

P1	A&D – Aubert&Duval - Groupe R&D	M. André GRELLIER
P2	CROMeP de l'ENSTIMAC/ARMINES	M. Denis DELAGNES
P3	CEMES/CNRS-UPR 8011	Mme Florence PETTINARI-STURMEL
P4	LSG2M de l'Ecole des Mines de Nancy – INPL / CNRS UMR 7584	Mme Sabine DENIS
P5	LLB-Laboratoire Léon Brillouin – C.E.A. / CNRS UMR 0012	Mme Hélène MATHON
P6	GPM –Institut des Matériaux Rouen / CNRS UMR 6634	M. Frédéric DANOIX

Eléments qualitatifs

C. Description des travaux effectués pour la période concernée et conformité de l'avancement aux prévisions (15 à 50 lignes maximum suivant le nombre de partenaires)

Les matériaux à soumettre à l'étude ont été préparés et livrés en septembre 2006 pour l'acier de référence (Phase 1) et de manière échelonnée au cours du premier trimestre 2007 pour les coulées-écoles fabriquées à l'échelle laboratoire. Les coulées-écoles semi-industrielles ont été produites et la livraison commence fin de 1^{er} semestre 2007. Chaque laboratoire, essentiellement avec le personnel permanent et sans le renfort des post-doctorants, a débuté son programme expérimental en priorité sur l'acier de référence puis sur les compositions-écoles selon un ordre de priorité concerté entre les partenaires.

Compte tenu du retard accusé pour le recrutement des chercheurs, le souci commun a été de privilégier l'activité visant à valider les méthodes à mettre en œuvre, de confirmer leur pertinence par rapport aux objectifs, et à exploiter les disponibilités des ressources expérimentales contingentées (tel réacteur de Saclay), plutôt que de finaliser l'exploitation des mesures, le traitement des données et la rédaction des rapports.

Les mesures de la Phase 1 pour conjointement valider les méthodes et décrire l'acier de référence à double précipitation sont bien avancées. Il a été décidé pour la suite qui est déjà engagée de donner la priorité à 3 compositions-écoles (3,4,5) sièges respectivement de chacune des précipitations et de leur addition dans une matrice sans Cobalt. Par ailleurs, pour bien jalonner le développement des précipitations, des échantillons supplémentaires avec des durées de vieillissement échelonnées ont été préparés.

Activité de A&D :

- Fabrication et fourniture de l'ensemble des échantillons de l'acier de référence et des coulées-écoles de laboratoire réalisées; fabrication des coulées semi-industrielles terminée, échantillons en début de distribution dans les laboratoires, notamment CROMeP.
- Réalisation des essais mécaniques statiques sur l'ensemble des couples nuance/traitement, et observations métallographiques conventionnelles; début des essais dilatométriques sur l'ensemble des compositions.

Activité du CROMeP :

- Mise en œuvre du logiciel MATCALC de simulation de la précipitation avec le cas plus abordable de la précipitation de carbures seuls pour lequel de nouvelles fonctionnalités ont été révélées.
- Recherche d'une technique d'extraction de précipités par dissolution électrochimique de la matrice,
- Validation de la géométrie d'éprouvettes de fatigue en traction compression aux aciers à haute résistance (54-55HRc). Essais sur la nuance de référence terminés
- Gestion du site Internet pour le pilotage du projet, les échanges et la documentation.

Activité du CEMES :

- Recherche d'un ensemble de techniques (MET HR, analyses EELS...) pour pouvoir visualiser les deux types de précipités et les dislocations et champs de contraintes dans la matrice sur l'acier de base et quelques nuances-écoles.

Activité du LSG2M :

- Caractérisations par dilatométrie et résistivimétrie du ML1014 et de 2 nuances-écoles dérivées (l'une donnant lieu à la précipitation de carbures seuls et l'autre à la précipitation d'intermétalliques seuls) afin d'identifier les transformations structurales au cours de l'ensemble du cycle thermique. Analyse par DSC (Differential Scanning Calorimetry)
- Identification structurale et détermination des fractions massiques des phases par diffraction des RX de laboratoire (méthode de Rietveld)
Demande de temps de faisceau déposée à l'ESRF avec pour objectif de caractériser en continu la co-précipitation des carbures et des composés intermétalliques par diffraction de rayons X haute énergie.

Activité du C.E.A./LLB:

Mesures de Diffusion de Neutrons aux Petits Angles (DNPA) sous champ magnétique sur les échantillons de ML1014 représentatifs des divers états de précipitation. Deux configurations de mesures ont été définies et testées afin de couvrir au mieux le domaine angulaire correspondant à des tailles de particules entre 1 et 10 nm. Ces configurations ont été appliquées pour une partie des échantillons des coulées-écoles.

Activité du GPM :

Mesures par sonde atomique et microscopie ionique sur les échantillons de l'acier de référence et sur une partie des compositions-écoles. La reconstruction permet l'identification des phases présentes et la description de leurs morphologies.

Par ailleurs, lors d'une réunion en janvier à Nancy avec le Pr Kosezchnik de l'université de Graz, le logiciel MATCALC nous a été présenté par son concepteur qui a accepté d'en céder l'application aux partenaires d'AMARAGE et de leur assurer une formation en septembre 2007

D. Résultats obtenus pour la période concernée, dégager notamment les faits marquants (15 à 50 lignes maximum) *Décrire les résultats obtenus et préciser éventuellement les livrables déjà réalisés en interne au projet.*

Les investigations par les divers laboratoires sur la microstructure de l'acier ML1014 (Phase 1) conduisent à des résultats convergents et en accord avec les éléments disponibles dans la bibliographie, il existe bien 2 phases: intermétallique NiAl et carbure M₂C; la première se forme très rapidement lors du vieillissement à 500°C, alors que le carbure présente une cinétique de croissance plus lente. Des apports nouveaux importants sont enregistrés :

- la taille des précipités est beaucoup plus faible que ce qui était attendu au vu des éléments d'information issus d'autres aciers présentant séparément les mêmes précipités ; le M₂C présente une forme discoïdale de faible épaisseur; la morphologie plate et la faible épaisseur du carbure, et le faible contraste de NiAl rendent les observations en M.E.T. très difficiles notamment pour les premiers stades de la précipitation, ce qui justifie la pertinence de la mise en œuvre conjointe de la tomographie atomique et de la microscopie électronique. Après les calibrages complémentaires et les dépouillements des mesures de DNPA à venir, les dosages quantitatifs viendront compléter les données.
- La composition des précipités est en harmonie avec les prédictions de la simulation thermodynamique Thermocalc
- Les zones de contraintes dans la matrice ont été visualisées en M.E.T. au voisinage des précipités. Les nombreuses dislocations de la martensite ont été observées.

L'extraction des précipités par dissolution de la matrice est réalisable pour les carbures, mais pour l'heure n'a pas été menée à bien pour NiAl.

Les essais de dilatométrie et de résistivimétrie au cours du revenu ont mis en évidence des évolutions microstructurales au cours du chauffage ainsi que des évolutions rapides dès le début du maintien isotherme à 500°C. Les analyses par DSC ont confirmé les évolutions microstructurales au cours du chauffage (effets exothermiques). Les analyses par diffraction X conventionnelle de laboratoire ont révélé des taux d'austénite (résiduelle et/ou de réversion) faibles et une évolution du paramètre c/a de la martensite après revenu mais elles ne permettent de détecter ni des carbures ni des intermétalliques même pour des revenus à 650°C pendant 4h du probablement à leurs faibles quantités et tailles. Pour approfondir ces résultats, d'une part des analyses microstructurales (MET, sonde atomique) des premiers stades de la précipitation vont être effectuées sur des échantillons ayant subi un chauffage interrompu à différentes températures, et d'autre part, une étude in-situ par diffraction des rayons X haute énergie des cinétiques de précipitation au cours du chauffage et du maintien ainsi que des évolutions des paramètres de maille des différentes phases a été proposée. L'ensemble de ces résultats sont des éléments indispensables pour la modélisation de la précipitation.

Les essais de fatigue à déformation imposée montrent une relative stabilité de la contrainte jusqu'à des températures de l'ordre de 400°C; l'amplitude de la déformation plastique cyclique est faible.

Une étude préliminaire de sensibilité aux données d'entrée a été réalisée avec Matcalc pour le cas de figure de la précipitation de carbures. Elle devra rester en mémoire lors de la mise en œuvre ultérieure du logiciel pour juger de la validité des résultats, en outre elle incite à sélectionner les mesures à réaliser pour mieux renseigner les paramètres d'entrée (par exemple densité des dislocations)

E. Difficultés rencontrées et solutions de remplacement envisagées (15 à 50 lignes maximum) *ex : impasse technique, abandon d'un partenaire ou d'un sous traitant, maîtrise des délais, maîtrise des budgets. Faut-il revoir le contenu du projet ? Faut-il revoir le calendrier du projet ?*

Pour mémoire, il faut rappeler que le projet a subi pour des raisons diverses un retard de l'ordre de six mois en 2006. Ainsi les mesures n'ont démarré progressivement qu'en septembre 2006, et une réelle activité n'a été effective qu'en 2007.

Au premier semestre 2007, dans le contexte du non-recrutement des post-doctorants, les travaux ont été réalisés essentiellement par les personnels permanents des laboratoires; la seule exception concerne le CEMES où la post-doctorante a pu travailler six mois au lieu de douze avant de partir pour d'autres activités.

Si les équipes ont bien fait le maximum pour réaliser les travaux préliminaires, et aussi pour exploiter au mieux les dispositifs à accès très contingenté, le volume escompté de travail n'a pas été réalisé. A ce jour, l'ensemble des post-doctorants est, sauf défection, rassemblé pour septembre/novembre, ce qui devrait permettre de réaliser dans de bonnes conditions, vu le travail préparatoire effectué, le programme prévu, ..., mais avec un an de retard.

Ce retard ayant eu pour origine la difficulté de recruter des post-doctorants en 2006 et début 2007, nous conduit donc à réviser le projet avec deux alternatives : réaliser l'ensemble du programme avec un an de prolongation ou stopper à la date prévue en ne réalisant pas la phase 3 qui devait valider les investigations sur des réalisations industrielles. Notre préférence s'oriente sans ambiguïté sur la première option vu que sur les plans technique et scientifique il se confirme que nous avons bien mis en œuvre les moyens adéquats pour arriver aux objectifs et que chacun des partenaires obtient des résultats.

Nous avons pu conclure entre partenaires le contrat de confidentialité. Le Contrat de Consortium n'est toujours pas finalisé ; il reste à régler des divergences sur la propriété intellectuelle entre les Services juridiques des partenaires; ce point sera relancé dès fin août.

F. Livrables externes réalisés (15 à 50 lignes maximum)

Pour les articles et communications écrites, préciser s'il s'agit d'articles dans des revues à comité de lecture / d'ouvrages ou chapitres d'ouvrage / d'articles dans d'autres revues / de communications dans des colloques ou des congrès / de dépôt de brevet... Référencer selon les normes habituelles. Mentionner également s'ils peuvent ou non faire l'objet de communications externes par l'ANR et son unité support

Indiquer, *Le cas échéant*, les thèses démarrées, en cours et/ou soutenues en relation directe avec le projet :

Préciser le titre, date de soutenance (prévue ou réelle), soutien financier, devenir des étudiants pour les thèses soutenues

Jun 2007 : Présentation d'un poster préparé par le CEMES pour le Congrès de la Sfmur de Grenoble : "Apport et complémentarité de différentes techniques de MET pour la caractérisation et de nano-précipités dans un acier martensitique"

G. Autres commentaires

Eléments quantitatifs

H. Liste des réunions/séminaires/colloques organisés durant la période et des missions à l'étranger

(préciser la date, le lieu, l'objet, le nombre des participants)

Pour le pilotage du Projet :

- 1 réunion plénière de l'ensemble des acteurs le 15 mars à Paris (Réunion-bilan Annuelle)
- 1 réunion de pilotage à Albi le 25 mai
- 1 télé-réunion du Comité de Pilotage le 29 janvier 2007
- 1 réunion avec le Pr Kozeschnik (MATCALC) à Nancy le 24 janvier

I. Par rubrique et par partenaire, établir la consommation des dépenses financées par l'ANR, depuis le démarrage du projet.

Partenaire	Fonct. (Keuros)	Equip. nature	Equip. (Keuros)
Aubert&Duval	257.1		
CROMeP /Armines	96.01		
CNRS/CEMES	22.93		
LSG2M	7,0		2.5
LLB/CEA	11,1		
CNRS/GPM	1,26		
Total projet	395,4		

J. *Le cas échéant*, préciser les travaux réalisés par les partenaires étrangers associés au projet sans aide de l'ANR

Néant

K. Liste des personnels recrutés en CDD par des établissements publics dans le cadre du projet sur l'aide allouée par l'ANR

Nom	Prénom	Qualifications	Date de recrutement	Durée du contrat (en mois)
VIDAL	Vanessa	Post-doc	01/01/2007	6 pour 12 prévus(a)
KEDJAR	Bouزيد	Post-doc	01/11/2007	12 (b)
VIGROUX	Nicolas	Stagiaire ingénieur	01/06/2007	3
SENSEBY	Laurine	Stagiaire ingénieur	01/05/2007	4
BERRAHMOUNE	Mohammed	Post-doc	01/09/2007	12 (c)
BOKOCH	Sergueï	Post-doc	01/10/2007	18
PERRUT	Mickaël	Post-doc	01/11/2007	12

Indiquer leur devenir postérieur à leur participation au projet : intégration comme chercheur, enseignant-chercheur, ingénieur, emploi dans le privé, chômeur, etc....

(a) départ pour l'université catholique de Louvain (Belgique)

(b) rémunéré pour 6 des 12 mois sur les fonds ANR/AMARAGE par le CROMeP

(c) renouvelable une fois

L. Le cas échéant, indiquer les différents types d'aides complémentaires obtenues grâce à ce projet.

(Il peut s'agir de ressources financières, ressources humaines, allocations de recherche,...)

Aucune

M. Le cas échéant, modalités d'utilisation du complément de financement « pôles de compétitivité » (15 lignes maximum)

Rappel : ceci ne s'applique pas aux entreprises, mais seulement aux laboratoires publics et autres structures non soumises à l'encadrement communautaire des aides d'Etat à la R&D. Le complément de financement est destiné à couvrir des frais supplémentaires liés à la participation aux activités du pôle : ingénierie de projets partenariaux publics-privés, recherche de partenaires ; valorisation de la recherche ; relations inter-pôles et internationales...

Sans Objet

N. CADRE RESERVE AU COORDONNATEUR DU PROJET (15 à 50 lignes maximum)

Commentaire général sur l'état d'avancement du projet, les interactions entre les différents partenaires, les efforts particuliers en matière d'interdisciplinarité, l'ouverture internationale, etc.

Les travaux d'investigation ont réellement commencé de manière significative au cours de cette dernière période de 6 mois avec des activités couvrant à la fois la phase 1 et la phase 2. Les résultats obtenus s'avèrent cohérents: les diverses équipes convergent vers les mêmes conclusions, et la complémentarité des compétences se confirme comme pertinente. La description de la précipitation se révèle plus difficile qu'attendu, mais la mise en jeu de l'ensemble du dispositif nous a permis pour l'heure de ne pas nous retrouver désarmés devant les difficultés puisque les résultats du CEMES, du GPM et du LLB se complètent et se confortent avec le recoupement des échelles observées. Suite aux résultats du LSG2M et en vue de la modélisation, des caractérisations fines des premiers stades de la précipitation s'avèrent également indispensables.

Il a été surprenant aussi de constater la bonne harmonie relevée sur les compositions des phases entre les mesures expérimentales et la prédiction du calcul thermodynamique, ce qui sécurise avant la mise en œuvre d'un logiciel de prédiction de la précipitation.

Si la nature des moyens mis en jeu est bien adaptée, le volume important des investigations réclame bien la mise en jeu des post-doctorants qui interviendront dès septembre. La mise à notre disposition à ce moment du logiciel Matcalc et l'organisation de la session de formation tombent à point nommé d'autant plus que le CROMeP dans son activité hors projet a bien mis à l'épreuve ce logiciel. Les observations expérimentales fournissent d'ores et déjà quelques éléments pour paramétrer correctement le code de calcul par les données d'entrée.

Devant le constat de l'intérêt des résultats déjà disponibles, de la confirmation de la bonne structure du programme et de la cohérence avec les moyens et compétences des équipes partenaires, le Comité de Pilotage souhaite, à budget total constant, la prorogation d'un an du projet pour permettre d'exploiter complètement les travaux des post-doctorants qui entreront en jeu dans quelques semaines.

CADRE RESERVE A L'USAR

Nom du coordinateur scientifique de l'USAR : Francis Teyssandier

Date :

Glossaire

Livrable : tout composant matérialisant le résultat de la prestation de réalisation. Toute production émise par le titulaire au cours du projet : document, courrier revêtant un caractère officiel , module de code logiciel, dossiers de tests, application intégrée, objet, dispositif...

Livrable interne : réalisé au sein du programme et non communiqué à l'extérieur du programme.

Livrable externe : élément diffusé ou livré hors de la communauté du projet de recherche..

Faits marquants : élément non nécessairement quantifiable mais significatif pour le projet.