètre (Fig. 2) conçu spécialement pour ce dispositif enregistre le déplacement relatif de ces deux points avec une amplification de 4. Il est constitué de deux bras en matériaux composites (fibres de carbone – résine époxy, longueur 600 mm) liés par une liaison pivot d'axe $O\vec{z}$. Deux aiguilles de quartz fixées sur les bras viennent suivre le déplacement des points C et C'. La mesure de déplacement se fait alors par un capteur LVDT fixé à l'extrémité des bras (point D Fig. 2). La relation entre le déplacement diamétral Δd (en mm) de la matrice à la température T , la contrainte radiale σ_{rr} et la hauteur h (comprise entre 35 et 22 mm) de l'échantillon a été déterminée par simulation numérique. Ces paramètres sont reliés par la relation $\sigma_{rr} = (\Delta d / f_k(h))(E_{T_0} / E_T)$, où la fonction $f_k(h)$ (en mm/MPa) est obtenue numériquement à la température T_0 , E_T et E_{T_0} sont les modules de Young de la matrice aux températures T et T_0 . Les résultats obtenus avec ce dispositif ont été comparés à froid avec ceux obtenus par des jauges collées sur la matrice [8,9]. Des essais avec une poudre de titane ont permis de valider les performances du dispositif jusqu'à une température de 800 °C. La résolution du dispositif est alors de 0,3 μm .

3. Résultats expérimentaux

Deux séries de compression oedométrique sont présentées. La première, à température constante, permet d'étudier l'influence du taux de déformation. La seconde montre l'influence de la température.

3.1. Influence du paramètre taux de déformation

Les essais sont réalisés à 460 °C. L'essai 1 est effectué en imposant au piston supérieur une vitesse de déplacement constante de 0,15 mm/mn, ce qui correspond à un taux de déformation compris entre 7×10^{-5} et $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. La compression est arrêtée lorsque la contrainte axiale atteint la valeur de 250 MPa. L'essai 2 est un essai de saut de vitesse : celle-ci passe brutalement de 0,7 mm/mn à 0,15 mm/mn quand la contrainte axiale atteint 50 MPa (point A Figs. 3 et 4). L'essai 3 est un fluage oedométrique sous une contrainte axiale de 125 MPa. Avant d'atteindre cette charge (point B Fig. 3), l'essai est piloté en vitesse à 0,7 mm/mn.

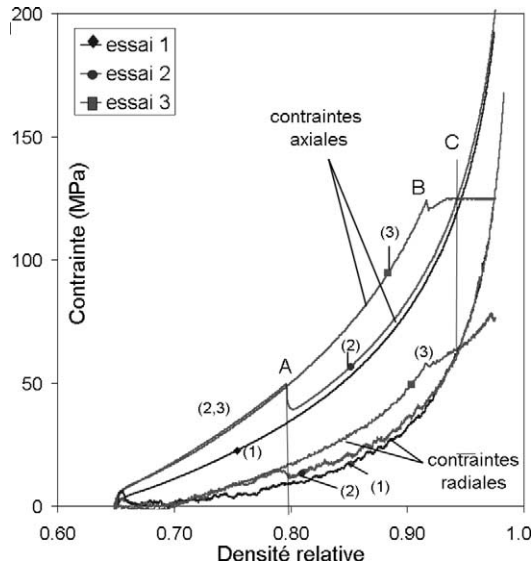


Figure 3. Évolution des contraintes axiales et radiales en fonction de la densité.

Figure 3. Evolution of axial and radial stresses as a function of density.

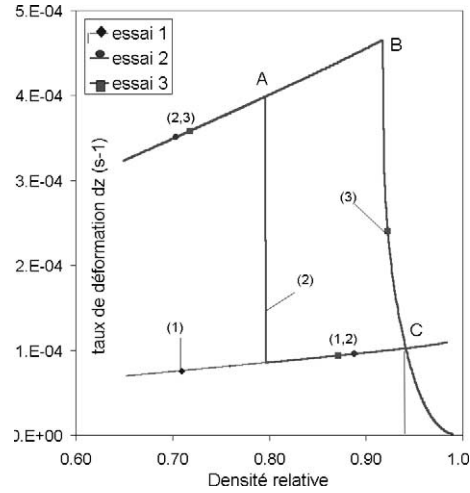


Figure 4. Évolution du taux de déformation axial d_{zz} en fonction de la densité.

Figure 4. Evolution of axial strain rate d_{zz} as a function of density.

3.1.1. Résultats

Pour les trois essais, les évolutions des contraintes σ_{rr} et σ_{zz} (Fig. 3) et du taux de déformation d_{zz} (Fig. 4) sont tracées en fonction de la densité relative. On constate que :

- Après le saut de vitesse, les contraintes σ_{rr} et σ_{zz} de l'essai 2 (qui étaient égales à celles de l'essai 1) deviennent égales à celles de l'essai 3.
- Au point C (Fig. 4), $\rho = 0,942$ et $d_{zz} = 9,9 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, atteint par trois chargements différents, correspondent les mêmes valeurs de σ_{rr} et σ_{zz} (point C Fig. 3).

Les contraintes ne sont donc fonction que de la densité et du taux de déformation. Afin de préciser cette relation, nous avons tracé en fonction de la densité les quantités $\sigma_{zz}(A/d_{zz})^{1/n}$ et $\sigma_{rr}(A/d_{zz})^{1/n}$, où A et n sont les coefficients à 460°C de la loi de Norton du cuivre dense utilisé [8]. Pour les trois essais, on obtient des courbes uniques (Fig. 5) fonction de la densité. Les contraintes dépendent ainsi de la quantité $(d_{zz}/A)^{1/n}$ et d'une fonction $O(\rho)$. De plus, en sollicitation oedométrique, le rapport des contraintes radiale et axiale $K = \sigma_{rr}/\sigma_{zz}$ ne dépend que de la densité ρ . Les évolutions des contraintes, à température constante, sont donc reliées à la densité et au taux de déformation par :

$$\sigma_{zz} = O(\rho) \left(\frac{d_{zz}}{A} \right)^{1/n} \quad \text{et} \quad \sigma_{rr} = K(\rho) O(\rho) \left(\frac{d_{zz}}{A} \right)^{1/n} \quad (1)$$

3.2. Influence du paramètre température

Afin de vérifier que les relations (1) s'appliquent pour une large plage de température, des compressions en matrice à une vitesse de $0,7 \text{ mm/mn}$ ont été effectuées à $360, 460$ et 560°C . Les évolutions de σ_{rr} et σ_{zz} sont tracées Fig. 6. Comme dans le paragraphe précédent, on constaterait que ces résultats tracés sous les formes $\sigma_{zz}(A/d_{zz})^{1/n}$ et $\sigma_{rr}(A/d_{zz})^{1/n}$ conduiraient encore à des courbes uniques indépendantes de la

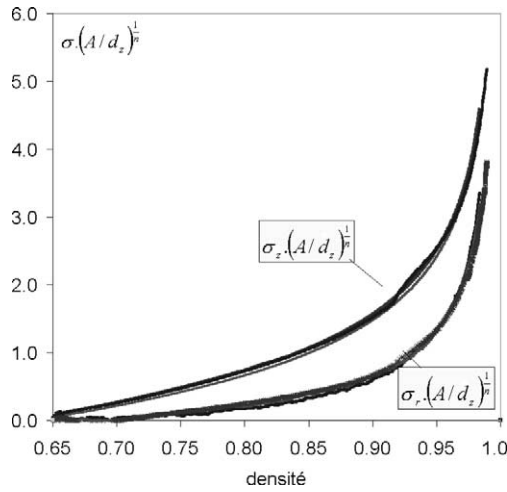


Figure 5. Évolution des quantités $\sigma_{rr}(A/d_{zz})^{1/n}$ et $\sigma_{zz}(A/d_{zz})^{1/n}$ (essais 1–2–3).
Figure 5. Evolution of $\sigma_{rr}(A/d_{zz})^{1/n}$ and $\sigma_{zz}(A/d_{zz})^{1/n}$ (tests 1–2–3).

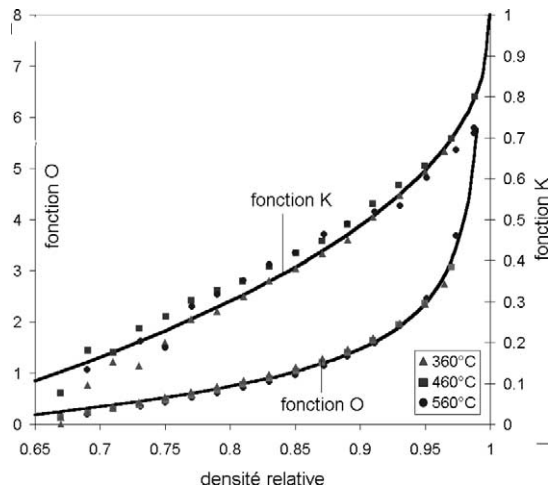


Figure 6. Évolution des fonctions $O(\rho)$ et $K(\rho)$ en fonction de la densité ρ à trois températures.
Figure 6. Evolution of functions $O(\rho)$ and $K(\rho)$ as a function of density ρ at three temperatures.

Tableau 1. Valeur des coefficients $A(T)$ et $n(T)$.

Table 1. Coefficients $A(T)$ and $n(T)$.

Température T °C	$n(T)$	$A(T)$ en $(\text{MPa}\cdot\text{s})^{-1}$
360	7,95	$3,36 \times e^{-20}$
460	5,35	$5,8 \times e^{-14}$
560	4,35	$2,1 \times e^{-11}$

température et identiques à celles de la Fig. 5. Les valeurs de A et n – Tableau 1 – sont celles du cuivre dense déterminées par Viot [8].

La Fig. 6 représente les valeurs expérimentales des fonctions $O(\rho)$ et $K(\rho)$ pour les trois températures. Ces deux fonctions peuvent être ajustées par :

$$O(\rho) = 1,26 \frac{(\rho - 0,6)^{0,83}}{(1 - \rho)^{0,5}} \quad \text{et} \quad K(\rho) = 1 - 1,42(1 - \rho)^{0,44} \quad (2)$$

4. Conclusions

Le nouveau dispositif expérimental présenté permet pour la première fois de connaître les évolutions des contraintes radiales pendant la compression oedométrique, dans les conditions de température correspondant à celles des procédés industriels. L'état des contraintes peut en effet être mesuré à des températures pouvant atteindre 800 °C (essais réalisés sur de la poudre de titane par Viot [8]).

En compression oedométrique, nous avons établi que les relations permettant de connaître l'évolution des contraintes σ_{rr} et σ_{zz} en fonction du taux de déformation, de la température et de la densité avaient une forme analogue à la loi de Norton du matériau dense, pondérée par deux fonctions rhéologiques $O(\rho)$ et $K(\rho)$ ne dépendant que de la densité relative. Ces deux fonctions ont été identifiées pour une poudre de cuivre. Ces résultats ont été vérifiés sur une poudre de titane [8].

Ce nouveau dispositif permet maintenant d'utiliser la compression oedométrique à hautes températures pour compléter les bases de données actuelles provenant des seuls essais de compression isotrope et de compression simple à chaud. Un modèle de comportement viscoplastique des poudres prenant en compte les résultats de ces trois essais rhéologiques est en cours de développement.

Références bibliographiques

- [1] A. Schofield, C.P. Wroth, *Critical State Soil Mechanics*, McGraw-Hill, New York, 1968.
- [2] S. Shima, M. Oyane, Plasticity theory for porous metal, *Internat. J. Mech. Sci.* 18 (1976) 285–291.
- [3] M. Abouaf, J.L. Chenot, A numerical model for hot deformation of metal powders, *J. Theoret. Appl. Mech.* 5 (1) (1986) 121–140.
- [4] P.M. Suquet, Overall potentials and extremal surfaces of power law or ideally plastic composites, *J. Mech. Phys. Solids* 41 (6) 981–1002.
- [5] L. Sanchez, Modélisation numérique de la mise en forme de poudre métallique par compaction isostatique à chaud (C.I.C.), Thèse de l'Université Joseph Fourier, Grenoble, 1999.
- [6] F.B. Swinkels, D.S. Wilkinson, E. Artz, M.F. Ashby, Mechanisms of hot isostatic pressing, *Acta Metallurgica* 31 (11) (1983) 1829–1840.
- [7] C. Geindreau, Modélisation du comportement viscoplastique des poudres métalliques simulation à l'aide d'un matériau analogique, Thèse de l'Université Joseph Fourier, Grenoble, 1996.
- [8] P. Viot, Modélisation du comportement viscoplastique des poudres métalliques. Développement d'un nouveau dispositif expérimental de compression oedométrique à chaud, Thèse de l'Université Joseph Fourier, Grenoble, 2000.
- [9] P. Viot, E. Ouedraogo, P. Stutz, Development of a hot die pressing laboratory test, in: *Powder Metallurgy* 98, Vol. 2, Granada, Spain, 1998, pp. 221–226.